



CAPÍTULO 16

CIÊNCIA E SEGURANÇA PÚBLICA: PARCERIA NA INVESTIGAÇÃO DE SUPLEMENTOS ALIMENTARES IRREGULARES

Ananda Fagundes Guarda

PALAVRAS-CHAVE: Suplementos Alimentares; Espectrofotometria; Cooperação Universidade.

INTRODUÇÃO

A parceria com a Receita Federal firmada em 2022, com a Universidade do Estado de Minas Gerais – Unidade Acadêmica de Ituiutaba resultou na entrega de amostras de suplementos alimentares apreendidas, com prazo de validade expirado, contendo creatina e cafeína. Essas amostras, que em princípio destinavam-se ao comércio e consumo humano, foram entregues à universidade para o desenvolvimento de projetos de pesquisa. Com isso, reforça-se o papel da universidade na contribuição do monitoramento e promoção da saúde pública no país.

Em 2018, a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) publica o Marco Regulatório dos suplementos alimentares através da Resolução de Diretoria Colegiada nº 243, onde estabelece um conjunto de definições, requisitos de qualidade de composição, rotulagem, lista de constituintes, limites de uso, entre outros para os suplementos alimentares (Brasil, 2018). Nesse documento, suplemento alimentar é definido como “um produto para ingestão oral, apresentado em formas farmacêuticas, destinado a complementar a alimentação de indivíduos saudáveis com nutrientes, substâncias bioativas, enzimas ou probióticos, isolados ou combinados”.

A popularização nas mídias sociais, a busca incansável pelo corpo perfeito, associado ao fácil acesso a compra de suplementos alimentares pela população fez com que, em 2020, 59% dos lares brasileiros possuem pelo menos uma pessoa consumidora deste produto, onde 48% dos consumidores aumentaram a ingestão durante a quarentena (Hilkens *et al.*, 2021; Abiad, 2023). O aumento do consumo

sem a devida prescrição de profissional especializado preocupa especialistas e autoridades da área, tornando-se um problema de saúde pública (Molin *et al.*, 2019). Relatos da literatura apresentam diversos efeitos indesejáveis relacionados ao consumo destes produtos sem recomendação adequada, que variam desde danos hepáticos, renais, cardíacos, chegando até relatos de óbitos (Resende; Molinari; Silva, 2015; Timcheh-Hariri *et al.*, 2012; Wierzejska, 2021).

Com a publicação do novo marco regulatório da ANVISA, os fabricantes de suplementos alimentares passaram a ter um prazo de sessenta meses para se adequarem às exigências estabelecidas, abrangendo desde a rotulagem até a composição dos produtos, com o final do prazo sendo em julho de 2023 (Brasil, 2018). No entanto, a efetiva implementação dessas normas enfrenta desafios consideráveis, entre eles a ausência de métodos analíticos oficiais padronizados no Brasil para a análise química e microbiológica de suplementos. Essa lacuna compromete tanto a fiscalização quanto a garantia da segurança e da qualidade desses produtos no mercado (Molin *et al.*, 2019).

Somado a isso, diversos estudos científicos têm reportado casos de adulterações deliberadas, ou seja, a adição intencional de fármacos não declarados, além de discrepâncias entre as informações presentes nos rótulos e os teores reais de carboidratos, proteínas e outras substâncias ativas (Rocha; Amaral; Oliveira, 2016; White, 2022; Coen, 2018). Tais práticas representam riscos significativos à saúde do consumidor e reforçam a necessidade de maior rigor na regulamentação, análise e fiscalização dos suplementos alimentares comercializados no país (Molin, 2019).

Nesse contexto, a universidade exerce um papel importante no fortalecimento do poder público, através do controle sanitário e na proteção da saúde pública. Instituições de ensino superior, por meio da pesquisa, são capazes de desenvolver e validar métodos analíticos confiáveis para a identificação e quantificação de substâncias em suplementos alimentares, contribuindo para suprir a carência de métodos oficiais no país. Além disso, a atuação universitária em projetos de extensão e cooperação com órgãos de fiscalização, como a Receita Federal, permite uma aproximação entre ciência e políticas públicas, promovendo a formação de profissionais qualificados e a geração de dados que subsidiem decisões regulatórias. Dessa forma, a universidade se consolida como agente ativo na promoção da segurança do consumidor e no enfrentamento de práticas irregulares no mercado de suplementos.

