

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

Faculdade de Farmácia

Programa de Pós-graduação em Ciências de Alimentos

Michelle Cançado Araújo Barros

**MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE AÇÚCARES EM BEBIDAS NÃO
ALCOÓLICAS ADOÇADAS: revisão sistemática**

Belo Horizonte

2023

Michelle Cançado Araújo Barros

**MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE AÇÚCARES EM BEBIDAS NÃO
ALCOÓLICAS ADOÇADAS: revisão sistemática**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção de título de Mestra em Ciência de Alimentos.

Orientadora: Profa. Dra. Scheilla Vitorino Carvalho de Souza Ferreira

Coorientadora: Profa. Dra. Vânia Eloísa de Araújo Silva

Belo Horizonte

2023

B277m Barros, Michelle Cançado Araújo.
Métodos para determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas adoçadas [recurso eletrônico] : revisão sistemática / Michelle Cançado Araújo Barros. – 2023.

1 recurso eletrônico (115 f. : il.) : pdf.

Orientadora: Scheilla Vitorino Carvalho de Souza Ferreira.
Coorientadora: Vânia Eloísa de Araújo Silva.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal de Minas Gerais, Faculdade de Farmácia, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos.

Exigências do sistema: Adobe Acrobat Reader.

1. Alimentos ultraprocessados – Teses. 2. Bebidas Adoçadas com Açúcar – Teses. 3. Açúcares – Teses. 4. Sacarose – Teses. 5. Frutose – Teses. 6. Galactose – Teses. 7. Glicose – Teses. 8. Lactose – Teses. 9. Maltose – Teses. 10. Revisão sistemática – Teses. 11. Análise cromatográfica – Teses. I. Ferreira, Scheilla Vitorino Carvalho de Souza. II. Silva, Vânia Eloísa de Araújo. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Faculdade de Farmácia. IV. Título.

CDD: 664.07

FOLHA DE APROVAÇÃO



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE FARMÁCIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE ALIMENTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO

MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE AÇÚCARES EM BEBIDAS NÃO ALCOÓLICAS ADOÇADAS: REVISÃO SISTEMÁTICA

MICHELLE CANÇADO ARAÚJO BARROS

Dissertação submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIA DE ALIMENTOS, como requisito para obtenção do grau de Mestre em CIÊNCIA DE ALIMENTOS, área de concentração CIÊNCIA DE ALIMENTOS.

Aprovada em 17 de maio de 2023, pela banca constituída pelos membros:

Profa. Dra. Scheilla Vitorino Carvalho de Souza Ferreira (Orientadora e presidente da comissão) - UFMG
Profa. Dra. Vânia Eloisa de Araújo Silva (Coorientadora) - PUC/MG
Profa. Dra. Vanessa Dias Capriles - UNIFESP
Profa. Dra. Cláudia Aparecida de Oliveira e Silva - FUNED

Assinatura dos membros da banca examinadora:



Documento assinado eletronicamente por **Vânia Eloisa de Araújo Silva, Usuário Externo**, em 22/05/2023, às 11:16, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Vanessa Dias Capriles, Usuária Externa**, em 22/05/2023, às 12:43, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Scheilla Vitorino Carvalho de Souza Ferreira, Professora do Magistério Superior**, em 22/05/2023, às 13:41, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Cláudia Aparecida de Oliveira e Silva, Usuária Externa**, em 23/05/2023, às 09:53, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 5º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufmg.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **2312599** e o código CRC **2A0D2659**.

AGRADECIMENTOS INSTITUCIONAIS

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos (PPGCA) da Faculdade de Farmácia (FAFAR) da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) pela concessão da bolsa, mesmo por um curto intervalo, de grande importância.

À equipe do Laboratório de Bromatologia – Unidade de Pesquisa Análise de Alimentos (BRO-UPAA) do Departamento de Alimentos (ALM) da FAFAR/UFMG.

Às Bibliotecas da Escola de Veterinária da UFMG e da Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), pelo auxílio nas pesquisas bibliográficas.

À Biblioteca da FAFAR e Secretaria do PPGCA, pela assistência nas pesquisas bibliográficas e resolução de questões administrativas.

AGRADECIMENTOS PESSOAIS

A Deus, por tudo.

À minha orientadora, Scheilla, por pacientemente acreditar em mim, estimular o meu amadurecimento pessoal e profissional e por toda sua doçura em todos os momentos.

À minha coorientadora, especialista em revisões sistemáticas, Vânia, por aceitar participar e contribuir com muita assertividade nesta jornada.

Ao meu estagiário, Pedro, por ter se portado com extremo profissionalismo e responsabilidade na execução de cada etapa deste projeto.

À equipe do Centro de Estudos do Medicamento (Cemed) do Departamento de Farmácia Social (FAS) da FAFAR/UFMG, em especial à Professora Cristiane, pelo incentivo, apoio e amizade.

Aos meus pais, Ângela e Luiz (*in memoriam*), irmão, Richardson, e familiares, aos quais agradeço pelo o que eu sou e por me apoiarem em cada decisão que tomo e caminho que sigo.

Ao meu companheiro de vida, Carlos, por sempre me incentivar com seu amor, compartilhando sonhos e criando sempre novas esperanças.

À minha filha Maria Luiza, meu docinho, por trazer mais alegria e motivação aos meus dias.

RESUMO

Os alimentos ultraprocessados são formulações industriais que favorecem o consumo excessivo de calorias, por possuírem atributos que comprometem os mecanismos que sinalizam saciedade. As bebidas não alcoólicas adoçadas são alimentos ultraprocessados de consumo relevante no Brasil e no mundo, que muito contribuem para a ingestão de açúcares na dieta. Segundo a Organização Mundial de Saúde (OMS), o aumento das doenças crônicas não transmissíveis (DCNT) tem sido impulsionado por fatores de risco comportamentais, entre eles, a alimentação pouco saudável. Nos últimos cinco anos, políticas de saúde pública foram estabelecidas para informação e redução do consumo de açúcares, como a carta acordo de redução de açúcares e a nova legislação de rotulagem. Em outubro de 2020, houve uma alteração na legislação brasileira sobre a rotulagem de alimentos, visando a promoção de uma alimentação saudável e adequada, que tornou obrigatória a declaração dos açúcares totais e açúcares adicionados, além dos carboidratos. Outra mudança presente nessas legislações foi a necessidade da rotulagem nutricional frontal para açúcares adicionados, quando estiverem acima de 7,5 g por 100 ml do alimento líquido. As legislações entraram em vigor em 09 de outubro de 2022, e o prazo para adequação é de 36 meses para bebidas não alcoólicas. Diante do cenário apresentado, foi identificada a oportunidade de elaboração de uma revisão sistemática da literatura (RS) sobre métodos físico-químicos para determinação dos açúcares sacarose, frutose, galactose, glicose, lactose, maltose e totais em bebidas não alcoólicas adoçadas, visando a obtenção de dados que possam auxiliar na tomada de decisões sobre os métodos de análise. Assim, aplicando-se os critérios de inclusão e exclusão definidos, foram selecionados 69 estudos, correspondendo a 59 artigos e 10 publicações de órgãos oficiais ou normalizadores, resultando em 101 métodos de análise. Os estudos incluídos foram publicados entre 1925 e 2023. A maior parte foi produzido na Europa, 55,1% (n=38), escrito em língua inglesa, 94,2% (n=65), tinha como objetivo a aplicação do método, 60,9% (n=42), e apresentou abordagem quantitativa, 99,0% (n=100). As matrizes mais frequentes foram o suco, 55,4% (n=56), e o refrigerante, 36,6% (n=37). Os açúcares glicose, sacarose e frutose foram analitos considerados em 69% dos métodos. Embora a maioria dos métodos identificados (84,2%, n=85) tenha sido não normalizado/oficial, dados de validação foram evidenciados em

apenas 38,6% (n=39) destes e somente 8,9% (n=9) apresentaram resultados para os parâmetros mínimos de validação, o que é preocupante em termos de qualidade analítica. A técnica mais utilizada foi a CLAE, reportada em 51,5% (n=52) dos métodos descritos. Para atendimento a atual legislação brasileira de rotulagem nutricional, foram encontrados 16 métodos para a determinação de açúcares totais, com as técnicas CG (n=1), CLAE (n=4), eletroforese capilar (n=1), espectrofotometria (n=3), espectroscopia IV (n=1), fotometria (n=1), refratometria (n=1) e titulometria (n=3), e quatro para determinação dos principais mono e dissacarídeos encontrados em alimentos (sacarose, frutose, galactose, glicose, lactose e maltose), com as técnicas CLAE (n=3) e RMN (n=1). Outros achados importantes foram relacionados às análises por cromatografia, como as técnicas para preparo de amostras, o tipo de coluna e o tipo de fase móvel. Dadas as demandas analíticas impostas pelo atual cenário nacional e internacional relativo à quantificação de açúcares em bebidas não alcoólicas, evidenciou-se que há uma lacuna tanto em termos de estratégias analíticas que atendam as premissas da química verde como em relação a confiabilidade dos resultados. Assim, os resultados obtidos com este trabalho podem ser utilizados para embasar estudos relacionados ao desenvolvimento de novos métodos e alterações na legislação brasileira vigente incluindo as estratégias para determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas.

Palavras-chave: bebidas não alcoólicas adoçadas; açúcares; sacarose; frutose; galactose; glicose; lactose; maltose; revisão sistemática; CLAE; cromatografia.

