

## ANÁLISE COMPARATIVA DO PERFIL DE COMPOSTOS VOLÁTEIS PELA TÉCNICA DE HS-SPME EM AMOSTRAS COMERCIAIS DE CHÁ VERDE E AVALIAÇÃO DO EFEITO DA INFUSÃO E DA ADIÇÃO DE SAL<sup>1</sup>

Priscila Ferreira de Sales<sup>2</sup>  
Lidiany Mendonça Zacaroni Lima

### RESUMO

A qualidade sensorial do chá está relacionada com a presença de voláteis que são formados nas etapas do processamento, assim o objetivo desse trabalho consistiu em investigar o perfil de Compostos Orgânicos Voláteis (COV's) em amostras de chá comerciais com menta (amostra 1) e sem menta (amostras 2 e 3), por meio do emprego da técnica de microextração em fase sólida (SPME) e detecção por Cromatografia Gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG-MS). As amostras foram submetidas ao tratamento por infusão, sendo avaliado o efeito da adição de sal (NaCl) para a extração dos compostos. As amostras exibiram uma alta complexidade, sendo detectados aproximadamente 68 compostos. Empregando o reconhecimento de padrões, o qual envolveu os algoritmos de PCA e HCA, verificou-se que a amostra 1 se diferiu das demais por apresentar picos comuns com maior intensidade e por possuir compostos orgânicos voláteis característicos da referida amostra. Os resultados também permitiram inferir que o efeito dos tratamentos foi mais expressivo nessa amostra, visto que o processo de infusão atuou na diminuição dos compostos voláteis detectados pela técnica. A adição de sal favoreceu a extração dos analitos, em que se verificou que as amostras em infusão com NaCl apresentaram maior similaridade com aquelas na forma comercial. A mesma tendência foi observada nas amostras submetidas aos tratamentos.

**Palavras-chave:** Cromatografia. Extração de analitos. Qualidade sensorial.

### COMPARATIVE ANALYSIS OF THE PROFILE OF VOLATILE COMPOUNDS BY HS-SPME IN COMMERCIAL SAMPLES OF GREEN TEA AND ASSESSING THE EFFECT OF INFUSION AND ADDITION SALT

### ABSTRACT

As the sensory quality of the tea is related to the presence of volatile compounds that are formed in the processing steps, the objective of this work was to investigate the profile of volatile organic compounds (VOC's) in commercial mint tea samples (sample 1) and without mint (samples 2 and 3) through the use of microextraction technique of solid phase extraction

<sup>1</sup> Como citar este artigo:

SALES, P. F.; LIMA, L. M. Z. Análise comparativa do perfil de compostos voláteis pela técnica de HS-SPME em amostras comerciais de chá verde e avaliação do efeito da infusão e da adição de sal. **ForScience**, Formiga, v. 9, n. 1, e00769, jan./jun. 2021. DOI: 10.29069/forscience.2021v9n1.e769.

<sup>2</sup> Autor para correspondência: Priscila Ferreira de Sales, e-mail: [prifeamaral@gmail.com](mailto:prifeamaral@gmail.com)

(SPME) and detection by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The samples were subjected to treatment by infusion, being evaluated the effect of the addition of salt (NaCl) for the extraction of compounds. The samples exhibited a high complexity, about 68 compounds were detected. Employing the pattern recognition algorithms which involved PCA and HCA, it was found that sample 1 is differed from the others because it presents common peaks with greater intensity and having volatile organic compounds characteristic of said sample. The results also possible to infer that the treatment effect was more significant in this sample, because the infusion process worked at reduction of volatile compounds. Adding salt favored the extraction of analytes in which it was found that the samples infused with NaCl were similar to those in commercial form. The same trend was observed in all the samples submitted to treatments.

**Keywords:** Chromatography. Extraction of analytes. Sensory quality.

## 1 INTRODUÇÃO

O chá é uma das bebidas mais consumidas popularmente. Segundo a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), os chás são definidos como produtos constituídos de partes vegetais inteiras, fragmentadas ou moídas, obtidas por processos tecnológicos adequados a cada espécie, utilizados exclusivamente na preparação de bebidas alimentícias por infusão ou decocção em água potável, não podendo ter finalidades farmacoterapêuticas (BRASIL, 2005). O chá obtido a partir da planta *Camellia sinensis* tem sido uma das bebidas mais populares no mundo por 4000 anos (ADITI *et al.*, 2013). Os chás dessa planta podem ser distinguidos em três grandes categorias de acordo com o modo de preparação das folhas: o chá preto sofre uma fermentação (oxidação dos sucos por contato com o ar) após a colheita, o chá verde não é fermentado, sendo as folhas secas apenas por vapor de água. O chá Oolong é considerado um chá semi-fermentado, pois as suas folhas são fermentadas parcialmente antes da sua secagem (XIE *et al.*, 2009; PATCHAREE *et al.*, 2011).

As folhas de chá verde possuem na sua composição três classes de constituintes principais, aos quais são atribuídas suas ações farmacológicas: xantinas (cafeína - CAF e teofilina - TP), óleos essenciais e compostos polifenólicos (flavanóis). Aos compostos voláteis, são atribuídos o aroma e sabor dos chás. A fragrância de chá é considerada como um dos fatores mais importantes que afetam as características e qualidade do chá, contribuindo de 25% a 40% para sua qualidade organoléptica. Os compostos voláteis encontrados no chá que contribuem para a sua fragrância incluem: álcoois, hidrocarbonetos, cetonas, aldeídos, ésteres, compostos nitrogenados e compostos fenólicos (DU *et al.*, 2014).

A análise por microextração em fase sólida (SPME) é considerada como uma técnica de extração muito atrativa para a preparação de amostras, visto que a mesma resulta em análise

de alto rendimento, além de possuir características analíticas notáveis que incluem linearidade, reprodutibilidade, repetitividade, baixos limites de detecção e quantificação, alta seletividade, sensibilidade e versatilidade com interferências mínimas de matriz. Essa técnica combina amostragem, isolamento, concentração, enriquecimento e a introdução da amostra em instrumentos analíticos em uma etapa única e contínua de amostragem, o que resulta na análise de alto rendimento. Essa técnica foi desenvolvida para minimizar os problemas associados com o uso de solventes, demoradas técnicas convencionais, que são constituídas de múltiplas etapas, além de requerer uma grande quantidade de amostras e solventes que podem causar poluição ambiental e riscos à saúde humana (ABDULRA'UF; TAN, 2015).