METODOLOGIA

O estudo foi conduzido em etapas consecutivas, contemplando o preparo das amostras, análise bromatológica, desenvolvimento e validação de métodos espectrométricos, quantificação dos analitos, tratamento estatístico dos dados e análise das rotulagens das embalagens de suplementos de cafeína e creatina. De acordo com a Farmacopeia Brasileira, o conteúdo de 20 cápsulas duras de dose única de cada lote de cafeína, foram homogeneizadas com gral e pistilo (Brasil, 2024) para análise do peso médio do conteúdo das cápsulas duras. O suplemento de creatina não foi avaliado neste quesito pois sua forma farmacêutica comercializada é em pó. Além disso, um estudo sobre a solubilização da creatina e cafeína se fizeram necessárias, para que os métodos espectrofotométricos fossem desenvolvidos. As substâncias padrão utilizadas para o teste de solubilização foram adquiridas e possuem certificação de qualidade, com teores de pureza de 99,999% para Cafeína e 99,997% para Creatina. Os solventes utilizados para o teste foram: água ultra pura (Millipore, Bedford, MA), clorofórmio P.A. ACS (Êxodo Científica), Álcool etílico P.A. (Neon) e diclorometano P.A. ACS (Êxodo Científica). Para tal, cerca de 1,0 grama de padrão foi pesado e solubilizado em 30 mililitros do solvente em teste, sendo agitado a mistura por 30 minutos em agitador magnético em 200 rpm, à temperatura ambiente (30°C).

Para análise de umidade, foi realizado o ensaio descrito nos métodos de análises físico-químicos para alimentos do Instituto Adolfo Lutz (2008). Pesou-se cerca de 4 gramas da amostra, em triplicata, em cápsula de porcelana, previamente tarada. Aqueceu-se durante 3 horas a uma temperatura de 105°C. Resfriou-se em um dessecador até a temperatura ambiente. Pesou-se e repetiu-se o processo até o peso constante.

Para análise de mineral fixo, cerca de 3 gramas da amostra, em triplicata, foi transferida para um cadinho de porcelana, previamente tarado. A amostra foi distribuída uniformemente e incinerada, gradativamente, com rampa de aquecimento, com 30 minutos a 200°C, 60 minutos a 400°C e 90 minutos a 600°C. Após o término da incineração, foi aguardado o resfriamento em dessecador para posterior pesagem. O percentual de mineral fixo médio foi calculado em relação à massa das amostras secas.

A análise do pH foi realizada como descrito no ensaio descrito nos métodos de análises físico-químicos para alimentos do Instituto Adolfo Lutz (2008). Pesou-se cerca de 10 g da amostra em um bêquer e diluiu-se com auxílio de 100 mL de água. Agitou-se o conteúdo até que as partículas sejam totalmente solubilizadas. O pH foi determinado por potenciometria, com eletrodo de pH, previamente calibrado.

Já a quantificação de creatina (Elbir; Oz, 2021) e a cafeína (Kalisz; Studzinska; Bocian, 2023) foram analisadas por métodos já desenvolvidos na literatura, que utilizam a espectrofotometria. O equipamento utilizado foi o espectrofotômetro UV-Vis Evolution One (ThermoScientific), com largura espectral de 1 nm, Lâmpada flash de xenônio, com varredura de 190-1100 nm.

As análises de carboidrato foram realizadas em laboratório terceirizado, em virtude da falta de equipamentos, reagentes específicos para esta análise e o elevado custo para aquisição destes. O laboratório prestador de serviço realizou a análise de carboidratos totais de acordo com os procedimentos descritos no Instituto Adolfo Lutz (2008).

Os métodos foram validados conforme os critérios estabelecidos na RDC ANVISA nº 166/2017, avaliando linearidade, precisão, exatidão e limites de detecção e quantificação (Brasil, 2017). A quantificação dos analitos foi realizada após a construção de curvas de calibração e definição da faixa de trabalho. Os dados obtidos, processados em planilhas eletrônicas e analisados estatisticamente, permitiram comparações entre amostras dentro (compradas via internet, da mesma marca) e fora do prazo de validade (amostras apreendidas pela Receita Federal), oferecendo subsídios sobre alterações químicas e físicas ao longo do tempo.

Por fim, foi realizada uma análise detalhada das rotulagens dos produtos, considerando ingredientes declarados, lote, fabricante, alegações nutricionais e conformidade com as normas da RDC ANVISA nº 243/2018 (Brasil, 2018). As alegações científicas dos componentes principais foram confrontadas com evidências de literatura e pareceres de órgãos nacionais e internacionais.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A primeira etapa do projeto se refere a organização das amostras, entre aquisições de amostras dentro do prazo de validade (de mesma marca e forma farmacêutica) e avaliação da forma farmacêutica das amostras fornecidas pela Receita Federal. As amostras de creatina estavam na forma de pó, enquanto as amostras de cafeína encontravam-se na forma de cápsulas duras. Para análise do peso médio do conteúdo das cápsulas, todas as amostras (dentro e fora do prazo de validade) estavam dentro dos limites da Farmacopeia Brasileira (variação < 7,5%). Além do peso médio, investigou-se o solvente que permitisse a máxima solubilização dos analitos para melhor desenvolvimento de método analítico quantitativo. Além da completa solubilização, a minimização do impacto ambiental dos resíduos gerados também foi levada em consideração para esta escolha. Após as análises dos resultados, a água ultra pura foi escolhida como solvente ideal por seu desempenho (solubilidade completa dos padrões) e menor impacto ambiental. Já para análise de umidade