ABSTRACT

Ultra-processed foods are industrial formulations that promote excessive calorie consumption due to their attributes that compromise mechanisms signaling satiety. Sweetened non-alcoholic beverages are relevant ultra-processed foods in Brazil and worldwide, contributing significantly to sugar intake in the diet. According to the World Health Organization (WHO), the increase in non-communicable chronic diseases (NCDs) has been driven by behavioral risk factors, including unhealthy eating. Over the past five years, public health policies have been established to provide information and reduce sugar consumption, such as the sugar reduction agreement and new labeling legislation. In October 2020, there was a change in Brazilian legislation regarding food labeling, aiming to promote healthy and adequate nutrition, which made it mandatory to declare total sugars and added sugars, in addition to carbohydrates. Another change introduced by these regulations was the requirement of front-of-pack nutritional labeling for added sugars when they exceed 7.5 g per 100 ml of the liquid food. The regulations came into effect on October 9, 2022, with a 36-month deadline for compliance for non-alcoholic beverages. In light of the presented scenario, an opportunity was identified to conduct a systematic literature review (SLR) on physicochemical methods for the determination of sucrose, fructose, galactose, glucose, lactose, maltose, and total sugars in sweetened non-alcoholic beverages, aiming to obtain data that can assist in decision-making regarding analytical methods. Thus, applying the defined inclusion and exclusion criteria, 69 studies were selected, corresponding to 59 articles and 10 publications from official or standardizing bodies, resulting in 101 analytical methods. The included studies were published between 1925 and 2023. The majority of them were produced in Europe, 55.1% (n=38), written in English, 94.2% (n=65), had the objective of method application, 60.9% (n=42), and presented a quantitative approach, 99.0% (n=100). The most frequent matrices were juice, 55.4% (n=56), and soda, 36.6% (n=37). The sugars glucose, sucrose, and fructose were considered analytes in 69% of the methods. Although the majority of the identified methods (84.2%, n=85) were non-standardized/official, validation data were provided in only 38.6% (n=39) of these, and only 8.9% (n=9) presented results for minimum validation parameters, which is concerning in terms of analytical quality. The most used technique was HPLC, reported in 51.5% (n=52) of the described methods. To comply with the current

Brazilian nutritional labeling legislation, 16 methods were found for the determination of total sugars, with techniques including GC (n=1), HPLC (n=4), capillary electrophoresis (n=1), spectrophotometry (n=3), FTIR spectroscopy (n=1), photometry (n=1), refractometry (n=1), and titration (n=3), and four methods for the determination of the main mono- and disaccharides found in food (sucrose, fructose, galactose, glucose, lactose, and maltose), with HPLC (n=3) and NMR (n=1) techniques. Other important findings were related to chromatographic analysis, such as sample preparation techniques, column type, and mobile phase. Given the analytical demands imposed by the current national and international scenario regarding sugar quantification in non-alcoholic beverages, it became evident that there is a gap both in terms of analytical strategies that meet the principles of green chemistry and the reliability of results. Thus, the results obtained from this study can be used to support research related to the development of new methods and changes in the current Brazilian legislation, including strategies for determining sugars in non-alcoholic beverages.

Keywords: sweetened non-alcoholic beverages; sugars; sucrose; fructose; galactose; glucose; lactose; maltose; systematic review; HPLC; chromatography.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Equação 1 – Cálculo do valor Kappa	47
Figura 1 – Estrutura química de alguns mono e dissacarídeos presentes em alimentos.....	22
Figura 2 – Estrutura química de açúcares redutores e não redutor, com a indicação dos carbonos anoméricos	23
Figura 3 – consumo de bebidas adoçadas versus consumo ideal	25
Figura 4 – Classificação de matrizes alimentares, proposta pela AOAC International, conforme sua composição.....	44
Figura 5 – Fluxograma das etapas do processo de seleção de estudos.....	53
Figura 6 – Matrizes, período e volume de análises	66
Figura 7 – Açúcares, período e volume de análises.....	69
Figura 8 - Técnicas, período e volume de utilização	73
Gráfico 1 – Frequência de estudos publicados por período	63
Gráfico 2 – Frequência das matrizes analisadas nos métodos identificados	65
Gráfico 3 – Frequência dos analitos analisados nos métodos identificados	68
Gráfico 4 – Frequência das técnicas utilizadas nos métodos identificados	70
Gráfico 5 – Parâmetros de validação	77
Gráfico 6 – Parâmetros de validação nos métodos com o objetivo de validação.....	78
Gráfico 7 – Técnicas para preparo da amostra	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Parâmetros para cálculo do valor Kappa na avaliação da concordância entre pesquisadores.....	47
Tabela 2 – Frequência de classificação (%) das bebidas não alcoólicas adoçadas, regulamentadas no Brasil, de acordo com o esquema de triângulos definido pela AOAC	51
Tabela 3 – Artigos incluídos e avaliação da qualidade metodológica	54
Tabela 4 – Métodos oficiais incluídos.....	60
Tabela 5 – Origem (país e continente) dos estudos.....	62
Tabela 6 – Características dos métodos	64
Tabela 7 – Frequências de detectores utilizados por técnica.....	74
Tabela 8 – Frequências de tipo de coluna cromatográfica utilizada em CLAE	80
Tabela 9 – Frequências de tipo de fase móvel utilizada em CLAE	81
Tabela 10 – Frequências do tempo de corrida nos métodos por CLAE	82
Tabela 11 – Faixa de trabalho dos métodos por CLAE.....	83
Tabela 12 – Faixa de concentração das amostras analisadas por CLAE em artigos de aplicação, por analito	84

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVOS	19
2.1 Objetivo geral	19
2.2 Objetivos específicos	19
3 REVISÃO DA LITERATURA	20
3.1 Açúcares	20
3.1.1 Açúcares em alimentos e saúde pública	24
3.2 Bebidas adoçadas	27
3.2.1 Legislação	27
3.2.1.1 Padrões de Identidade e Qualidade	27
3.2.1.2 Rotulagem nutricional.....	29
3.3 Métodos para análises de açúcares em bebidas	31
3.3.1 Métodos.....	31
3.3.1.1 Métodos oficiais no Brasil.....	31
3.3.1.2 A AOAC International	32
3.3.2 <i>Call for methods</i> AOAC	35
3.4 Revisão sistemática	36
3.4.1 Elaboração do protocolo.....	40
3.4.2 Pergunta de pesquisa.....	40
3.4.3 Critérios de inclusão e exclusão.....	41

3.4.4 Estratégia de busca.....	41
3.4.5 Seleção de estudos.....	41
3.4.6 Extração de dados	42
3.4.7. Avaliação da qualidade	42
3.4.8. Síntese e análise dos dados	42
4 MÉTODOS	43
Revisão sistemática	43
4.1.1. Protocolo	43
4.1.2. Pergunta de pesquisa.....	43
4.1.3. Critérios de inclusão e exclusão.....	43
4.1.4. Estratégia de busca.....	45
4.1.5. Seleção de estudos.....	47
4.1.6. Avaliação da qualidade dos estudos incluídos.....	48
4.1.7. Extração e análise de dados	49
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	51
5.1 Protocolo	51
5.2 Critérios de inclusão e exclusão.....	51
5.3 Seleção e avaliação da qualidade dos estudos.....	52
5.4 Caracterização dos estudos.....	61
5.5 Matrizes.....	65
5.6 Analitos.....	67
5.7 Técnicas.....	69
5.8 Detectores.....	74

5.9 Validação.....	76
5.10 Cromatografia.....	78
5.10.a) Preparo da amostra.....	78
5.10.b) Coluna cromatográfica	80
5.10.c) Fase móvel.....	81
5.10.d) Padrão interno.....	82
5.10.e) Curva de calibração	82
5.10.f) Tempo de corrida	82
5.10.g) Faixa de trabalho do método.....	83
5.10.h) Faixa de resultado das amostras analisadas	84
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	86
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89
APÊNDICE A – Estratégia de busca	109

1 INTRODUÇÃO

Os alimentos ultraprocessados são formulações industriais que favorecem o consumo excessivo de calorias, por possuírem atributos que comprometem os mecanismos que sinalizam saciedade, como, por exemplo, o hipersabor, o estímulo a alimentar-se sem atenção, o incentivo em adquirir tamanhos maiores e a ingestão de calorias líquidas (BRASIL, 2014). Tais alimentos são preparados inteiramente ou majoritariamente com o uso de substâncias extraídas de alimentos, como óleos, gorduras, açúcar, amido e proteína, ou com o uso de substâncias derivadas de constituintes de alimentos, como gorduras hidrogenadas e amido modificado, ou ainda com o uso de substâncias sintetizadas em laboratório com base em matérias orgânicas como petróleo e carvão, como corantes, aromatizantes, realçadores de sabor e aditivos usados para dotar os produtos de propriedades sensoriais atraentes (BRASIL, 2014).

Neste cenário, destacam-se as bebidas não alcoólicas adoçadas. Bebida não alcoólica é aquela que possui graduação alcoólica abaixo de 0,5% em volume, à 20°C, de álcool etílico potável, podendo ser uma bebida não fermentada não alcoólica ou uma bebida fermentada não alcoólica. A designação adoçado(a) deve ser mencionada nos rótulos das bebidas que forem adicionadas de açúcares (BRASIL, 2009). Entre as bebidas não alcoólicas, há o suco, a polpa de fruta, a água de coco, o néctar, o refresco, o refrigerante, a soda, a água tônica, o xarope, o preparado líquido para refresco, o preparado líquido para refrigerante, o preparado sólido para refresco, o chá pronto para consumo, o preparado líquido para chá, a bebida composta de fruta, de polpa ou de extrato vegetal e o extrato de guaraná (BRASIL, 2009).

Outro tipo de bebida não alcoólica que tem se destacado no mercado brasileiro, com um aumento de 22,7% no volume de produção em 2021, comparado ao ano 2020 (ABIR, 2022), é o composto líquido pronto para o consumo, mais conhecido como bebida energética, *energy drink* ou apenas energético. Tal tipo de bebida também possui como requisito uma graduação alcoólica abaixo de 0,5 % em volume de álcool etílico (BRASIL, 2005b).

De acordo com a Associação Brasileira das Indústrias de Refrigerantes e Bebidas não Alcoólicas (ABIR), em 2021, foram produzidos no Brasil 33 bilhões de litros de

bebidas não alcoólicas e o consumo foi de aproximadamente 154 litros por habitante (ABIR, 2022). Destacaram-se os refrigerantes, alimentos ultraprocessados, definidos como bebida gaseificada, obtida pela dissolução, em água potável, de suco ou extrato vegetal de sua origem, adicionada de açúcar (BRASIL, 2009). Tais bebidas foram responsáveis, no referido ano, por um volume de produção de 13 bilhões de litros e um consumo de 60,2 litros por habitante (ABIR, 2020; 2022). Entre os diferentes tipos de refrigerantes produzidos, o de cola se sobressaiu em termos de volume de aquisição per capita (BRASIL, 2018a).