A qualidade sensorial do chá está relacionada com a presença dos compostos voláteis, que são formados nas etapas do processamento, o objetivo desse trabalho consiste em identificar por HS-SPME, os compostos voláteis presentes em amostras de chá na forma comercial, comparando-as com as amostras após o processo de infusão com e sem adição de cloreto de sódio.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Obtenção e preparo da amostra

As amostras analisadas foram adquiridas no comércio local da cidade de Lavras, Minas Gerais. Sendo elas, duas amostras de chá verde natural e uma amostra de chá verde natural com menta, de diferentes marcas, conforme descrito na Tabela 1.

Tabela 1 - Descrição das amostras analisadas

<b>Amostra</b>	<b>Descrição</b>
1	Chá verde com menta (marca A)
2	Chá verde (marca B)
3	Chá verde (marca A)
1A	Chá verde com menta (marca A) infusão
2A	Chá verde (marca B) infusão
3A	Chá verde (marca A) infusão
1B	Chá verde com menta (marca A) infusão + NaCl
2B	Chá verde (marca B) infusão + NaCl
3B	Chá verde (marca A) infusão + NaCl

Fonte: Do autor (2020)

Em um *vial* de 20 mL foram introduzidos 1600 mg das amostras secas. Para a análise do efeito da infusão, os sachês das amostras foram colocados em contato com 200 mL de água quente por três minutos e, em seguida, foram retiradas alíquotas de quatro mL dos chás após infusão. Com o objetivo de avaliar o efeito da adição de sal na extração de compostos voláteis, foram adicionados aproximadamente 1g de NaCl aos *vials* contendo 4mL dos chás obtidos por infusão. As extrações foram conduzidas empregando a temperatura correspondente a 50 °C, tempo de extração de 30 minutos e tempo de dessorção de 120 segundos.

## 2.2 Identificação dos compostos orgânicos voláteis (COV's)

Os compostos orgânicos voláteis (COV's) foram extraídos por *headspace* utilizando-se a microextração em fase sólida. A fibra utilizada na extração foi DVB/CAR/PDMS de um centímetro (Divinilbenzeno, Carboxen, e Polidimetilsiloxano, 50-30µm de espessura de filme da marca Supelco). Um cromatógrafo gasoso acoplado a um espectrômetro de massas GC-MS QP2010 Plus (Shimadzu, Japan) equipado com injetor automático para líquidos e gases AOC-5000 (Shimadzu, Japan) e uma coluna SLBTM (5% phenyl- 95% dimethylsiloxane) com dimensões de 30 m × 0,25 mm × 0,25 µm foram utilizados para a separação e identificação dos compostos orgânicos voláteis. A temperatura do injetor foi mantida em 250°C e operado no modo *splitless*.

O gás de arraste utilizado foi He com pureza de 99,999%, com um fluxo de um mL min<sup>-1</sup>. A temperatura do forno foi programada de 50°C por cinco minutos, rampa de aquecimento de 3°C min<sup>-1</sup> até 210°C, permanecendo nessa temperatura por três minutos e rampa de aquecimento de 15°C min<sup>-1</sup> até 240°C, sendo mantido por um minuto. O espectrômetro de massas utilizado é equipado com uma fonte de ionização por impacto de elétrons (70 eV) utilizando o modo *scan* (30 a 500 Da) com um corte de solvente em 2,8 minutos. A temperatura da interface e da fonte de íons foi de 240°C e 200°C, respectivamente.

Para a identificação dos COV's, o espectro de massas de cada pico foi obtido pelo *Automated Mass Spectral Deconvolution and Identification System* (AMDIS), versão 3.2. Os COV's foram identificados por comparação dos espectros de massas da amostra com os da biblioteca NIST (número 69) usando o software *Mass Spectral Search Program*, versão 2.0 (NIST, Washington DC, USA) e os índices de retenção experimentalmente obtido (IR Exp.) com aqueles reportados na literatura (IR Lit.) (ADAMS, 2007; NIST, 2018). Para comparação dos espectros de massas, somente os espectros com similaridade maior que 80% foram

considerados. Os índices de retenção experimental foram obtidos por injeção de uma série homóloga de alcanos (C6-C20).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Identificação dos compostos orgânicos voláteis

Na Tabela 2, estão listados os compostos identificados empregando-se a técnica de HS-SPME. Os resultados mostraram grande complexidade da fração volátil dos chás analisados, sendo identificados aproximadamente 68 compostos. Os principais compostos identificados foram aqueles pertencentes à classe dos terpenóides, álcoois, aldeídos e fenólicos. Dentre os compostos identificados, o mentol e o hexanal foram os únicos identificados em todas as amostras, independente do tratamento aplicado.

Tabela 2 - Identificação dos compostos orgânicos voláteis de chás, sendo que X representa valor não encontrado

Nº	t <sub>r</sub> min	COMPOSTO	Fórmula	CAS	IR EXP	IR Teórico	Similaridade (%)	Classificação
1	3,12	penten-3-ol	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O	616-25-1	684	684	86	Álcool
2	3,33	pentanal	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O	110-62-3	702	704	92	Aldeído
3	4,00	2-metilbutanol	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	137-32-6	733	724	82	Álcool
4	4,34	2-pentenal	C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O	1576-87-0	748	X	82	Aldeído
5	4,63	pentan-1-ol	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O	71-41-0	762	762	89	Álcool
6	4,69	pentan-2-ol	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O	6032-29-7	764	765	89	Álcool
7	5,47	hexanal	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	66-25-1	800	801	94	Aldeído
8	7,44	2-hexenal	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O	505-57-7	850	846	83	Aldeído
9	8,92	heptan-2-ona	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	110-43-0	887	889	93	Cetona
10	9,21	2,5-dietiltetrahydrofurano	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	1003-38-9	895	X	91	Éter cíclico
11	9,38	4-heptenal	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O	6728-31-0	899	893	84	Aldeído
12	9,5	heptanal	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	111-71-7	902	901	92	Aldeído
13	10,63	α-tujeno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	2867-05-2	924	924	91	Monoterpeno
14	10,98	α-pineno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	7785-26-4	931	932	95	Monoterpeno
15	11,96	3-metilciclohexanona	C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O	108-94-1	951	945	93	Acetona
16	12,19	2-heptenal	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O	18829-55-5	955	947	91	Aldeído
17	12,39	benzaldeído	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O	100-52-7	959	952	96	Aldeído
18	13,17	β-pineno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	127-91-3	975	974	93	Monoterpeno
19	13,37	octen-3-ol	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	3391-86-4	979	974	93	Álcool
20	13,5	6-metil-5-hepten-2-ona			981	981	84	Cetona
21	14,23	octan-3-ol	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O	589-98-0	996	988	94	Álcool

