

UTILIZAÇÃO DE NIRS E MIRS PARA IDENTIFICAÇÃO DE PARÂMETROS DE QUALIDADE EM BAUNILHA.¹

Gustavo Lopes Gomes da Silva¹, Fernanda Damasceno Aguilar¹, Jéssica Souza Coqueiro¹, Joane Cristina Costa Ferreira¹, Raphael Patury Lins¹ Jaqueline Sandes Anunciação¹, Leandro Soares Santos¹

RESUMO

A baunilha, uma das especiarias mais valiosas do mundo, enfrenta desafios relacionados à autenticidade devido a fraudes alimentares que comprometem sua qualidade e transparência no mercado. Por meio das espectroscopias de infravermelho próximo (NIR) e médio (MIR), associadas a ferramentas quimiométricas como Análise de Componentes Principais (ACP) e Regressão por Mínimos Quadrados Parciais (PLS), buscou-se caracterizar amostras provenientes de três espécies de baunilha (*Vanilla planifolia*, *V. bahiana* e *V. chamoisii*). Foram realizadas etapas sistemáticas de coleta, preparo e extração das amostras, seguidas de análises cromatográficas para quantificação de marcadores químicos como vanilina e álcool metilbenzoico. Os dados espectrais NIR e MIR foram processados para construção de modelos preditivos, permitindo quantificar compostos específicos de forma não destrutiva e rápida. Os resultados evidenciaram maior sensibilidade e especificidade do MIR em relação ao NIR, principalmente para a vanilina, com coeficientes de correlação (R) acima de 0,90 e valores de RPD superiores a 3, indicando excelente capacidade preditiva.

PALAVRAS-CHAVE: Álcool metilbenzoico, cromatografia, fenólicos, vanilina.

USE OF NIRS AND MIRS FOR IDENTIFICATION OF QUALITY PARAMETERS IN VANILLA.

ABSTRACT

Vanilla, one of the world's most valuable spices, faces authenticity challenges due to food fraud that compromises its quality and transparency in the market. Using near-infrared (NIR) and mid-infrared (MIR) spectroscopy, combined with chemometric tools such as Principal Component Analysis (PCA) and Partial Least Squares (PLS) regression, we sought to characterize samples from three vanilla species (*Vanilla planifolia*, *V. bahiana*, and *V. chamoisii*). Systematic sample collection, preparation,

¹ Graduando em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia- Itapetinga.

¹ Graduanda em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia- Itapetinga.

¹ Doutoranda no Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia- Itapetinga.

¹ Doutoranda no Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia- Itapetinga.

¹ Doutorando no Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia- Itapetinga.

¹ Mestranda no Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – Itapetinga.

¹ Professor do Departamento de Tecnologia Rural e Animal, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia- Itapetinga.

and extraction steps were performed, followed by chromatographic analysis to quantify chemical markers such as vanillin and methylbenzoic alcohol. The NIR and MIR spectral data were processed to build predictive models, allowing for the rapid and non-destructive quantification of specific compounds. The results showed greater sensitivity and specificity of MIR in relation to NIR, especially for vanillin, with correlation coefficients (R) above 0.90 and RPD values above 3, indicating excellent predictive capacity.

KEYWORDS: Chromatography, methylbenzoic alcohol, phenolics, vanillin.

INTRODUÇÃO

A complexidade das cadeias de produção e distribuição de alimentos aumenta os desafios no controle de qualidade, especialmente na prevenção de fraudes. Adulterações comprometem a autenticidade, valor nutricional e confiança do consumidor. Na baunilha, uma especiaria de alto valor, a substituição por compostos sintéticos como a vanilina altera suas características sensoriais e comerciais, sendo a autenticação essencial para garantir qualidade e segurança alimentar. A alta demanda e a oferta limitada, agravadas por mudanças climáticas, desmatamento e baixa variabilidade genética, tornam a produção sustentável da baunilha um desafio. No Brasil, o cultivo de espécies nativas apresenta potencial para diversificar a oferta e preservar a biodiversidade (Takahashi et al., 2013).