Segundo a Organização Mundial de Saúde (OMS), o aumento das doenças crônicas não transmissíveis (DCNT) tem sido impulsionado por fatores de risco comportamentais, sendo eles o tabagismo, a inatividade física, o consumo nocivo de álcool, a poluição do ar e a alimentação pouco saudável (OPAS, 2019). Tal aumento tem trazido impactos significativos na saúde pública, representando, atualmente, as principais causas de morte entre adultos no Brasil, sendo responsável por 54,7% dos óbitos registrados no país em 2019. A promoção de uma alimentação saudável e adequada leva em conta diversos fatores, entre eles o desenvolvimento de estratégias voltadas à redução do consumo de açúcar adicionado, por meio da reformulação de alimentos, rotulagem adequada e campanhas de comunicação (BRASIL, 2021b). Nesse contexto, o Ministério da Saúde (MS) e a Associação Brasileira das Indústrias de Alimentação (ABIA) firmaram, em 2018, um acordo para a redução de açúcares em alimentos industrializados, sendo as bebidas adoçadas uma das categorias de alimentos incluídas como prioritárias (BRASIL, 2018b).

Ainda, em outubro de 2020, foram publicadas pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), a Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) Nº 429, que dispõe sobre a rotulagem nutricional dos alimentos embalados, e a Instrução Normativa (IN) Nº 75, que estabelece os requisitos técnicos para declaração da rotulagem nutricional nos alimentos embalados. As referidas regulamentações trouxeram mudanças significativas na tabela de informação nutricional, que passou a ser redigida em letras pretas e fundo branco, tornando obrigatória a declaração de açúcares totais e açúcares adicionados, além dos carboidratos; do valor energético e nutricional por 100 g ou 100 ml e do número de porções por embalagem. Também foi definido o tamanho da porção que deve ser declarada, sendo 200 ml para as

bebidas não alcoólicas, e a medida caseira sugerida, sendo xícaras ou copos (BRASIL, 2020a; 2020b; 2021a).

Outra mudança prevista nessas legislações foi a obrigatoriedade da rotulagem nutricional frontal, necessária para açúcares adicionados em teores acima de 7,5 g por 100 ml de alimentos líquidos ou acima de 15 g por 100 g de alimentos sólidos. As legislações entraram em vigor em 09 de outubro de 2022, e o prazo para adequação foi de 36 meses para bebidas não alcoólicas (BRASIL, 2020a; 2020b).

O monitoramento da implementação das ações de redução de açúcares, assim como da nova legislação para rotulagem nutricional, depende de uma estrutura laboratorial que atenda às demandas de realização dos ensaios, bem como seja proficiente nas análises de açúcares, tanto na área pública quanto privada. De acordo com a IN 24, de 08 de setembro de 2005, legislação publicada pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), vigente atualmente, a quantificação de açúcares em bebidas não alcoólicas deve ser feita empregando os métodos titulométrico de Lane Eynon e refratométrico, enquanto a quantificação de glicose e sacarose deve ser feita empregando o método cromatográfico (BRASIL, 2005a). O método refratométrico é muito utilizado no controle industrial, com vantagens como a praticidade, pois não há preparo de amostras, além da simplicidade do equipamento e da análise, embora a cromatografia tenha se mostrado como a melhor alternativa para quantificar os açúcares separadamente (CALDAS, 2015).

Para a realização de ensaios analíticos na área de alimentos, muitos métodos publicados pela *Association of Official Analytical Collaboration International* (AOAC) são adotados como métodos de referência internacional pelas *International Organization for Standardization* (ISO), *International Dairy Federation* (IDF), *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) e *Codex Alimentarius Commission* (CAC) (AOAC, 2023a). Em maio de 2018, a AOAC publicou a “*CALL FOR METHODS: Methods for sugars in animal feed, pet food, and human food*”, uma chamada para submissão de métodos para a determinação de açúcares em alimentos para animais, ração para animais de estimação e alimentos para seres humanos. Como critério de elegibilidade, o método deveria quantificar individualmente, no mínimo, frutose, galactose, glicose, sacarose, maltose e lactose (AOAC, 2018).

Diante do cenário apresentado, foi identificada a oportunidade de elaboração de uma revisão sistemática da literatura (RS) sobre métodos para determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas. A RS é considerada um estudo secundário, com o objetivo de reunir estudos primários semelhantes, publicados ou não, avaliando criticamente sua metodologia e reunindo os dados coletados em uma análise estatística, incluindo metanálise, quando possível (BRASIL, 2012b; MOHER, 2015; HIGGINS, 2022). Devido ao seu rigor metodológico, as RS são o padrão de referência para a síntese de evidências na área da saúde. As RS são baseadas em critérios de elegibilidade predefinidos e conduzidas de acordo com uma abordagem metodológica padronizada, descrita em um protocolo (MOHER, 2015; HIGGINS, 2022).

Dessa forma, levando-se em consideração a relevância sanitária do tema para a saúde pública, faz-se necessário realizar uma RS sobre os métodos para determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas adoçadas, visando a promoção de um melhor conhecimento sobre o tema por meio da análise dos métodos publicados, incluindo suas diferenças, similaridades e particularidades, subsidiando o desenvolvimento de novos métodos e a atualização da legislação vigente.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Promover um melhor conhecimento sobre os métodos aplicáveis à determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas por meio de RS.

2.2 Objetivos específicos

- realizar RS para responder à pergunta “Quais métodos são utilizados para a detecção e quantificação de açúcares em bebidas não alcoólicas?”;
- analisar o perfil temporal dos analitos, matrizes e técnicas presentes nos métodos identificados para a detecção e quantificação de açúcares em bebidas não alcoólicas;
- estudar os parâmetros de desempenho avaliados nas validações dos métodos identificados;
- avaliar os parâmetros dos métodos cromatográficos, como o preparo de amostra, tipo de coluna cromatográfica e fase móvel utilizadas, uso de padrão interno, construção de curva de calibração e tempo de corrida;
- comparar os resultados das amostras analisadas por cromatografia com os valores recomendados para ingestão diária de açúcar e para rotulagem nutricional frontal.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Açúcares

Os carboidratos são as biomoléculas mais abundantes na Terra, sendo os digeríveis uma importante fonte de energia, responsável por cerca de 70% do valor calórico da dieta humana, além de sua importância nos processos fisiológicos, como fibra dietética (DAMODARAM, 2018; NELSON, 2018; NIELSEN, 2010).

Tais compostos também são fundamentais para o preparo e fabricação de alimentos, pois conferem atributos como volume, viscosidade, estabilidade às emulsões e espumas, capacidade de retenção de água, estabilidade ao congelamento e descongelamento, escurecimento, sabor, aroma e texturas (DAMODARAM, 2018).

Conforme Cummings (2007) e FAO (1998), os carboidratos podem ser classificados de acordo com sua complexidade estrutural, ou seja, seu grau de polimerização ou número de unidades monoméricas (açúcares simples) (**Quadro 1**).

Quadro 1 – Classificação de carboidratos

Classe (DP ^a)	Subgrupo	Componentes principais
Açúcares (1-2)	Monossacarídeos	Glicose, frutose, galactose
	Dissacarídeos	Sacarose, lactose, maltose, trealose.
	Polióis (álcoois de açúcar)	Sorbitol, manitol, xilitol, eritritol, isomaltose, maltitol
Oligossacarídeos (3-9) (carboidratos de cadeia curta)	Malto-oligossacarídeos (α -glucanos)	Maltodextrinas
	Oligossacarídeos não α -glucana	Rafinose, estaquiose, fruto e galacto oligossacarídeos, polidextrose, inulina
Polissacarídeos (≥ 10)	Amido (α -glucanos)	Amilose, amilopectina, amidos modificados
	Polissacarídeos sem amido (NSPs)	Celulose, hemicelulose, pectina, arabinoxilanos, β -glucanos, gomas vegetais e mucilagens, hidrocolóides

Legenda: DP^a: grau de polimerização ou número de unidades monoméricas.

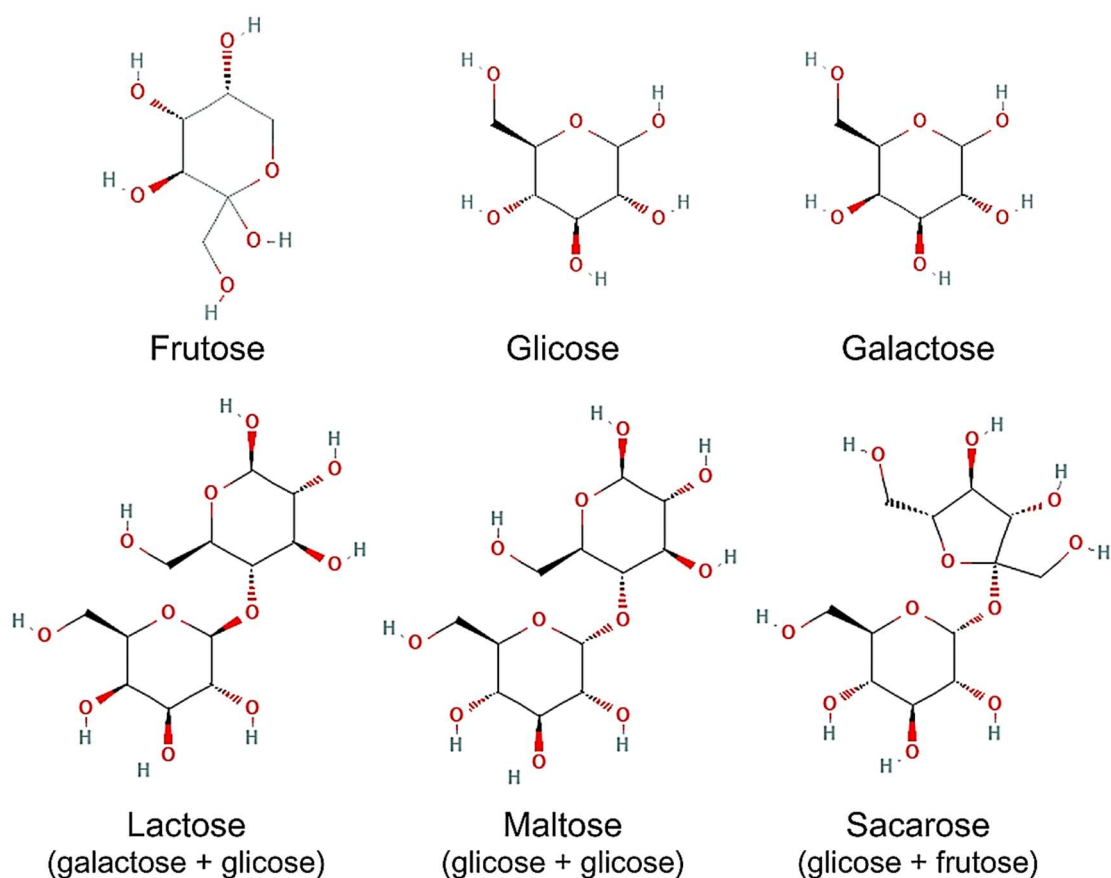
Fonte: Cummings, 2007; FAO, 1998.