22	14,51	octanal	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	124-13-0	1001	998	94	Aldeído
23	14,58	$\alpha$ -felandreno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	99-83-2	1003	1002	92	Monoterpeno
24	14,75	3-careno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	13466-78-9	1006	1008	93	Monoterpeno
25	14,96	2E, 4E-heptadienal	C <sub>7</sub> H <sub>10</sub> O	4313-03-5	1010	1005	93	Aldeído
26	15,15	$\alpha$ -terpineno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	99-86-5	1013	1014	91	Terpeno
27	15,56	o-cimeno	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	527-84-4	1021	1022	94	Terpeno
28	15,82	limoneno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	5989-27-5	1026	1024	94	Monoterpeno
29	15,88	2-etil-hexan-1-ol	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O	104-76-7	1027	X	95	Álcool
30	15,97	1,8-cineol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	470-82-6	1029	1026	93	Monoterpeno
31	16,15	álcool benzílico	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O	100-51-6	1033	1026	96	Álcool
32	17,32	$\gamma$ -terpineno	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	99-85-4	1055	1054	91	Monoterpeno
33	17,96	3,5-octadien-2-ona	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O	30086-02-3	1067	X	85	Acetona
34	18,09	octan-1-ol	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O	203-917-6	1070	1063	86	Álcool
35	18,87	fenchona	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	7787-20-4	1084	1083	92	Cetona
36	19,49	linalool	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	78-70-6	1096	1095	91	Álcool
37	19,72	nonanal	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	124-19-6	1101	1100	83	Aldeído
38	20,68	ácido 2-etilhexanóico	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	149-57-5	1120	1119	94	Ácido carboxílico
39	21,94	p-ment-3-en-8-ol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	18479-65-7	1145	1145	94	Álcool
40	22,24	mentona	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	89-80-5	1151	1158	96	Cetona
41	22,69	isomentona	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	491-07-6	1160	1158	91	Cetona
42	22,97	isomentol	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	3623-52-7	1162	1161	81	Álcool
43	23,07	mentol	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	89-78-1	1167	1167	95	Álcool
44	24,28	$\alpha$ -terpineol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	98-55-5	1191	1186	91	Álcool monoterpeno
45	24,76	decanal	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	112-31-2	1201	1201	92	Aldeído
46	25,36	$\beta$ -ciclocitral	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	207-081-3	1214	1217	89	Aldeído terpenóide
47	26,33	pulegona	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	89-82-7	1234	1233	94	Cetona
48	26,61	carvona	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	6485-40-1	1240	1239	95	Cetona
49	27,03	piperitona	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	89-81-6	1249	1249	94	Cetona monoterpênica
50	28,49	anetol	C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O	4180-23-8	1280	1282	94	Éter
51	28,73	acetato de mentila	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	79-20-9	1285	1294	88	Éster
52	31,31	$\alpha$ -cubebeno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	17699-14-8	1342	1345	90	Sesquiterpeno
53	31,38	$\alpha$ -longipineno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	5989-08-2	1343	1350	90	Monoterpeno
54	32,31	$\alpha$ -ylangeno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	14912-44-8	1364	1373	88	Sesquiterpeno
55	32,59	$\alpha$ -copaeno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	223-364-4	1370	1374	89	Sesquiterpeno
56	32,97	$\beta$ -bouborneno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	5208-59-3	1381	1387	90	Terpeno
57	34,54	cariofileno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	87-44-5	1413	1417	92	Sesquiterpeno
58	34,92	germacreno D	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	23986-74-5	1422	X	90	Sesquiterpeno
59	35,56	geranil acetona	C <sub>13</sub> H <sub>22</sub> O	689-67-8	1441	X	88	Acetona
60	35,81	$\beta$ -farneseno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	18794-84-8	1441	1440	94	Sesquiterpeno
61	36,16	aromadendreno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	489-39-4	1449	X	82	Sesquiterpeno

62	36,89	$\beta$ -ionona	C <sub>13</sub> H <sub>20</sub> O	14901-07-6	1474	X	90	Cetona
63	38,98	$\delta$ -cadineno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	483-76-1	1527	1522	86	Sesquiterpeno
64	40,85	spathulenol	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	6750-60-3	1576	1577	88	Triicíclico sesquiterpeno álcool
65	41,06	óxido de cariofileno	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	87-44-5	1580	1582	71	Sesquiterpeno
66	41,54	viridiflorol	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	552-02-3	1593	1592	81	Sesquiterpenóide

Fonte: Do autor (2020)

No caso de infusões, o sabor determina a qualidade do produto e seu preço de mercado, evidenciando a importância do conhecimento das rotas bioquímicas de geração dos compostos voláteis, que são em grande parte responsáveis pelo aroma, durante o processamento (MACHADO *et al.*, 2007).

Os COV's de chás são classificados em dois grupos, onde no Grupo um, as lipases presentes nas folhas liberam ácidos graxos insaturados das membranas celulares que, por sua vez, sofrem outras reações de degradação originando compostos voláteis indesejáveis para este produto, como trans-2-hexenal, identificado nas amostras analisadas 1 e 2 e seus respectivos tratamentos e na amostra 3. No Grupo dois, a degradação de carotenoides leva à formação de compostos responsáveis pelo aroma doce e agradável. A conversão de  $\beta$ - caroteno em  $\beta$ -ionona, observado na amostra 3, e outros compostos com ionona substituinte e/ou seus produtos de oxidação, bem como a conversão de outros carotenoides em linalol, aldeídos terpênicos e cetonas já foram relatadas e são dependentes da concentração e do tipo de carotenoides presente nas folhas, bem como da presença de antioxidantes, notadamente os polifenóis. Os aminoácidos originam aldeídos que podem ser oxidados a ácidos carboxílicos ou reduzidos a álcoois (RAVICHANDRAN; PARTHIBAN, 1998, 2000; RAVICHANDRAN, 2002).

