Detecção de Adulteração em Creatina e Whey Protein utilizando Espectroscopia MIR com Modelagem PLS, SVR e TensorFlow

HELFER, Gilson A.a\*(PQ); KONRATH, Matheusa(PG); SANTOS, Henyo N.a(PG); RODRIGUES, Lucasa(PG); ABICH, Joséb(IC); AVELAR, Eduarda L.b(IC); SCHWIN, Cauã J.b(IC); SANTOS, Roberta O.a(PQ); COSTA, Adilson B.a(PQ)

a PPG em Sistemas e Processos Industriais, Universidade de Santa Cruz do Sul, Santa Cruz do Sul – RS – Brasil

b Depto Eng., Arq. e Computação - Curso de Agronomia, Universidade de Santa Cruz do Sul, Santa Cruz do Sul – RS – Brasil

\*ghelfer@unisc.br

Palavras-Chave: Adulteração, suplemento alimentar, calibração multivariada.

Introdução

A crescente utilização de suplementos como creatina e Whey Protein no Brasil destaca a necessidade de estratégias eficazes de controle de qualidade, principalmente contra adulterações econômicas, como a adição de amido [1]. Este estudo avaliou a espectroscopia no infravermelho médio (MIR) combinada com métodos de aprendizagem de máquina para detectar e quantificar adulterações por amido em suplementos. Foram preparadas amostras com 10% a 100% de adulterante, homogeneizadas, peneiradas (<0,08 mm) e armazenadas em tubos de polietileno de 50 mL. A homogeneização final foi feita com auxílio de misturador vórtex. Os espectros de infravermelho foram obtidos em triplicata com espectrofotômetro FTIR (PerkinElmer Spectrum 400, EUA), usando ATR-FTIR, resolução de 4 cm⁻¹, 16 varreduras por amostra, na faixa de 660 a 4000 cm⁻¹. Foram desenvolvidos modelos de regressão por Mínimos Quadrados Parciais (PLS), Vetores de Suporte para Regressão (SVR) e uma rede neural Perceptron Multicamadas (MLP) [2][3]. O modelo MLP foi implementado com TensorFlow/Keras v2.14, apresentando arquitetura com duas camadas ocultas de 64 neurônios e ativação ReLU, e uma camada de saída linear. O treinamento foi realizado com 200 épocas e lote de 4 amostras, utilizando a função de perda MSE e otimizador RMSprop. As regressões PLS e SVR foram implementadas com Scikit-learn 1.5.2, sendo aplicadas diferentes estratégias de pré-processamento espectral [4][5].

Resultados e Discussão

A espectroscopia no infravermelho médio mostrou-se eficaz na detecção de adulterações em creatina e *Whey Protein*. O modelo que combinou SNV, Savitzky-Golay (janela de 9 pontos) e centramento na média apresentou o melhor desempenho entre os avaliados para PLS, SVR e TensorFlow. O modelo PLS com 6 variáveis latentes apresentou o melhor desempenho geral, com R² > 0,99 e os menores erros de calibração (RMSEC: 0,62% para creatina e 0,32% para *Whey*). No entanto, observou-se maior erro de validação cruzada (RMSECV), especialmente para creatina (7,11%). O TensorFlow teve bom ajuste (R² = 0,99), mas maior erro em calibração e validação para creatina. O SVR se destacou pelos menores valores de RMSECV (4,89%), mas teve pior desempenho para *Whey* (8,55%). Os modelos desenvolvidos por PLS apresentaram resultados mais robustos, de acordo com a Tabela 1.

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *Tabela 1. Resultados para Creatina e Whey, respectivamente.*   |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | | Modelagem | PLS | SVR | TensorFlow | | R² | 0,99 | 0,99 | 0,98 | 0,97 | 0,99 | 0,99 | | RMSEC, % | 0,62 | 0,32 | 3,70 | 5,93 | 3,32 | 1,08 | | RMSECV, % | 7,11 | 4,07 | 4,89 | 8,55 | 8,34 | 3,47 | | REP, % | 1,41 | 0,74 | 8,34 | 13,38 | 8,12 | 2,51 | | RPD | 57,8 | 110,7 | 9,76 | 6,09 | 9,99 | 32,43 | |

A comparação entre os modelos foi realizada com o objetivo de avaliar a performance preditiva dos diferentes algoritmos frente ao problema de detecção e quantificação de adulterantes em suplementos alimentares. O PLS, linear e transparente, foi contrastado com SVR e MLP, não-lineares e mais complexos, porém menos interpretáveis. Embora todos os modelos tenham tido bom desempenho em R² e RMSE, o modelo PLS apresentou desempenho superior nas métricas complementares: REP% mais baixo, indicando menor erro relativo; RPD mais alto, sinalizando excelente capacidade preditiva. Foram também realizados o teste de EJCR com 95% de confiança, onde o ponto ideal se encontrou dentro da elipse em todos os modelos, demonstrando a ausência de diferenças significativas entre os valores reais e os previstos.

Conclusões

A espectroscopia MIR com modelagem PLS mostrou-se mais eficaz para detectar adulterações em suplementos, sendo uma alternativa rápida, limpa e viável para o controle de qualidade. Pesquisas futuras podem focar em aplicações com dispositivos portáteis para testes em campo.

Agradecimentos

À Capes, Fapergs, CNPq e Unisc.

1. https://g1.globo.com/saude/noticia/2025/04/23/anvisa-resultados-de-analise-creatina.ghtml
2. Pedregosa, F et al. *Journal of Machine Learning Research*, **2011**, 12.
3. Abadi, M et al. Software available from tensorflow.org, **2015**.
4. Rinnan, Å; Berg, F; Engelsen, SB. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, **2009**, 10, 28.
5. Ferreira, MMC. *Quimiometria – Conceitos, Métodos e Aplicações*. Campinas, SP: Editora da Unicamp, **2015.**