Os monossacarídeos são os carboidratos mais simples, os quais possuem apenas uma unidade monomérica em sua composição e não podem ser hidrolisados a açúcares de menor peso molecular. Tais açúcares são os únicos a serem absorvidos pelo intestino delgado. Os monossacarídeos podem se unir, por ligações covalentes, chamadas de ligações glicosídicas, formando os di, oligo e polissacarídeos, que devem ser hidrolisados a açúcares de menor peso molecular antes de sua absorção e utilização (CUMMINGS, 2007; DAMODARAM, 2018; FAO, 1998).

Glicose e frutose são os monossacarídeos presentes em maior quantidade nos alimentos, enquanto maltose (glicose + glicose), sacarose (glicose + frutose) e lactose (galactose + glicose) são os dissacarídeos mais importantes nestas matrizes (**Figura 1**) (DAMODARAM, 2018).

A glicose e a frutose ocorrem naturalmente no mel, em frutas e nos sucos de frutas. Também podem ser encontradas adicionadas a xaropes de milho (glicose), xaropes ricos em frutose (glicose e frutose) e em produtos processados onde possa haver hidrólise da sacarose. A sacarose é encontrada em tecidos e sucos de frutas e vegetais em quantidades variadas e pode ser adicionada em diversos produtos alimentícios e bebidas. A lactose é encontrada no leite e seus derivados. A maltose é encontrada no malte e em quantidades variadas em xaropes de milho e maltodextrinas (DAMODARAM, 2018; NIELSEN, 2010).

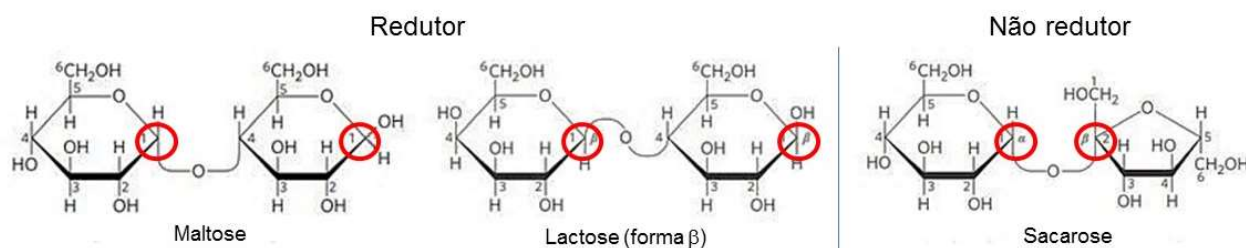
Figura 1 – Estrutura química dos principais mono e dissacarídeos presentes em alimentos



Fonte: adaptado de PubChem, 2023

Os açúcares podem ser classificados quanto a sua capacidade redutora (**Figura 2**). Eles são considerados redutores quando possuem um carbono anomérico livre, ou seja, quando houver grupos hidroxílicos hemiacetálicos dos monossacarídeos não envolvidos nas ligações glicosídicas, como nos casos dos monossacarídeos, da lactose e da maltose. Os açúcares são definidos como não redutores quando não possuem um átomo de carbono anomérico livre, ou seja, quando os grupos hidroxílicos hemiacetálicos dos dois monossacarídeos estão envolvidos na ligação glicosídica, como acontece na sacarose (NELSON, 2018). Alguns métodos de determinação de açúcares são fundamentados na capacidade redutora destes compostos, como os métodos curprométricos, baseados na redução do cobre (NIELSEN, 2010).

Figura 2 – Estrutura química de açúcares redutores e não redutor, com a indicação dos carbonos anoméricos



Fonte: adaptado de Nelson, 2018

De acordo com a RDC da ANVISA Nº 429 de 2020, que trata da rotulagem nutricional de alimentos no Brasil, temos as seguintes definições.

Carboidratos são todos os monossacarídeos, dissacarídeos, oligossacarídeos e polissacarídeos presentes no alimento, incluindo os poliois, que são digeridos, absorvidos e metabolizados pelo ser humano (BRASIL, 2020b).

Açúcares totais são todos os monossacarídeos e dissacarídeos presentes no alimento que são digeridos, absorvidos e metabolizados pelo ser humano, excluindo os poliois (BRASIL, 2020b).

Açúcares adicionados, que também devem ser obrigatoriamente declarados na rotulagem nutricional, incluem todos os monossacarídeos e dissacarídeos adicionados durante o processamento do alimento, incluindo as frações de monossacarídeos e dissacarídeos oriundos da adição dos ingredientes açúcar de cana, açúcar de beterraba, açúcares de outras fontes, mel, melaço, melado, rapadura, caldo de cana, extrato de malte, sacarose, glicose, frutose, lactose, dextrose, açúcar invertido, xaropes, maltodextrinas, outros carboidratos hidrolisados e ingredientes com adição de qualquer um dos ingredientes anteriores, com exceção dos poliois, dos açúcares adicionados consumidos pela fermentação ou pelo escurecimento não enzimático e dos açúcares naturalmente presentes nos leites e derivados e dos açúcares naturalmente presentes nos vegetais, incluindo as frutas, inteiros, em pedaços, em pó, desidratados, em polpas, em purês, em sucos integrais, em sucos reconstituídos e em sucos concentrados (BRASIL, 2020b).

3.1.1 Açúcares em alimentos e saúde pública

De acordo com o Guia Alimentar para a População Brasileira, os alimentos podem ser divididos em quatro categorias, definidas de acordo com o tipo de processamento empregado na sua produção: i) a primeira categoria, compreende os alimentos *in natura* ou minimamente processados, que são alimentos *in natura* que, antes de sua aquisição, foram submetidos à alterações mínimas; ii) a segunda categoria, corresponde aos ingredientes culinários, que são produtos extraídos de alimentos *in natura* ou diretamente da natureza utilizados para temperar e cozinhar alimentos e criar preparações culinárias; iii) a terceira categoria, dos alimentos processados, inclui versões modificadas do alimento original, produzidos com o uso de alimentos *in natura* e ingredientes culinários; e iv) a quarta categoria, dos alimentos ultraprocessados, envolve os produtos obtidos por meio de várias etapas de fabricação e que têm como constituintes vários ingredientes, inclusive de uso exclusivamente industrial (BRASIL, 2014; OPAS, 2018).

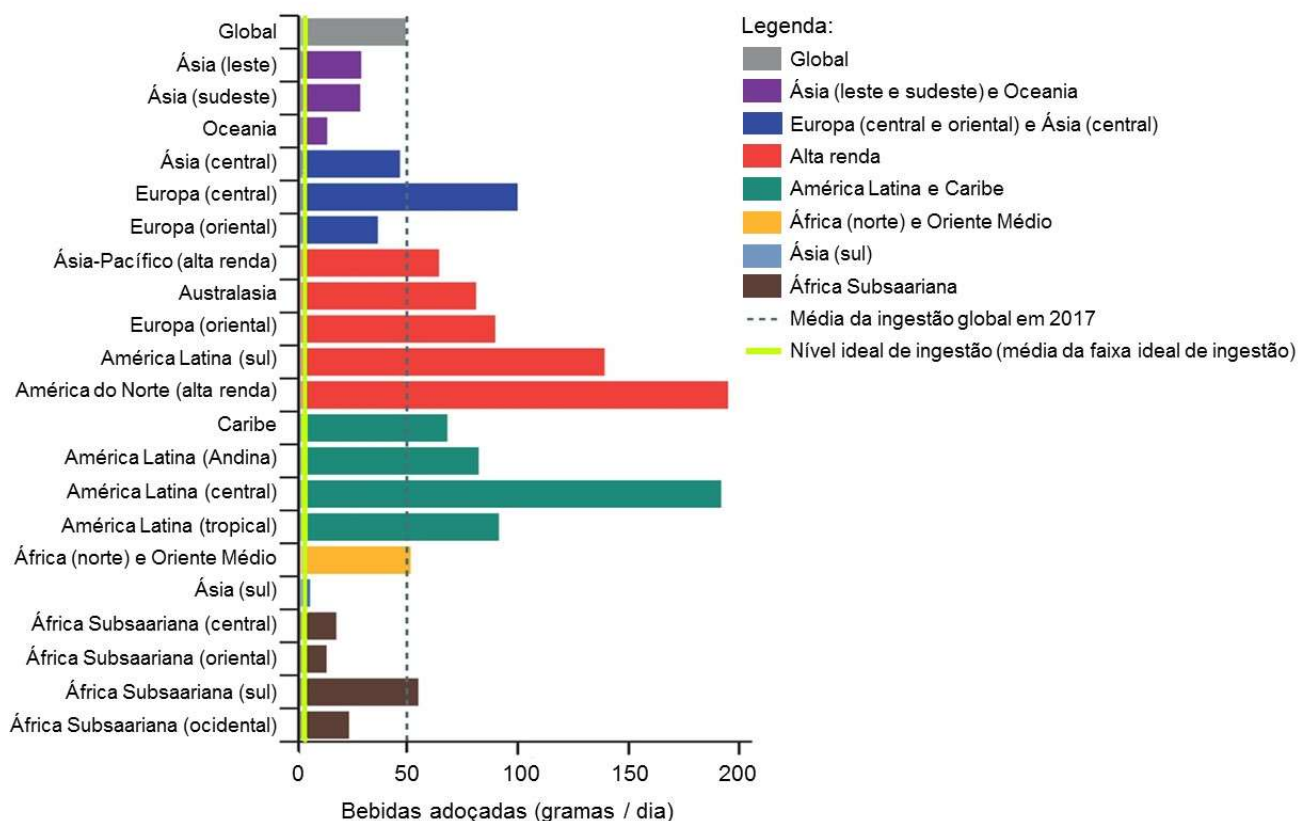
Os alimentos da quarta categoria incluem biscoitos recheados, macarrões instantâneos, bebidas gaseificadas, bebidas energéticas, bebidas açucaradas à base de leite e bebidas e néctares de fruta (OPAS, 2018). Há diversas evidências na literatura que correlacionam o consumo de tais alimentos, ricos em açúcares, com problemas de saúde, como as discutidas a seguir.