De acordo com a literatura, os isômeros (2E,4Z)-2,4-heptadienal e (2E,4E)-2,4-heptadienal, encontrados nas amostras 2, 3, 3 A e 3 B resultam da degradação de ácidos graxos. Compostos como linalol e o  $\alpha$ -terpineol estão presentes originalmente nas folhas verdes ou são formados durante o processamento e são enquadrados no grupo de compostos voláteis importantes para a qualidade de *Camellia sinensis*, por conferirem os aromas: doce e floral (MACHADO *et al.*, 2007).

### 3.2 Análise comparativa do perfil de compostos orgânicos voláteis entre diferentes marcas e tipos de chás

A Figura 1 apresenta uma análise comparativa do perfil de compostos voláteis para as amostras 1, 2 e 3.

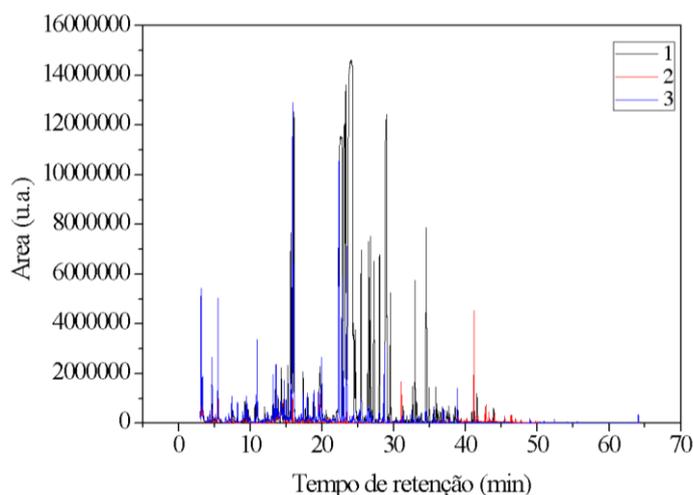


Figura 1- Análise comparativa das marcas e o efeito do chá de menta  
Fonte: Do autor (2020)

Conforme analisado na Figura 1, a análise por HS-SPME revelou uma grande complexidade da composição química das amostras de chá. A comparação dos perfis cromatográficos obtidos para bebida mostrou excelente compatibilidade entre elas.

Observou-se que a maioria dos compostos é identificada nas duas amostras de chá verde (amostras 2 e 3), independente da marca a qual pertence.

Entretanto, quando se verifica o chá verde com menta (1), observa-se a existência de picos inexistentes nas demais amostras, os quais incluem os compostos: terpineno, limoneno, terpineol, decanal, bouborneno, elemeno, farneseno, aromadendreno, cadineno, spatulenol, óxido de cariofileno, germatreno-D e vidriflorol. Pode-se ainda verificar a existência de picos intensos associados aos seguintes compostos: o-cimeno, mentol, mentona, pulegona, carvona, piperitona, acetato de mentila, acetato de isomentila, copaeno e cariofileno.

Diante dos resultados, com o intuito de verificar a similaridade das amostras dos chás, por meio das análises comparativas das áreas absolutas dos picos identificados nos cromatogramas, foi aplicado o reconhecimento de padrões, envolvendo a análise de componentes hierárquicos (HCA) e análise de componentes principais (PCA). Os resultados obtidos são apresentados na Figura 2.

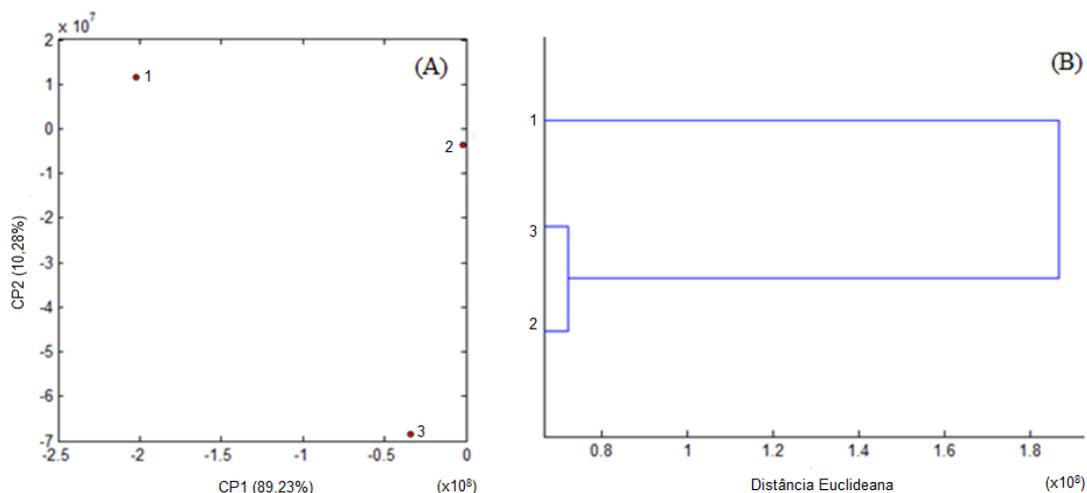


Figura 2 - Gráfico de escores obtido a partir dos resultados de SPME-CG-MS (A); Dendrograma obtido a partir da comparação das amostras (B)  
 Fonte: Do autor (2020)

Os resultados descritos pela análise de PCA e levando em consideração a primeira componente principal, que retém 89,23% das informações do conjunto de dados, revelam a existência de um grupo descrito pelas amostras 2 e 3, o que permite inferir que o perfil de compostos voláteis identificado nas amostras do chá verde é similar nas duas marcas analisadas. O distanciamento da amostra 1 em relação às demais relaciona-se à presença de compostos característicos, bem como aos compostos encontrados com maior intensidade. A tendência observada é apresentada no dendrograma, o qual mostra um grupo constituído pelas amostras 2 e 3 e a amostra 1, que exibe menor similaridade.