das amostras, como esperado, as amostras vencidas apresentaram maior teor de umidade, indicando risco de degradação por hidrólise. Para análise de minerais, os resultados estavam abaixo do limite legal de declaração de minerais; em conformidade com rotulagem. A análise do pH das amostras indica uma redução do valor (maior acidez) para as amostras vencidas dos suplementos alimentares, o que pode indicar degradação ou desprotonação dos compostos após o vencimento.

Na etapa de análise bromatológica das amostras de creatina, os teores de carboidratos determinados estavam em conformidade com as informações declaradas nos rótulos, os quais indicavam: “Não contém quantidades significativas de carboidratos”. Por outro lado, nas amostras de cafeína, embora os rótulos também indicassem a ausência de carboidratos, as análises laboratoriais revelaram teores da ordem de aproximadamente 50%, tanto em amostras dentro do prazo de validade quanto nas vencidas, evidenciando discrepância em relação à rotulagem.

Para a análise espectrofotométrica da cafeína, realizada a 272 nm, foi construída uma curva de calibração com cinco níveis de concentração (1 a 5 ppm), utilizando padrão analítico em água ultrapura. A equação da reta obtida foi $y = 0,0541x + 0,0035$, com coeficiente de determinação (R^2) de 0,9994. Para a creatina, analisada a 520 nm, também foi elaborada uma curva de calibração com cinco níveis de concentração (10 a 30 ppm), igualmente com padrão analítico em água ultrapura. A equação da reta correspondente foi $y = 0,0314x + 0,0057$, com R^2 de 0,9993. As análises das amostras, tanto vencidas quanto dentro do prazo de validade, apresentaram resultados estatisticamente compatíveis com a faixa de recuperação de 90 a 110% em relação aos valores declarados nos rótulos, para ambos os compostos.

Em relação a análise rotular, as amostras de cafeína não cumprem os seguintes requisitos, de acordo com ANVISA (Brasil, 2018): Recomendação de uso (população ou faixa etária, quantidade e frequência de consumo, advertência em destaque e negrito “Este produto não é um medicamento” e “Não exceder a recomendação diária de consumo indicada na embalagem” e “Mantenha fora do alcance de crianças”. Os suplementos de creatina encontraram-se de acordo com a legislação sobre rotulagem.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados obtidos neste estudo evidenciam a importância do desenvolvimento e validação de métodos analíticos confiáveis para a caracterização de suplementos alimentares, especialmente no que se refere à verificação da conformidade com as informações declaradas nos rótulos. A detecção de discrepâncias, reforça a necessidade de controle rigoroso de qualidade e fiscalização sanitária desses produtos.

A atuação da universidade neste contexto demonstra sua relevância como agente técnico-científico de apoio às demandas da sociedade. A expertise analítica são ferramentas fundamentais para subsidiar ações de interesse público, contribuindo tanto para a proteção da saúde do consumidor quanto para a valorização da ciência aplicada em questões concretas. O vínculo estabelecido entre a universidade e a Receita Federal do Brasil neste projeto exemplifica o potencial da cooperação interinstitucional. A articulação entre academia e poder público fortalece a capacidade de resposta do Estado frente a desafios emergentes, como o crescente mercado de suplementos importados ou de origem duvidosa, além de fomentar a formação de profissionais qualificados comprometidos com a ética, a qualidade e o bem-estar coletivo.

Este trabalho pode auxiliar diretamente nas disciplinas de Química Analítica e Química Ambiental de diferentes cursos de graduação ao proporcionar uma aplicação prática dos conteúdos teóricos abordados em sala de aula, como preparo de amostras, desenvolvimento e validação de métodos analíticos, espectrofotometria UV-Vis, análise bromatológica e interpretação de dados. A investigação de suplementos alimentares irregulares oferece um exemplo real de como a Química Analítica contribui para a garantia da qualidade de produtos consumidos pela população, enquanto a Química Ambiental é contemplada pela preocupação com os resíduos gerados, pela escolha de solventes menos agressivos ao meio ambiente e pela avaliação de potenciais riscos à saúde pública decorrentes do descarte e consumo inadequado desses produtos. Dessa forma, o estudo estimula o pensamento crítico e ético dos estudantes, promovendo uma formação mais contextualizada, interdisciplinar e voltada à resolução de problemas concretos da sociedade.