Métodos analíticos modernos são indispensáveis para detectar adulterações e determinar parâmetros de qualidade. Técnicas espectroscópicas, como NIR e MIR, permitem análises não destrutivas, enquanto imagem hiperespectral e cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (GC-MS) oferecem alta precisão na diferenciação entre produtos autênticos e fraudulentos (Santos et al., 2021). O uso de marcadores químicos, como a vanilina natural, e técnicas baseadas em DNA, como PCR, asseguram a autenticidade, rastreabilidade e conformidade da matéria-prima (Orrillo et al., 2019).

Diante desse contexto, este estudo propõe a aplicação de espectroscopia MIR e NIR para análise não destrutiva da baunilha, possibilitando a caracterização química e a detecção de adulterações, contribuindo para otimizar o controle de qualidade e promover maior segurança e transparência no mercado.

MATERIAIS E MÉTODOS

O estudo foi desenvolvido na Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), campus Itapetinga, utilizando 21 amostras de favas de baunilha de três variedades, *Vanilla planifolia*, *V. bahiana* e *V. chamissonis*. Seis amostras foram coletadas em Una, Bahia, e as demais 15 adquiridas online. As favas foram seccionadas

em fragmentos de 5mm, liofilizadas por 48h, trituradas e maceradas para obtenção de um pó homogêneo, armazenado a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

A extração dos compostos fenólicos foi realizada com 1g de pó em 5mL de solução etanol:água (1:1), sob agitação em centrífuga a 4000 rpm por 15 minutos, seguida de filtração e armazenamento refrigerado. A identificação e quantificação de álcool-4-metoxibenzílico e vanilina foram realizadas por CLAE, utilizando coluna RP-LC (Zorbax SB-C18) em sistema HP Agilent 1260 Infinity II, comparando espectros UV e tempos de retenção com padrões analíticos e empregando o método do padrão externo para quantificação.

Para análise espectroscópica, os extratos foram submetidos a NIR (Spectra Star 2500XL) e FTIR-ATR (Cary 630), permitindo a obtenção de espectros de refletância e absorvância em faixas de 1100–2500 nm e 4000–600 cm^{-1} , respectivamente. A análise exploratória foi realizada por Análise de Componentes Principais (ACP) no SAS® OnDemand. Modelos de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) foram construídos relacionando espectros (X) com concentrações dos analitos (Y), utilizando crovalidação para determinar o número ótimo de variáveis latentes. Os espectros passaram por pré-processamento, incluindo suavização para redução de ruído, garantindo reprodutibilidade e representatividade das amostras, permitindo a avaliação precisa da concentração de compostos fenólicos nas favas de baunilha.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para avaliar a dispersão entre amostras de baunilha, foi realizada Análise de Componentes Principais (ACP) sobre os espectros obtidos por NIR (1204–2467 nm) e MIR (635–3295 cm^{-1}). No NIR (figura 1A), a CP1 e CP2 refletem bandas largas e sobretons de vibrações C–H e O–H, destacando-se sobretons de estiramentos C–H de grupos metílicos, metileno e aromáticos presentes na vanilina e outros fenóis, sensíveis à proporção de compostos aromáticos e grupos metoxi (Jiménez et al., 2021).

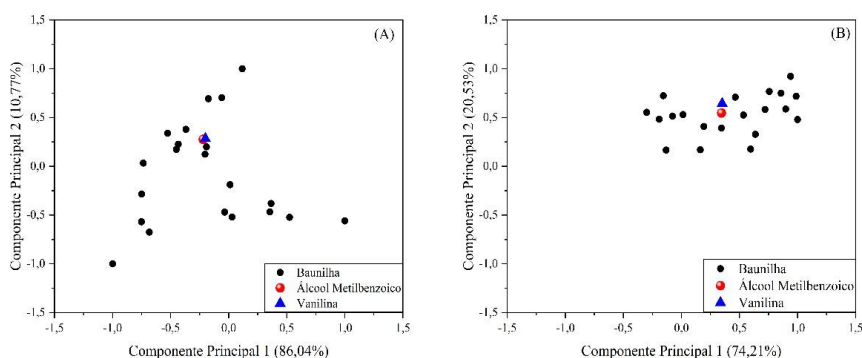


Figura 1 – Dispersão dos componentes principais 1 e 2 das amostras de baunilha verdadeira, utilizando dados do NIR (A) e MIR (B).