### 3.3 Análise comparativa do perfil de compostos orgânicos voláteis nas amostras em infusão

Foi conduzida uma análise comparativa das amostras de chá submetidas ao processo de infusão. Os resultados dos cromatogramas estão dispostos na Figura 3.

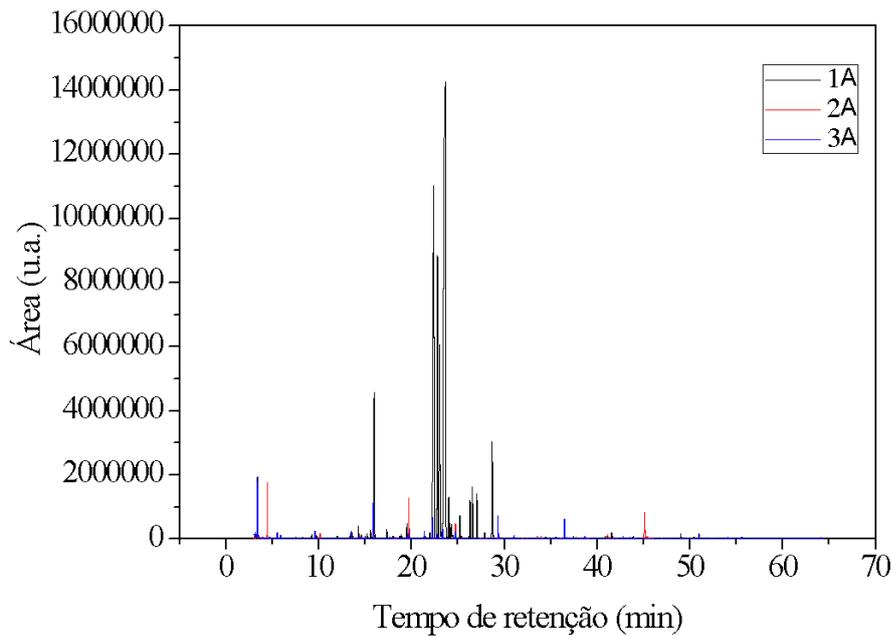


Figura 3 - Análise comparativa de diferentes marcas e tipos de chá em infusão  
Fonte: Do autor (2020)

A partir dos resultados das áreas dos picos referentes aos cromatogramas aplicou-se o método de reconhecimento de padrões a fim de verificar se a tendência anteriormente observada foi mantida após a infusão das amostras. Os resultados obtidos para a análise de componentes principais (PCA) e análise de agrupamentos hierárquicos (HCA) são apresentados na Figura 4.

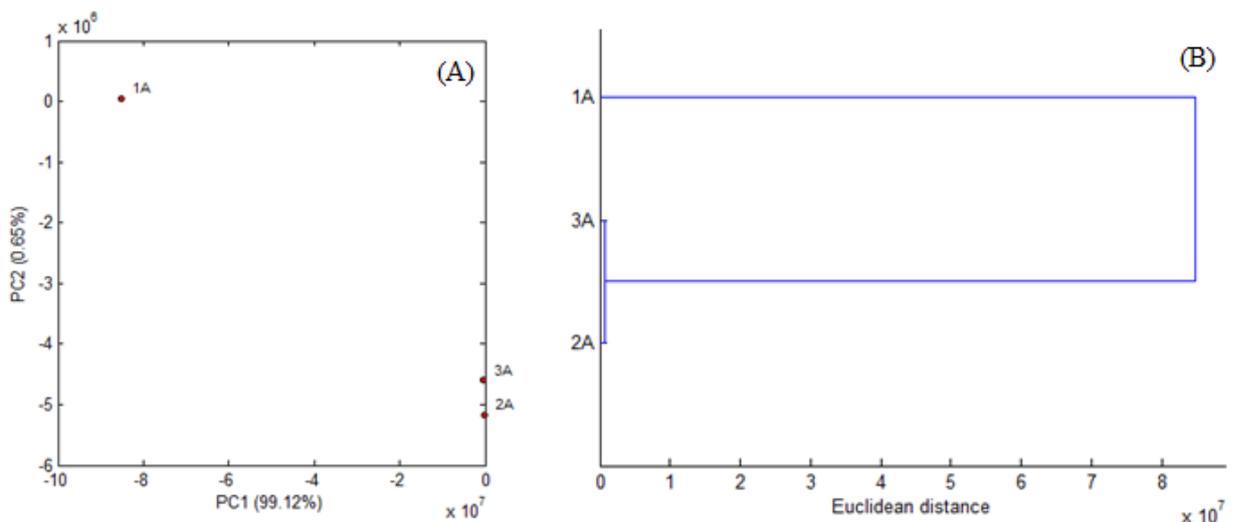


Figura 4 - Gráfico de escores obtido a partir dos resultados de CG-MS das amostras em infusão (A);  
Dendrograma obtido a partir da comparação das amostras em infusão (B)

Os resultados revelaram que o processo de infusão permitiu aproximar mais as amostras de chá verde pertencentes às marcas distintas (2A e 3A) e por outro lado separar ainda mais a amostra de chá verde com menta (1A).

Esse fenômeno pode ser explicado pela análise do perfil de compostos voláteis, a qual revela que dentre as amostras avaliadas, a de chá verde com menta destaca-se por diferenciar das demais amostras mesmo após ser submetida ao processo de infusão, uma vez que se pode observar picos intensos em relação às demais amostras, bem como picos característicos dessa amostra. As amostras de chá verde, apesar de pertencerem às marcas distintas, exibiram comportamento similar após serem submetidas à infusão, diferenciando, entretanto, na intensidade dos picos.

### 3.4 Análise comparativa do perfil de compostos orgânicos voláteis nas amostras em infusão com adição de NaCl

Os resultados da análise comparativa do perfil dos compostos voláteis das amostras de chá em infusão e com adição de NaCl são apresentados na Figura 5.