Uma revisão sistemática publicada em 2015, na qual foram avaliados estudos sobre o comportamento alimentar da população dos Estados Unidos e do Reino Unido, já trazia a associação entre o consumo de bebidas adoçadas com açúcar e uma maior incidência de diabetes tipo II. Foi encontrado um aumento de 18% na incidência de diabetes tipo II em indivíduos que consumiam uma porção por dia de bebida adoçada com açúcar (IMAMURA, 2015).

Um estudo mais recente, avaliou o consumo dos principais alimentos e nutrientes em 195 países e quantificou o impacto da sua ingestão na mortalidade e morbidade por doenças não transmissíveis (DNT), entre 1990 e 2017. Foi encontrado que a ingestão diária de alimentos e nutrientes não saudáveis excedeu o nível ideal globalmente, sendo que o consumo de bebidas adoçadas obteve um nível global de consumo de 49 gramas por dia, o que foi muito superior à ingestão ideal, que é de zero a cinco gramas diárias. Destacou-se, ainda, o fato de o consumo ter sido superior ao nível ideal em todas as regiões estudadas (**Figura 3**). Também foi

evidenciada uma maior ingestão de bebidas adoçadas entre os adultos jovens, embora uma tendência de decréscimo tenha ocorrido com o aumento da idade (GBD, 2019).

Figura 3 – Consumo de bebidas adoçadas versus consumo ideal



Fonte: adaptado de GBD, 2019

Apesar do consumo acima do ideal de bebidas adoçadas, as mesmas ficaram na parte inferior do *ranking* de riscos alimentares para mortes e DALYs (Disability Adjusted Life Years: anos de vida perdidos ajustados por incapacidade) para a maioria dos países de alta população. Enquanto isso, viu-se que dietas ricas em sódio, pobres em grãos integrais, frutas, nozes e sementes, vegetais e ácidos graxos ômega-3, respondem, individualmente, por mais de 2% das mortes globais. Também viu-se que dietas abaixo do ideal, de forma geral, são responsáveis por mais mortes do que qualquer outro risco globalmente, incluindo o tabagismo (GBD, 2019).

Em outro estudo, publicado em julho de 2022, realizado com 72.083 participantes do Reino Unido, foi avaliada, por meio de uma coorte prospectiva, a associação entre o consumo de alimentos ultraprocessados e o risco de demência. Foi relatado um risco de demência 50% maior entre os indivíduos que consumiam maior quantidade

de alimentos ultraprocessados, quando comparados com os indivíduos que consumiam menor quantidade. As bebidas foram o principal grupo alimentar a contribuir para o consumo de alimentos ultraprocessados entre os indivíduos pesquisados, representando 34% dos alimentos ultraprocessados ingeridos diariamente (LI, 2022).

Ainda, a American Heart Association (AHA) publicou a declaração científica “*2021 Dietary Guidance to Improve Cardiovascular Health*”, onde são trazidas dez recomendações baseadas em evidências científicas visando a promoção da saúde cardiovascular. Entre essas recomendações, minimizar a ingestão de bebidas e alimentos com adição de açúcares foi considerado um fator, pois os açúcares adicionados têm sido associados a risco elevado de diabetes tipo II, doença cardíaca coronariana, declínio da função renal e excesso de peso corporal (LICHTENSTEIN, 2021).

Diversos problemas são provenientes do consumo dos alimentos ultraprocessados, que vão desde os problemas gerados devido às características nutricionais desses e chegam até questões sociais, culturais, econômicas e ambientais (OPAS, 2018). Os alimentos ultraprocessados, como as bebidas não alcoólicas adoçadas, possuem uma alta densidade calórica e baixo valor nutricional, o que contribui para a ingestão de calorias e não trazem benefícios à saúde do consumidor. Além de interferirem negativamente em relação a hábitos socioculturais, como compartilhar refeições recém preparadas com outras pessoas, econômicos, pois são anunciados e comercializados de forma agressiva, e ambientais, uma vez que alteram a forma de cultivo de alimentos (OPAS, 2018; WCRF, 2021).

Tais alimentos são extremamente saborosos, geralmente acondicionados em embalagens que facilitam o consumo em qualquer lugar ou momento e são facilmente adquiridos, podendo predispor a dependência e ao consumo excessivo (OPAS, 2018).

A OMS recomenda que a ingestão de açúcares não ultrapasse a 10% do total de calorias ingeridas em um dia e que se mantenha a ingestão abaixo de 5% para maiores benefícios a saúde. Considerando uma dieta de 2000 calorias, os 10% recomendados equivalem a 50 gramas de açúcar, enquanto os 5%, a 25 gramas (OMS, 2015; WCRF, 2021).

Analisando todo o panorama apresentado, é necessária a atuação do poder público, na elaboração de legislações e investimento em pesquisas, e da iniciativa privada, na produção e comércio, que levem a facilitação da adoção de uma dieta equilibrada pela população. Dentro dessa proposta, foi elaborado no Brasil, em 2018, um plano para a redução de açúcares em alimentos industrializados, abrangendo as categorias dos achocolatados em pó, biscoitos, bolos prontos, mistura para bolo, produtos lácteos e bebidas adoçadas (BRASIL, 2018b).

3.2 Bebidas adoçadas

3.2.1 Legislação

No Brasil, as bebidas são regidas pela Lei Nº 8.918, de 14 de julho de 1994, na qual são estabelecidos a obrigatoriedade do registro, da padronização, da classificação, da inspeção e da fiscalização da produção e do comércio de bebidas, em território brasileiro (Brasil, 1994). Tal lei é regulamentada pelo Decreto nº 6.871, de 4 de junho de 2009, que traz a definição dos tipos de bebidas, tais como suco, néctar, refresco e refrigerante, a obrigatoriedade da designação adoçado(a) ser adicionada ao rótulo das bebidas que forem adicionadas de açúcares, entre outras informações (BRASIL, 2009).

3.2.1.1 Padrões de Identidade e Qualidade

Entre as legislações, os Padrões de Identidade e Qualidade (PIQ) ou Regulamentos Técnicos de Identidade e Qualidade (RTIQ) são aqueles nos quais são estabelecidos os atributos que identificam e qualificam um produto na área de alimentos. Neles estão contidos a designação do produto, sua classificação, descrição do processo tecnológico de obtenção, alguns critérios de rotulagem, parâmetros analíticos e composição do produto, com a especificação de ingredientes obrigatórios e quantidade mínima (Brasil, 1993).

A IN Nº 30, de 27 de setembro de 1999, alterada pela IN Nº 3, de 14 de fevereiro de 2018, traz o regulamento técnico para fixação dos PIQ para bebidas dietéticas e de baixa caloria. As bebidas dietéticas e de baixa caloria devem apresentar os mesmos ingredientes da bebida convencional, no entanto devem ter o conteúdo de açúcares adicionado normalmente na bebida convencional inteiramente substituído por edulcorantes hipocalóricos e não calóricos, naturais ou artificiais (BRASIL, 1999).

Os PIQ referentes a bebida composta, chá pronto para o consumo, refresco e refrigerante, são apresentados na Portaria MAPA N° 123, de 13 de maio de 2021.

Bebida composta é a bebida obtida pela mistura de ingrediente vegetal, nas formas de sucos, polpas ou extratos vegetais, em conjunto ou separadamente, com produto de origem animal, com predominância do produto de origem vegetal, sendo os açúcares ingredientes opcionais. No PIQ pode ser encontrada a quantidade mínima, em 100 ml, de suco ou polpa de fruta ou vegetal, e de extrato padronizado (BRASIL, 2009; 2021c).

Chá pronto para o consumo é a bebida obtida pela maceração, infusão ou percolação de folhas, brotos, hastes, pecíolos e/ou pedúnculos de espécies vegetais, como as do gênero *Thea* e da espécie *Ilex paraguariensis*, podendo haver a adição de outras substâncias de origem vegetal, sendo os açúcares ingredientes opcionais (BRASIL, 2009; 2021c).

Refresco é a bebida pronta para o consumo, não fermentada e não alcoólica, obtida a partir do ingrediente vegetal diluído em água, sendo os açúcares ingredientes opcionais. Ele pode ser classificado quanto à utilização de ingrediente vegetal, como produto de ingrediente vegetal, produto saborizado ou produto artificial (BRASIL, 2009; 2021c).

Refrigerante é a bebida gaseificada, obtida pela dissolução de ingrediente vegetal, em água potável, adicionada de açúcar, devendo ser obrigatoriamente saturado de dióxido de carbono, industrialmente puro. Ele pode ser classificado quanto à utilização de ingrediente vegetal, como produto de ingrediente vegetal ou produto saborizado (BRASIL, 2009; 2021c).

Para sucos de fruta, os PIQ são definidos na IN N° 49, de 26 de setembro de 2018, e complementados na IN N° 37, de 01 de outubro de 2018.

Suco é a bebida não fermentada, não concentrada e não diluída, destinada ao consumo, obtida da fruta madura e sã, ou parte do vegetal de origem, por processamento tecnológico adequado, submetida a tratamento que assegure a sua apresentação e conservação até o momento do consumo, sendo os açúcares ingredientes opcionais, exceto para o suco clarificado de caju, para o qual a adição é vedada (BRASIL, 2009; 2018c; 2018d).

Néctar é a bebida não fermentada, obtida da diluição em água potável da parte comestível do vegetal ou de seu extrato, adicionado de açúcares, destinada ao consumo direto (BRASIL, 2009; 2018c; 2018d).