No MIR (figura 1B), a CP1 captura variações dominantes em grupos carbonílicos, aromáticos e fenólicos, enquanto a CP2 evidencia diferenças complementares, incluindo fração de solvente e distribuição de fenólicos menores, permitindo uma separação mais nítida entre extratos autênticos. A regressão por mínimos quadrados parciais (PLS) foi aplicada para quantificar álcool metilbenzoico e vanilina (Widyaningrum et al., 2025). Para o álcool metilbenzoico, o NIR apresentou $R=0,40$ e o MIR $R=0,99$, ambos com baixos RMSEC/RCV e altos RPD/RER (>7), indicando boa predição. Para a vanilina, o MIR (tabela 1) mostrou desempenho substancialmente superior ($R=0,93$; $RPD=3,09$), enquanto o NIR (Tabela 1) apresentou baixa correlação ($R=0,43$; $RPD=0,80$), refletindo maior sensibilidade do MIR aos grupos aromáticos, carbonílicos e fenólicos da vanilina (Moreno-Ley et al., 2019).

Tabela 1 - Parâmetros de calibração de regressão PLS dos espectros NIR e MIR para predição de padrões de qualidade da baunilha.

		Variáveis	R	RMSEC	RCV	RMSECV	RPD	RER
		Latentes						
Álcoolmetilb enzoico	NIR	4	0,40	1,08	0,17	1,15	8,02	24,19
	MIR	6	0,99	0,53	0,94	1,18	7,82	23,57
Vanilina	NIR	5	0,43	1,07	-	1,76	0,80	3,24
	MIR	3	0,93	0,42	0,91	0,46	3,09	12,41

Esses resultados evidenciam que o MIR é mais eficiente que o NIR na diferenciação e quantificação de compostos característicos da baunilha, fornecendo modelos preditivos robustos e confiáveis, capazes de refletir fielmente a composição química dos extratos autênticos, enquanto o NIR, limitado pela sobreposição de bandas e menor especificidade vibracional, apresenta desempenho inferior, especialmente para a vanilina.

CONCLUSÕES/CONSIDERAÇÕES

A aplicação integrada das espectroscopias NIR e MIR associadas a modelos quimiométricos demonstrou-se uma abordagem inovadora, eficiente e ambientalmente sustentável para análise da autenticidade da baunilha. O desempenho superior do MIR em relação ao NIR para a detecção de compostos característicos, como vanilina e álcool metilbenzoico, evidencia a maior seletividade dos modos vibracionais fundamentais nessa faixa espectral, o que confere aos modelos PLS elevada acurácia preditiva. Além disso, a utilização de técnicas não destrutivas reduz custos, tempo de análise e geração

de resíduos, alinhando-se às demandas contemporâneas de sustentabilidade e controle rigoroso da qualidade de alimentos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Jiménez-Carvelo, A., Tonolini, M., McAleer, O., Cuadros-Rodríguez, L., Granato, D., & Koidis, A. (2021). Multivariate approach for the authentication of vanilla using infrared and Raman spectroscopy.. *Food research international*, 141, 110196 . <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110196>;

Moreno-Ley, C., Hernández-Martínez, D., Osorio-Revilla, G., Tapia-Ochoategui, A., Dávila-Ortíz, G., & Gallardo-Velázquez, T. (2019). Prediction of coumarin and ethyl vanillin in pure vanilla extracts using MID-FTIR spectroscopy and chemometrics.. *Talanta*, 197, 264-269 . <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2019.01.033>;

ORRILLO, I. et al. Hyperspectral imaging as a powerful tool for identification of papaya seeds in black pepper. *Food Control*, v. 101, p. 45–52, 2019;

Takahashi, M., Inai, Y., Miyazawa, N., Kurobayashi, Y., Fujita, A., 2013. Key odorants in cured Madagascar vanilla beans (*Vanilla planifolia*) of differing bean quality. *Biosci. Biotechnol. Biochem.* 77, 606–611;

Widyaningrum, W., Purwanto, Y., Widodo, S., Supijatno, S., & Iriani, E. (2025). Portable Near-Infrared Spectroscopy and Support Vector Regression for Fast Quality Evaluation of Vanilla (*Vanilla planifolia*). *Jurnal Teknik Pertanian Lampung (Journal of Agricultural Engineering)*. <https://doi.org/10.23960/jtep-l.v14i2.515-526>.