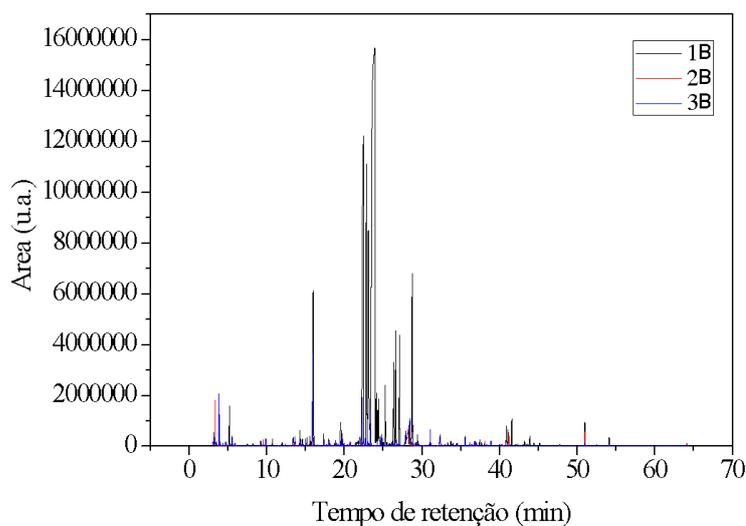


Figura 5 - Análise comparativa de diferentes marcas e tipos de chá em infusão com adição de NaCl  
Fonte: Do autor (2020)

A partir dos resultados obtidos foi aplicado o reconhecimento de padrões com a finalidade de se verificar se a adição de NaCl nas amostras em infusão permitiu com que as amostras mantivessem o mesmo padrão de similaridade com as amostras em que o sal não foi adicionado. Os resultados dessa análise são descritos na Figura 6.

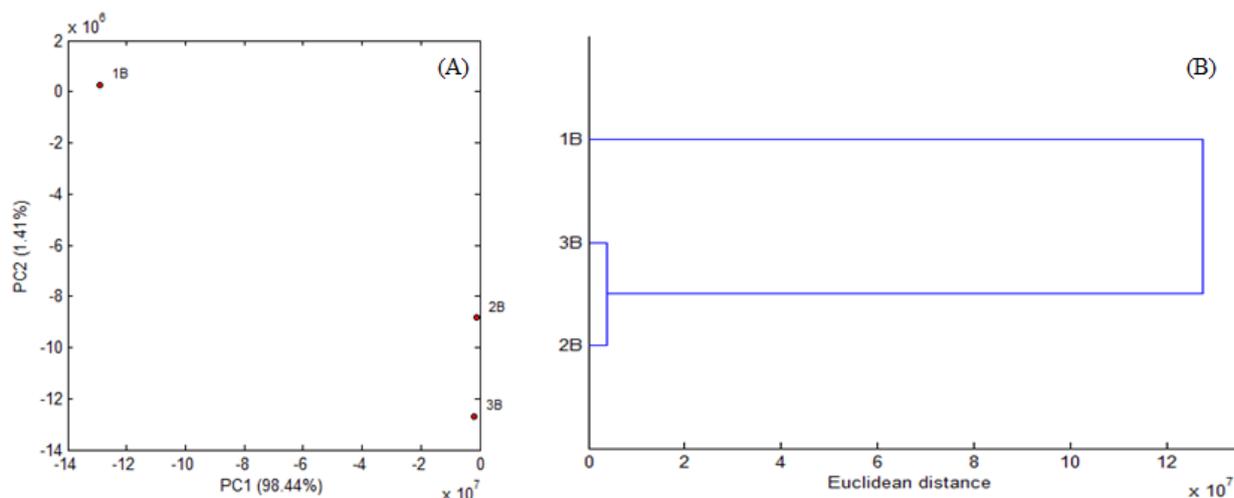


Figura 6 - Gráfico de escores obtido a partir dos resultados de CG-MS das amostras em infusão com adição de NaCl (A); Dendrograma obtido a partir da comparação das amostras em infusão com adição de NaCl(B)  
Fonte: Do autor (2020)

Os resultados apresentados no gráfico de escores mostram que a tendência observada foi bastante similar ao conjunto composto pelas amostras em infusão sem adição de sal, indicando que a adição de NaCl não influencia na separação das amostras.

### 3.5 Efeito dos tratamentos nas amostras de chá

Os cromatogramas das amostras dos chás analisados e seus respectivos tratamentos de infusão com e sem a adição de NaCl são apresentados na Figura 7.