Para os compostos líquidos prontos para consumo, conhecidos como energéticos, o RTIQ é definido na RDC N° 719, de 01 de julho de 2022.

Composto Líquido Pronto para o Consumo é o produto que contém como ingredientes principais o inositol e/ou a glucoronolactona e/ou a taurina e/ou a cafeína, podendo ser adicionado de vitaminas e ou minerais até 100% da Ingestão Diária Recomendada (IDR) na porção do produto. Pode ser adicionado de outros ingredientes, desde que não descaracterizem o produto (Brasil, 2005b). Na legislação não é abordada a adição de açúcares, mas citada a possibilidade de adição de outros ingredientes, desde que não descaracterizem o produto.

Para bebida láctea o RTIQ é definido na IN N° 16, de 23 de agosto de 2005.

Bebida láctea é o produto lácteo resultante da mistura de leite e soro de leite adicionado ou não de produtos ou substâncias alimentícias, gordura vegetal, leites fermentados, fermentos lácteos selecionados e outros produtos lácteos. A base láctea deve representar pelo menos 51% do produto, sendo os açúcares ingredientes opcionais (Brasil, 2005c).

Para leite fermentado o RTIQ é definido na IN N° 46, de 23 de outubro de 2007.

Leite fermentado é o produto adicionados ou não de outras substâncias alimentícias ou reconstituído, adicionado ou não de outros produtos lácteos, obtido por fermentação láctica mediante ação de cultivos de um ou mais microorganismos, tais como *Lactobacillus acidophilus*, *Lactobacillus casei*, *Bifidobacterium sp*, *Streptococcus salivarius subsp thermophilus*, sendo os açúcares ingredientes opcionais (Brasil, 2007).

3.2.1.2 Rotulagem nutricional

No Brasil, a rotulagem nutricional foi regulamentada pela RDC N° 360, de 23 de dezembro de 2003. Esta legislação previa a declaração de carboidratos, que deveriam ser calculados como a diferença entre 100 e a soma do conteúdo de proteínas, gorduras, fibra alimentar, umidade e cinzas. Os açúcares somente tinham

a obrigatoriedade de serem declarados quando houvesse a declaração de propriedades nutricionais (informação nutricional complementar) sobre o tipo e ou a quantidade de carboidratos (BRASIL, 2003).

Atualmente, as legislações vigentes sobre a rotulagem nutricional no Brasil, publicadas pela ANVISA, são a RDC N° 429 de 2020, que dispõe sobre a rotulagem nutricional dos alimentos embalados, e a IN N° 75 de 2020, que estabelece os requisitos técnicos para declaração da rotulagem nutricional nos alimentos embalados. Apesar de terem sido publicadas em 2020, entraram em vigor em outubro de 2022, tornando assim a RDC N° 360 obsoleta (BRASIL, 2020a; 2020b).

Tais legislações trouxeram a obrigatoriedade da declaração de açúcares totais e açúcares adicionados, além dos carboidratos, e a obrigatoriedade da rotulagem nutricional frontal, no formato de lupa, para açúcares adicionados, quando estiverem acima de 7,5 g por 100 ml do alimento líquido (BRASIL, 2020a; 2020b). Estas mudanças resultaram de um processo de avaliação de impacto regulatório, que considerou a importância da rotulagem de alimentos na promoção da saúde, possibilitando aos consumidores informações claras, que permitam comparações entre os produtos e escolhas saudáveis (BRASIL, 2019a).

Dessa forma, o valor a ser declarado de carboidratos pode continuar a ser obtido por cálculo. Para os açúcares totais e individuais, como a galactose em produtos lácteos com a alegação de não conter lactose, deve ser obtido por análise química. Já para os açúcares adicionados será necessária a elaboração de estratégias de estimativa, como as propostas por Scapin *et al.* (2021) e Louie *et al.* (2015), que utilizam dados analíticos e dos ingredientes dos alimentos. No entanto, as estratégias propostas para açúcares adicionados necessitam de tabelas de composição de alimentos estruturadas de forma abrangente e completa, devidamente atualizadas, o que no Brasil se torna uma limitação.

Avaliando a rotulagem nutricional em outros países, vemos que há uma tendência mundial para a declaração dos açúcares totais, além dos carboidratos. Nos Estados Unidos, houve uma alteração na legislação de rotulagem no ano de 2016, na qual foi incluída a necessidade da declaração de açúcares totais e açúcares adicionados (FDA, 2016). No Chile, a *Ley de Alimentos*, publicada em 2012 e em vigor desde 2016, trouxe a obrigatoriedade da declaração de açúcares totais e adotou o modelo

do octógono para a rotulagem frontal de alto em açúcares (CHILE, 2012). A União Europeia, através do Regulamento 1169/2011, também tornou obrigatória a declaração dos açúcares totais nos rótulos de alimentos (UNIÃO EUROPEIA, 2011).

3.3 Métodos para análises de açúcares em bebidas

As análises dos açúcares podem ter diversas finalidades, como: i) a determinação da composição de alimentos e bebidas; ii) a rotulagem, visando a inclusão de alegações nutricionais e a elaboração da tabela nutricional; iii) a verificação da presença de componentes de interesse para o consumidor (como a lactose); e iv) a detecção de adulterações. O método deve ser validado para escopos específicos, considerando a diversidade e complexidade das matrizes alimentares (NIELSEN, 2010).

3.3.1 Métodos

3.3.1.1 Métodos oficiais no Brasil

Entre as legislações brasileiras que tratam sobre as bebidas, a IN N° 24, de 8 de setembro de 2005, Manual Operacional de Bebidas e Vinagre, apresenta: i) o Modelo de Manual da Qualidade; ii) o Protocolo de Validação de Métodos Físico-Químicos; iii) o Protocolo de Cálculo da Incerteza Associada às Medições; e iv) os Métodos de Análise de Bebidas Fermentadas, Destiladas, Não Alcoólicas e de Vinagre. Tais métodos são considerados padrões oficiais para análise físico-química de bebidas e vinagre no país (Brasil, 2005a). Considerando os escopos para determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas, são preconizados métodos empregando técnicas refratométricas, titulométricas e cromatográficas.

A determinação de sólidos solúveis, considerados como sacarose, é realizada pelo método refratométrico (BRASIL, 2005a). A escala Brix leva em conta que um grau Brix equivale a 1 grama de açúcar em 100 gramas de solução. O procedimento recomenda o uso de um refratômetro tipo Abbe, a realização da leitura a 20° C e o uso de duas gotas da bebida desgaseificada, se for o caso, e homogeneizada (BRASIL, 2005a).

Para a determinação de açúcares redutores, totais e não redutores é descrito o método titulométrico de Lane-Eynon. O princípio do método envolve a reação dos açúcares redutores com os íons cúpricos da solução de Fehling, que os reduzem a

íons cuprosos, sob a ação do calor e em meio alcalino. Ocorre a formação de um precipitado vermelho de óxido cuproso e um indicador redox é empregado para permitir a visualização do ponto final da titulação (BRASIL, 2005a). O procedimento é bastante detalhado, trazendo desde o preparo das soluções de Fehling, o preparo da amostra, a titulação do branco e da amostra, a realização da inversão dos açúcares para determinação dos açúcares totais, até o cálculo e forma de expressão do resultado obtido.

A determinação de etanol, glicose e sacarose é realizada por meio da cromatografia líquida, com detector de índice de refração, fase móvel composta por acetonitrila e água (75:25 v/v), eluição isocrática e coluna de amina. A amostra deve ser desgaseificada, se necessário, filtrada e injetada diretamente no equipamento. A amostra deve ser diluída apenas quando houver necessidade para que sua concentração se aproxime da faixa de concentração da curva padrão (BRASIL, 2005a).

Também é previsto na legislação um método cromatográfico qualitativo, em papel, com a fase móvel composta por n-propanol, acetato de etila e água destilada (65:10:25), utilizado para a separação e identificação de sacarose, glicose, frutose e outros açúcares que podem estar presentes na amostra. Neste método é previsto o uso de padrões dos açúcares que se deseja identificar, em solução aquosa, com uma concentração de 2%. Já a amostra deve ser preparada com a concentração de 10%, em solução aquosa e filtrada (BRASIL, 2005a).

Cabe ressaltar que nenhum dos métodos descritos na legislação brasileira apresenta informações relacionadas aos parâmetros de desempenho de validação, como veracidade, precisão, faixa, limites, linearidade, entre outros. Ainda, com exceção da refratometria, tais métodos envolvem reagentes químicos que representam riscos aos analistas e impactos ambientais.

3.3.1.2 A AOAC International

A AOAC foi criada em 1884 e inicialmente chamada de *Association of Official Agricultural Chemists* e de *Association of Official Analytical Chemists*, mais recentemente foi nomeada *Association of Official Analytical Collaboration International* com o objetivo de “refletir a natureza global do seu impacto” (AOAC, 2022). Trata-se de uma associação científica, normalizadora, sem fins lucrativos,

com sede nos Estados Unidos, cujo objetivo é garantir a segurança e a integridade de alimentos e outros produtos que impactam a saúde pública, convocando governo, indústria e academia para desenvolverem e validarem padrões, métodos e tecnologias (AOAC, 2022).

Em 1920, foi publicada a primeira edição do *Official Methods of Analysis (OMA) of AOAC INTERNATIONAL*, que chegou em sua 22ª edição no ano de 2023. Diversos métodos publicados pela AOAC são adotados como referência internacional para a realização de ensaios na área de alimentos por entidades como ISO, IDF, IUPAC e CAC (AOAC, 2022).

Para a publicação de métodos, a AOAC possui um rigoroso processo. Os métodos propostos devem seguir padrões pré-estabelecidos no *Standard Method Performance Requirements (SMPR®)* específico para cada chamada de métodos (*Call for Methods*) publicada. A proposta para a elaboração dos métodos, apresentada nos SMPR®, pode ser uma verificação no local, uma validação de laboratório único ou um estudo colaborativo em vários locais (AOAC, 2018).