AGRADECIMENTOS

A autora agradece à Receita Federal do Brasil (RFB) pelo apoio institucional e pela confiança na parceria firmada com a Universidade do Estado de Minas Gerais (UEMG), Unidade Acadêmica de Ituiutaba.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIAD. Associação Brasileira da Indústria de Alimentos para Fins Especiais. **Comportamento dos consumidores de Suplementos Alimentares durante a pandemia de Covid-19**. São Paulo: BrasNutri; 2023.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopeia brasileira**: volume I – 7. ed. Brasília: ANVISA, 2024. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/assuntos/farmacopeia/farmacopeia-brasileira>. Acesso em: 23 de abr. 2025.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 243, de 26 de julho de 2018.** Dispõe sobre os requisitos sanitários dos suplementos alimentares. Diário Oficial da União, Seção 1, Brasília, DF, 2018. Disponível em: https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TzC2Mb/content/id/34379969/do1-2018-0_7-27-resolucao-da-diretoria-colegiada-rdc-n-243-de-26-de-julho-de-2018-34379917. Acesso em: 23 abr. 2025.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução RDC nº 166, de 24 de julho de 2017.** Dispõe sobre a validação de métodos analíticos. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 2017. Disponível em: https://anvisalegis.datalegis.net/action/ActionDatalegis.php?acao=abrirTextoAto&tipo=RDC&numeroAto=00000166&seqAto=000&valorAno=2017&orgao=RDC/DC/ANVISA/MS&codTipo=&desItem=&desItemFim=&menu=1696&cod_modulo=134&pesquisa=true. Acesso em: 23 abr. 2025.

COHEN, Pieter. The FDA and adulterated supplements—dereliction of duty. **JAMA network open**, v. 1, n. 6, 2018.

ELBIR, Zeynep; OZ, Fatih. Determination of creatine, creatinine, free amino acid and heterocyclic aromatic amine contents of plain beef and chicken juices. **Journal of Food Science and Technology**, v. 58, p. 3293-3302, 2021.

HILKENS, Luuk; CRUYFF, Maarten; WOERTMAN, Liesbeth; BENJAMINS, Jeroen; EVERAERT, Catharine. Social media, body image and resistance training: creating the perfect 'me' with dietary supplements, anabolic steroids and SARM's. **Sports medicine-open**, v. 7, p. 1-13, 2021.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** 4. ed. digital. São Paulo: IAL, 2008.

KALISZ, Oktawia; STUDZIŃSKA, Sylwia; BOCIAN, Szymon. A Determination of the Caffeine Content in Dietary Supplements According to Green Chemistry Principles. **Foods**, v. 12, n. 13, p. 2474, 2023.

MOLIN, Thais Ramos Dal; LEAL, Gabriela Camera; MÜLLER, Larissa Sabo; MURATT, Diana Tomazzi; MARCON, Gabriela Zanella; CARVALHO, Leandro Machado de; VIANA, Carine. Marco regulatório dos suplementos alimentares e o desafio à saúde pública. **Revista de Saúde Pública**, v. 53, 2019.

RESENDE, Geiciene Barbosa; MOLINARI, Maria Goreti; SILVA, Aline Costa E. Efeitos adversos do uso inadequado de suplementos alimentares por praticantes de exercício físico. **Revista Saúde Multidisciplinar**, v. 3, n. 1, 2015.

ROCHA, Tiago; AMARAL, Joana; OLIVEIRA, Maria Beatriz. Adulteration of dietary supplements by the illegal addition of synthetic drugs: a review. **Comprehensive reviews in food science and food safety**, v. 15, n. 1, p. 43-62, 2016.

TIMCHEH-HARIRI, Alireza; BALALI-MOOD, Mahdi; ARYAN, Ehsan; SADEGHI, Mahmood; RIAHI-ZANJANI, Bamdad. Toxic hepatitis in a group of 20 male body-builders taking dietary supplements. **Food and chemical toxicology**, v. 50, n. 10, p. 3826-3832, 2012.

WHITE, C. Michael. Continued risk of dietary supplements adulterated with approved and unapproved drugs: assessment of the US Food and Drug Administration's tainted supplements database 2007 through 2021. **The Journal of Clinical Pharmacology**, v. 62, n. 8, p. 928-934, 2022.

WIERZEJSKA, Regina Ewa. Dietary supplements—for whom? The current state of knowledge about the health effects of selected supplement use. **International journal of environmental research and public health**, v. 18, n. 17, p. 8897, 2021.