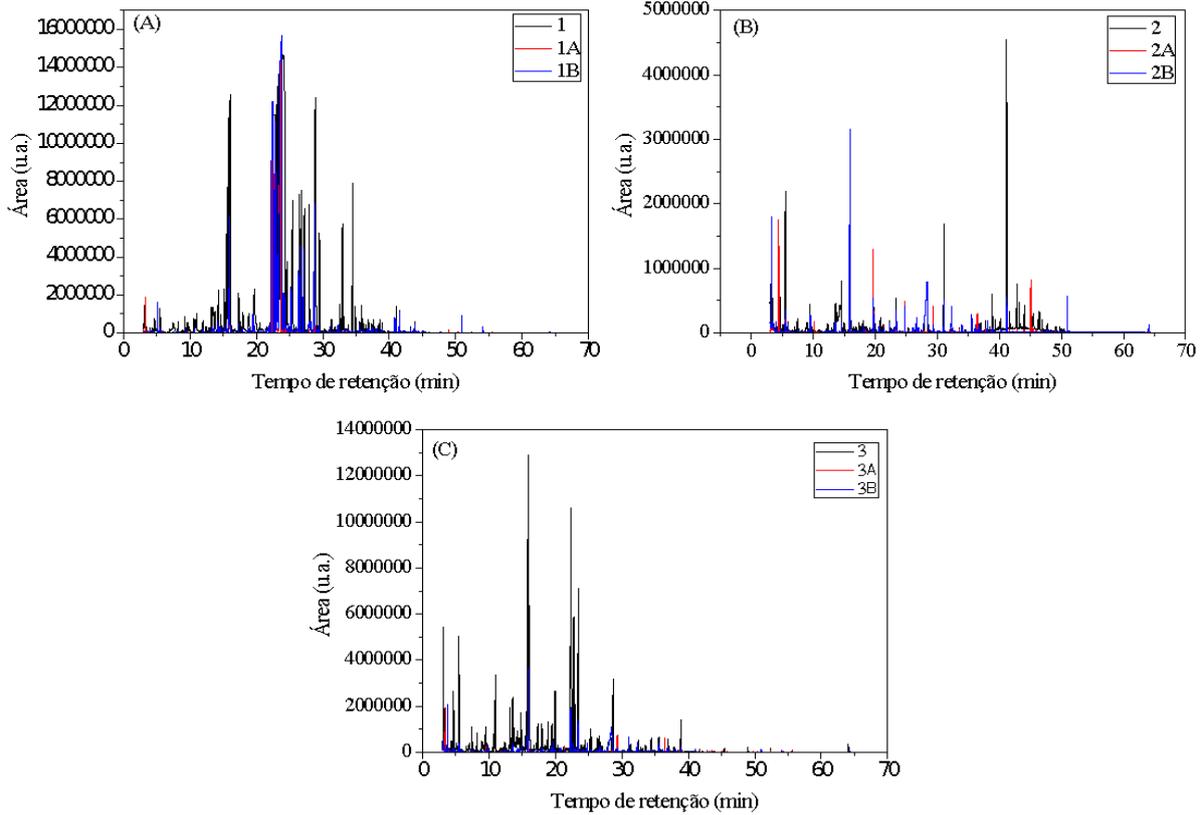


Figura 7 - Efeito do tratamento de infusão com e sem a adição de NaCl nas amostras: Chá verde com menta (A); Chá verde de marcas diferentes (B) e (C)  
Fonte: Do autor (2020)

A fim de verificar o efeito dos tratamentos nas respectivas amostras, foi aplicada a análise de reconhecimento de padrões, envolvendo PCA e HCA. Os resultados estão dispostos na Figura 8.

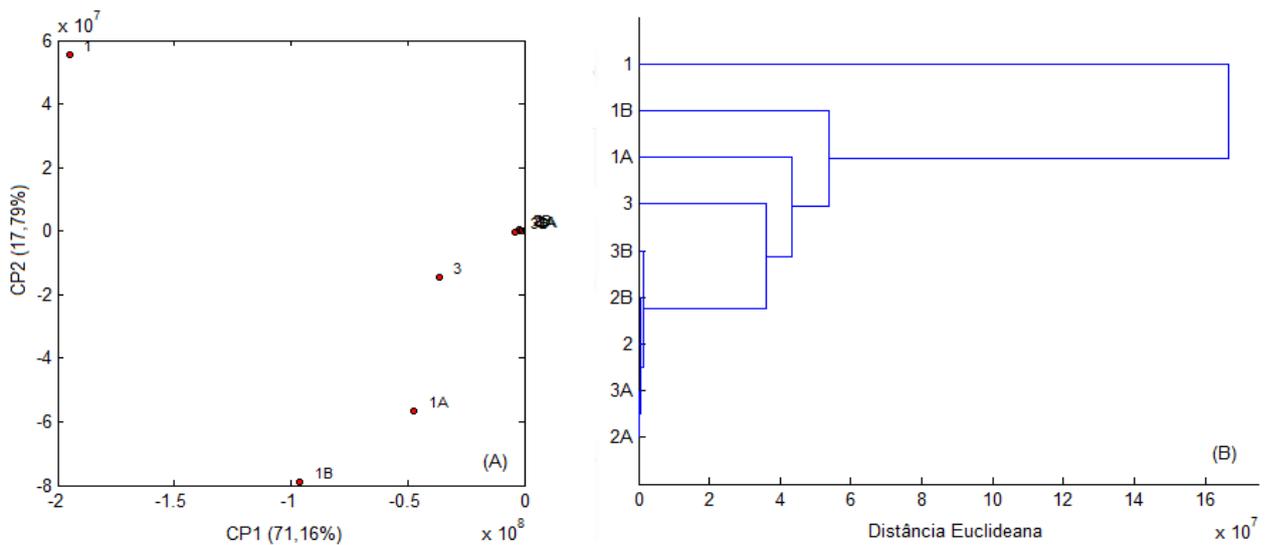


Figura 8 - Gráfico de escores obtido a partir dos resultados de CG-MS das amostras de chá verde e chá verde com menta e seus respectivos tratamentos (A); Dendrograma obtido a partir da comparação das amostras (B)  
Fonte: Do autor (2020)

Os resultados apresentados na análise do gráfico de escores mostra que os tratamentos de infusão com e sem a adição de NaCl não diferenciaram significativamente na amostra 2, justificada pela pequena variação da intensidade observada nos picos.

Entretanto, verifica-se um comportamento discrepante na amostra de chá verde com menta, já que pela primeira componente principal, a qual retém 71,16% das informações, a amostra um se diferenciou das amostras submetidas aos tratamentos. Os resultados obtidos podem ser discutidos levando em consideração o perfil dos cromatogramas, cujos dados mostram que a amostra na forma comercial (1) apresenta compostos voláteis com sinais mais intensos. Os dados podem ainda estar relacionados à perda de compostos: bouborneno, elemeno, farneseno e aromadendreno durante o processo de infusão.

A pequena diferença observada para a amostra 3 com aquelas submetidas aos tratamentos, pode estar associada à presença dos compostos: pineno,6-metil-2-heptenona,3-careno, o-cimeno, limoneno,1,8-cineol, os quais foram perdidos durante o tratamento. Pode-se ainda verificar que os compostos: mentona e acetato de mentila apresentam picos com maior intensidade, o que poderia contribuir para a diferenciação das amostras.

Os resultados observados mostram que o efeito dos tratamentos é mais notório na marca A do que na marca B, uma vez que para a amostra 2 houve maior similaridade entre as formas comercial e os tratamentos aplicados.

Pela análise do dendrograma, pode-se ainda verificar que para as três amostras analisadas, o tratamento conduzido com a adição de NaCl fez com que as amostras se tornassem mais similares àquelas na forma comercial. O fenômeno observado pode ser atribuído ao fato da saturação da matriz com o sal reduzir a solubilidade dos compostos hidrofóbicos na fase aquosa, favorecendo a extração dos analitos, e por conseguinte, maior intensidade dos picos.