Os métodos submetidos são então analisados pelo *Expert Review Panels (ERP)*, ou Painel de Revisão por Especialistas, que é responsável por recomendar a adoção dos métodos submetidos como métodos *First Action* (primeira ação) e para o *status* de *Final Action* (ação final). Na etapa *First Action*, o método deve ter seu desempenho acompanhado por 2 anos. Após esse período, o ERP pode recomendar o método para o *status* de *Final Action*, solicitar modificações aos elaboradores ou revogar seu *status* de método oficial. O ERP também recomenda a manutenção da *Call for Methods* que originou cada método ou o seu encerramento (AOAC, 2023c).

3.3.1.2.1 Métodos AOAC para determinação de açúcares em bebidas

Desde a primeira edição do OMA, métodos para determinação de açúcar são apresentados. No **Quadro 2** são listados os métodos válidos, que podem ser utilizados para determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas.

Quadro 2 – Métodos AOAC para determinação de açúcares em bebidas

Número	Método	Ano de publicação	Técnica analítica
37.1.51 (925.35)	Sacarose em frutas e produtos de frutas	1925	polarimetria via úmida / gravimetria (Munson-Walker)
37.1.52 (925.36)	Açúcares redutores em frutas e produtos de frutas	1925	via úmida / gravimetria (Munson-Walker)
37.1.53 (925.37)	Glicose (comercial) em frutas e produtos de fruta	1925	polarimetria
29.1.24 (950.29)	Sacarose em bebidas não alcoólicas	1950	polarimetria via úmida / gravimetria (Munson-Walker)
29.1.25 (950.30)	Açúcares redutores em bebidas não alcoólicas	1950	via úmida / gravimetria (Munson-Walker)
29.1.26 (950.31)	Glicose comercial em bebidas não alcoólicas	1980	polarimetria
37.1.49 (971.18)	Carboidratos em sucos de frutas	1980	cromatografia gasosa
37.1.17 (983.17)	Sólidos solúveis em sucos de frutas cítricas	1983 (2001)	refratometria
44.1.31 (2018.16)	Perfil de açúcar em alimentos, suplementos dietéticos, ração para animais de estimação e rações para animais: Cromatografia de troca aniônica de alto desempenho com detecção amperométrica pulsada	2023	cromatografia líquida de alta eficiência de troca aniônica com detecção por amperometria pulsada

Fonte: AOAC, 2023

Os métodos publicados até a edição de 1980, que preconizam o uso das técnicas polarimétrica, via úmida / gravimetria (Munson-Walker) e cromatografia gasosa, utilizam reagentes como o creme alumina, preparado com alumínio (Al) e hidróxido de amônio (NH₄OH), e o acetato de chumbo (Pb(CH₃COO)₂) na etapa de clarificação da amostra. O Al é um metal que pode causar a inibição da eritropoiese,

deterioração da microarquitetura óssea e a oxidação lipídica dos neurônios (CIROVIC, 2023). Já o chumbo é um metal tóxico, cumulativo, que afeta vários sistemas do corpo humano, incluindo os sistemas neurológico, hematológico, gastrointestinal, cardiovascular e renal (OMS, 2019).

Além disso, os métodos que utilizam a via úmida são redirecionados para a utilização do método AOAC 906.03 *Invert Sugar in Sugars and Syrups*, no qual está descrito a metodologia de Munson-Walker. A metodologia descrita também é fundamentada na reação dos açúcares redutores com os íons cúpricos da solução de Fehling, mas tem um tempo execução bastante demorado e prevê a utilização de “asbesto”, um tipo de amianto, na preparação do cadinho para a filtragem da amostra (AOAC, 2023b). A exposição ao asbesto, e outros tipos de amianto, causa câncer de pulmão, laringe e ovários, mesotelioma (câncer das membranas pleurais e peritoneais) e asbestose (fibrose pulmonar) (OMS, 2017).

Entre os métodos vigentes do OMA AOAC, dois utilizam a cromatografia, sendo um a gasosa e o outro a líquida. A cromatografia líquida de alta eficiência tem sido considerada a técnica mais eficaz e inovadora para a identificação e quantificação de açúcares, pois a análise é relativamente rápida, pode ser usada em uma ampla faixa de concentração e produz resultados precisos (KURZYNA-SZKLAREK; CYBULSKA; ZDUNEK, 2022).

A cromatografia gasosa (CG) apresenta melhores propriedades de separação dos açúcares, quando comparada à cromatografia líquida, no entanto, esta técnica apresenta a necessidade da derivatização dos açúcares, o que torna o método mais demorado e trabalhoso (KURZYNA-SZKLAREK; CYBULSKA; ZDUNEK, 2022), além de utilizar reagentes tóxicos para a saúde humana e meio ambiente, como a piridina e o triclorossilano (CETESB, 2023).

Tanto o manuseio desses produtos químicos, quanto o seu descarte, podem afetar negativamente a saúde humana e o meio ambiente. Dessa forma, é essencial o desenvolvimento de novos métodos para a determinação de açúcares, alinhados a questões de sustentabilidade.

3.3.2 Call for methods AOAC

Foi publicada pela AOAC, em maio de 2018, uma chamada para submissão de métodos para determinação de açúcares em alimentos para animais, ração para

animais de estimação e alimentos para seres humanos, a AOAC SMPR® 2018.001 *Standard Method Performance Requirements (SMPR®s) for Sugars in Animal Feed, Pet Food, and Human Food*. Como critério de elegibilidade, o método deve quantificar individualmente, no mínimo, frutose, galactose, glicose, sacarose, maltose e lactose, além de apresentar alguns parâmetros de desempenho, como a reprodutibilidade (AOAC, 2018). A publicação de tal chamada aponta a necessidade de métodos mais modernos para a determinação de açúcares em alimentos e de se conhecer os parâmetros de desempenho destes.

Em resposta a chamada, foi publicado em agosto de 2019, o artigo *Sugar Profile Method by High-Performance Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection in Food, Dietary Supplements, Pet Food, and Animal Feeds: First Action 2018.16*, no qual o método foi validado em diversas matrizes, e entre elas, suco de limão (VENNARD *et al.*, 2020).

O artigo foi aceito oficialmente como método da AOAC, que publicou na 22ª edição do OMA AOAC, o novo método, *44.1.31 Sugar Profile in Food, Dietary Supplements, Pet Food, and Animal Feeds: High-Performance Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection*, que utiliza de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) de troca aniônica de alto desempenho, com detecção amperométrica (AOAC, 2023b).

3.4 Revisão sistemática

Métodos sistemáticos são utilizados com o intuito de evitar viés e viabilizar uma avaliação mais objetiva dos resultados analisados, propiciando uma síntese clara e direta a respeito de uma intervenção ou tema (SAMPAIO e MANCINI, 2007). O método sistemático mais difundido e utilizado atualmente na área acadêmica é a RS.

Uma RS é um estudo secundário, que agrupa os estudos com base numa pergunta de pesquisa, utilizando métodos sistematizados e descritos para identificar, selecionar e avaliar criticamente pesquisas relevantes, onde podem ser aplicados métodos estatísticos para analisar e sumarizar os resultados dos estudos incluídos (MOHER, 2015; HIGGINS, 2022).

A elaboração das revisões sistemáticas é norteada pela diretriz internacional intitulada *Preferred Reporting Items for Systematic Reviews and Meta-Analyses* (PRISMA), que consiste em um guia com itens essenciais para a condução da redação da revisão, melhorando a sua transparência e precisão. Resumidamente, o PRISMA divide a elaboração de uma revisão sistemática em um *checklist* de 27 itens, representado no **Quadro 3**.

Quadro 3 – Etapas para a elaboração de uma revisão sistemática, de acordo com o Checklist PRISMA

Seção e tópico	Item #	Verificação do item
TÍTULO		
Título	1	Identifica a publicação como uma revisão sistemática.
ABSTRACT		
Resumo	2	Ver a lista de verificação PRISMA 2020 para Resumos.
INTRODUÇÃO		
Fundamentação	3	Fundamenta a revisão no contexto do conhecimento existente.
Objetivos	4	Apresenta explicitamente o(s) objetivo(s) ou questão(ões) respeitantes à revisão.
MÉTODOS		
Critérios de elegibilidade	5	Especifica os critérios de inclusão e exclusão para a revisão e forma como os estudos foram agrupados para as sínteses.
Fontes de informação	6	Especifica todas as bases de dados, registos, websites, organizações, listas de referências e outras fontes pesquisadas ou consultadas para identificação dos estudos. Especifica a última data em que cada fonte foi pesquisada ou consultada.
Estratégia de pesquisa	7	Apresenta as estratégias de pesquisa completas para todas as bases de dados, registos e websites, incluindo todos os filtros e limites utilizados.
Processo de seleção	8	Especifica os métodos utilizados para decidir se um estudo satisfaz os critérios de inclusão da revisão, incluindo quantos revisores fizeram a triagem de cada registo e publicação selecionada, se trabalharam de uma forma independente e, se aplicável, os detalhes de ferramentas de automatização utilizadas no processo.
Processo de recolha de dados	9	Especifica os métodos utilizados para recolha de dados das publicações, incluindo quantos revisores recolheram a informação de cada publicação, se trabalharam de uma forma independente, todos os processos de obtenção ou confirmação de dados por parte dos investigadores do estudo e, se aplicável, detalhes de ferramentas de automatização utilizadas.
Dados dos itens	10a	Lista e define todos os resultados para os quais os dados foram pesquisados. Especifica se foram pesquisados todos os resultados