#### **4 CONCLUSÃO**

A partir dos resultados obtidos, pode-se verificar que a maioria dos compostos voláteis está presente nas duas amostras de chá verde, o que permite concluir que os compostos encontrados em marcas distintas são similares. Entretanto, quando se verifica o chá verde com menta, observa-se a existência de picos ausentes nas demais amostras, bem como a identificação de picos mais intensos associados aos compostos comuns a todas as amostras. Os resultados também permitiram concluir que os tratamentos foram mais expressivos na amostra de chá com menta, em que a infusão atuou na perda de compostos voláteis, e a adição de sal favoreceu a extração dos analitos e, por conseguinte, maior intensidade dos picos, fazendo com

que a amostra se tornasse mais similar à sua forma comercial. Tais resultados foram observados nas demais amostras, porém com menor expressividade.

Embora a infusão tenha atuado na redução da intensidade dos picos observados ou até mesmo no desaparecimento de alguns compostos característicos, verificou-se que a complexidade dos voláteis permaneceu após o tratamento.

## REFERÊNCIAS

- ABDULRA'UF, L. B.; TAN, G. H. Chemometric approach to the optimization of HS-SPME/GC-MS for the determination of multiclass pesticide residues in fruits and vegetables. **Food Chemistry**, v. 177, n. 15, p. 267-273, jun. 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.01.031>. Acesso em: 5 mar. 2020.
- ADAMS, R. P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry**. 4. ed. Carol Stream, Ill.: Allured Publishing, 2007.
- ADITI, J.; CHANCHAL, M.; SHREY, K.; DARSHIKA, N.; VIBHA, R. Tea and human health: the dark shadows. **Toxicology Letters**, v. 220, n.1, 82-87, jun. 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.toxlet.2013.04.010>. Acesso em: 5 mar. 2020.
- BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução – RDC nº 277, de 22 de setembro de 2005. [Dispõe sobre a aprovação do REGULAMENTO TÉCNICO PARA CAFÉ, CEVADA, CHÁ, ERVA-MATE E PRODUTOS SOLÚVEIS, constante do Anexo desta Resolução]. **Diário Oficial da União**, Poder Executivo, Brasília, de 23 set. 2005. Disponível em: [http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/res0277\\_22\\_09\\_2005.html](http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/res0277_22_09_2005.html). Acesso em: 01 abr. 2020.
- DU, L.P.; LI, J. X.; LI, W.; LI, Y. F.; LI, T.; XIAO, D. G. Characterization of volatile compounds of pu-erh tea using solid-phase microextraction and simultaneous distillation-extraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry. **Food Research International**, v. 57, p. 61-70, mar. 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.01.008>. Acesso em: 5 mar. 2020.
- MACHADO, C. C. B.; BASTOS, D. H. M.; JANZANTTI, N. S.; FACANALI, R.; MARQUES, M. O. M.; FRANCO, M. R. B. Determinação do perfil de compostos voláteis e avaliação do sabor e aroma de bebidas produzidas a partir da erva-mate (*Ilex paraguariensis*). **Química Nova**, v. 30, n. 3, p. 513-518, maio/jun. 2007. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422007000300002>. Acesso em: 5 mar. 2020.
- NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY – NIST. **NIST Chemistry Webook**. United States of America: Secretary of Commerce, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.18434/T4D303>. Acesso em: 4 de abril 2020.

PARTHIBAN, P.; MACHAN, T. Fingerprint of volatile flavor constituents and antioxidant activities of teas from Thailand. **Food Chemistry**, v. 125, n. 2, p. 797-802, mar. 2011. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.09.074>. Acesso em: 5 mar. 2020.

RAVICHANDRAN, R. Carotenoid composition, distribution and degradation to “flavor” volatiles during black tea manufacture and the effect of carotenoid supplementation on tea quality and aroma. **Food Chemistry**, v. 78, n. 1, p. 23-28, jul. 2002. Disponível em: [http://dx.doi.org/10.1016/S0308-8146\(01\)00303-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0308-8146(01)00303-X). Acesso em: 5 mar. 2020.

RAVICHANDRAN, R.; PARTHIBAN, R. Lipid occurrence, distribution and degradation to favour volatiles during tea processing. **Food Chemistry**, v. 68, n. p. 1, 7-13, jan. 2000. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00143-0](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00143-0). Acesso em: 5 mar. 2020.

RAVICHANDRAN, R.; PARTHIBAN, R. The impact of processing techniques on tea volatiles. **Food Chemistry**, v. 62, n. 3, p. 347-353, jul. 1998. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(97\)00229-X](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(97)00229-X). Acesso em: 5 mar. 2020.

XIE, G.; YE, M.; WANG, Y.; NI, Y.; SU, M.; HUANG, H.; QIU, M.; ZHAO, A.; ZHENG, X.; CHEN, T.; JIA, W. Characterization of Pu-erh tea using chemical and metabolic profiling approaches. **Journal of Agriculture Food Chemistry**, v. 57, n. 8, p. 3046-3054, mar. 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/jf804000y>. Acesso em: 5 mar. 2020.

## DADOS DOS AUTORES

**Priscila Ferreira de Sales**

E-mail: [priscila.sales@ifmg.edu.br](mailto:priscila.sales@ifmg.edu.br)

Currículo Lattes: <http://lattes.cnpq.br/1577809067615493>

Possui doutorado (2013) e mestrado (2011) em Agroquímica, Graduação (2009) em Química (Licenciatura), ambos pela Universidade Federal de Lavras. Professora no Departamento de Formação Geral (área de Química) do Ensino Básico, Técnico e Tecnológico (EBTT), do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - *Campus* Nepomuceno.

**Lidiany Mendonça Zacaroni Lima**

E-mail: [zlidy@dqj.ufla.br](mailto:zlidy@dqj.ufla.br)

Currículo Lattes: <http://lattes.cnpq.br/7970031297723159>

Possui doutorado em Agroquímica (2012), mestrado em Agroquímica (2009) e graduação em Química (2007), ambos pela Universidade Federal de Lavras. Desde 2009 atua como Químico na Universidade Federal de Lavras.