Seção e tópico	Item #	Verificação do item
		compatíveis com cada domínio em cada estudo (p ex. para todas as medidas, momentos, análises) e, se não, especifica os métodos utilizados para decidir quais resultados a recolher.
	10b	Lista e define todas as outras variáveis para as quais os dados foram pesquisados (p. ex. características dos participantes e intervenções, fontes de financiamento). Descreve os pressupostos utilizados sobre informação em falta ou pouco clara.
Avaliação do risco de viés nos estudos	11	Especifica os métodos utilizados para avaliar o risco de viés dos estudos incluídos, incluindo detalhes sobre o(s) instrumento(s) utilizado(s), quantos revisores avaliaram cada estudo e se trabalharam de forma independente e ainda, se aplicável, detalhes de ferramentas de automatização utilizadas no processo.
Medidas de efeito	12	Especifica para cada resultado a(s) medida(s) de efeito (p. ex. risco relativo e diferença de média) utilizada(s) na síntese ou apresentação dos resultados.
Método de síntese	13a	Escreve os processos utilizados para decidir os estudos elegíveis para cada síntese (p. ex. apresentar as características da intervenção apresentada no estudo e comparar com os grupos planeados para cada síntese (item #5)).
	13b	Descreve todos os métodos necessários de preparação de dados para apresentação ou síntese, tais como lidar com os dados em falta no resumo da estatística, ou conversões de dados.
	13c	Descreve todos os métodos utilizados para apresentar ou exibir os resultados individuais de estudos e sínteses.
	13d	Descreve todos os métodos utilizados para resumir os resultados e fornece uma justificação para a(s) escolha(s). Se foi realizada uma meta-análise, Descreve o(s) modelo(s) e método(s) para identificar a presença e extensão da heterogeneidade estatística, e de software utilizado(s).
	13e	Descreve todos os métodos utilizados para explorar possíveis causas de heterogeneidade entre os resultados do estudo (p. ex. análise de subgrupos, meta-regressão).
	13f	Descreve todas as análises de sensibilidade realizadas para avaliar a robustez da síntese dos resultados.
Avaliação do viés reportado	14	Descreve todos os métodos utilizados para avaliar o risco de viés devido à falta de resultados numa síntese (decorrente de viés de informação).
Avaliação do grau de confiança	15	Descreve todos os métodos utilizados para avaliar a certeza (ou confiança) no corpo de evidência de um resultado.
RESULTADOS		
Seleção dos estudos	16a	Descreve os resultados do processo de pesquisa e seleção, desde o número de registos identificados na pesquisa até ao número de estudos incluídos na revisão, idealmente utilizando um fluxograma.
	16b	Cita estudos que parecem satisfazer os critérios de inclusão, mas que foram excluídos, e explica as razões da exclusão.

Seção e tópico	Item #	Verificação do item
Características dos estudos	17	Cita cada estudo incluído e apresenta as suas características.
Risco de viés nos estudos	18	Apresenta a avaliação de risco de viés para cada estudo incluído.
Resultados individuais dos estudos	19	Para todos os resultados de cada estudo, apresenta: (a) resumo da estatística para cada grupo (quando apropriado) e (b) uma estimativa do efeito e a sua precisão (p. ex. intervalo de confiança/credibilidade), utilizando idealmente tabelas ou gráficos estruturados.
Resultados das sínteses	20a	Para cada síntese, resumo das características e risco de viés entre os estudos selecionados.
	20b	Apresenta os resultados de todas as sínteses estatísticas realizadas. Se foi feita uma meta-análise, apresenta para cada resultado o resumo da estimativa e a sua precisão (p. ex. intervalo de confiança/credibilidade) e medidas de heterogeneidade estatística. Se forem comparados grupos, descreve a direção do efeito.
	20c	Apresenta os resultados de todas as investigações de possíveis causas de heterogeneidade entre os resultados do estudo.
	20d	Apresenta resultados de todas as análises de sensibilidade realizadas para avaliar a robustez dos resultados sintetizados.
Vieses reportados	21	Apresenta a avaliação do risco de viés devido à falta de resultados (resultantes de viés de informação) para cada síntese avaliada.
Nível de significância	22	Apresenta a avaliação de certeza (ou confiança) no corpo de evidência para cada resultado avaliado.
DISCUSSÃO		
Discussão	23a	Fornecer uma interpretação geral dos resultados no contexto de outra evidência.
	23b	Discute todas as limitações da evidência, incluídas na revisão.
	23c	Discute todas as limitações dos processos de revisão utilizados.
	23d	Discute as implicações dos resultados para a prática, política e investigação futura.
OUTRAS INFORMAÇÕES		
Registro do protocolo	24a	Fornecer informação sobre o registo da revisão, incluindo o nome e número de registo, ou refere que a revisão não está registada.
	24b	Indica local de acesso ao protocolo da revisão, ou refere que o protocolo não foi preparado.
	24c	Descreve e explica todas as alterações à informação fornecida no registo ou no protocolo.
Apoios	25	Descreve as fontes de financiamento ou apoio sem financiamento que suportam a revisão, e o papel dos financiadores ou patrocinadores da revisão.

Seção e tópico	Item #	Verificação do item
Conflito de interesses	26	Declara todos os conflitos de interesses dos autores da revisão.
Declara todos os conflitos de interesses dos autores da revisão.	27	Reporta quais dos seguintes materiais estão acessíveis publicamente e onde podem ser encontrados: modelo de formulários de recolha de dados extraídos dos estudos incluídos, dados utilizados para análise; código analítico, qualquer outro material utilizado na revisão.

Fonte: adaptado de Page *et al*, 2021

3.4.1 Elaboração do protocolo

O protocolo da revisão é um documento elaborado com o objetivo de tornar claro e transparente todo o processo que envolve a realização da RS, devendo constituir sua primeira etapa. No protocolo da RS são definidos os métodos a serem usados, a pergunta de pesquisa, os critérios de inclusão e exclusão, a estratégia de busca, a seleção de estudos, a extração de dados e os dados para avaliação de qualidade (CRD, 2009).

O protocolo pode ser registrado em plataformas específicas para tal finalidade, como a *Open Science Framework (OSF)* e a *International Prospective Register of Systematic Reviews (PROSPERO)*. O registro tem sido recomendado e exigido por editores de periódicos científicos (MOHER, 2015).

O registro do protocolo possibilita que outros pesquisadores contribuam com o autor do estudo fornecendo dados que auxiliem a responder a questão de pesquisa; que outros revisores não iniciem revisões que busquem responder a mesma pergunta, evitando duplicidade de publicações, plágio e o desperdício de energia na análise de artigos que já podem ter sido selecionados; e que as revisões finalizadas e publicadas sejam facilmente identificadas (BARBOSA, 2019).

3.4.2 Pergunta de pesquisa

Uma pergunta de pesquisa clara direciona a condução da revisão e viabiliza uma resposta com menor possibilidade de tendências e vieses. Geralmente, a construção da pergunta de pesquisa é guiada por acrônimos, onde cada letra corresponde a um universo da pesquisa, sendo que a literatura descreve diferentes acrônimos para diferentes tipos de questões de pesquisa. Revisões sistemáticas quantitativas, geralmente utilizam o acrônimo PICO, que significa “P” para população, “I” para intervenção, “C” para controle e “O” para o desfecho, do inglês *outcome* (STERN, 2014). Já em revisões sistemáticas qualitativas, ou não clínicas, o acrônimo

adaptado PICo é muito utilizado, sendo “P” para Problema, População ou Paciente, “I” para Interesse e “Co” para Contexto (GALVÃO, 2014; STERN, 2014).

3.4.3 Critérios de inclusão e exclusão

Os critérios definidos para a seleção dos estudos originais que irão integrar a RS são conhecidos como critérios de elegibilidade (BRASIL, 2012). Eles devem ser baseados nos elementos que compõem o PICo definido e são divididos em critérios de inclusão e critérios de exclusão.

Os critérios de inclusão determinam quais estudos serão selecionados e proporcionam o entendimento sobre o foco da revisão (BRASIL, 2012). Os critérios de inclusão podem abordar aspectos como: i) o tipo de estudo a ser incluído; ii) a intervenção, atividade, fenômeno, população ou problema sob investigação; iii) o resultado; iv) o idioma de publicação; v) o período de tempo de publicação (STERN, 2014).

3.4.4 Estratégia de busca

Para que os artigos possam ser recuperados nas bases de dados onde foram indexados, cada uma dessas bases possui um vocabulário controlado, que permite a elaboração de uma estratégia de busca (GALVÃO, 2014). A estratégia de busca deve ser construída utilizando-se de palavras ou termos controlados (descritores) que sejam utilizados pela base de dados na qual se deseja realizar a busca, combinando-os com a pesquisa em linguagem natural (texto livre) e os operadores booleanos (*AND*, *OR* e *NOT*) (BRASIL, 2012).

3.4.5 Seleção de estudos

Após a conclusão da busca, deve ser realizada a avaliação dos resultados e a seleção dos estudos elegíveis (PEREIRA, 2014a). Com o objetivo de evitar viés de seleção, são necessários, no mínimo, dois pesquisadores, que devem realizar a seleção de maneira independente e baseados nos critérios de elegibilidade definidos, por meio de leitura de título e do resumo dos artigos identificados. Cada pesquisador deve registrar a inclusão ou exclusão do estudo, justificando os casos de exclusão. As discordâncias devem ser resolvidas em consenso ou por um terceiro revisor (GALVÃO, 2014; PEREIRA, 2014a; HIGGINS, 2022).

A avaliação do grau de concordância entre os avaliadores, acerca dos critérios de elegibilidade dos estudos, pode ser conduzida pela análise Kappa. Valores Kappa

entre 0,40 e 0,59 refletem uma concordância justa, entre 0,60 e 0,74 indicam uma boa concordância e valores iguais ou superiores 0,75 sinalizam uma excelente concordância. Valores que refletem desacordo entre os avaliadores trazem a necessidade de uma exploração das razões e podem levar a uma alteração nos critérios de elegibilidade (HIGGINS & GREEN, 2011).

3.4.6 Extração de dados

Os dados dos artigos originais selecionados devem ser analisados e extraídos para posterior condução da sistematização e metanálise, se aplicável. A extração tem como objetivo organizar, categorizar e combinar os dados dos estudos primários, visando responder à pergunta de pesquisa. Essa etapa deve ser realizada por, no mínimo, dois pesquisadores de forma independente, mas também há a possibilidade de um pesquisador coletar e outro conferir. Para a realização dessa etapa, pode-se utilizar um formulário de extração padronizado (CRD, 2009; PEREIRA, 2014b).

3.4.7. Avaliação da qualidade

A avaliação da qualidade dos estudos é um indicativo do nível de confiança que se terá nos resultados da RS. A qualidade dos estudos individuais incluídos em uma RS impacta diretamente em sua relevância, pois quanto maior a qualidade metodológica desses, menor o risco de viés e mais confiável é o resultado da RS (PEREIRA, 2014b). Existem inúmeras ferramentas de avaliação e os autores podem incluir, ou não, os estudos a partir do cumprimento dos critérios estabelecidos na ferramenta utilizada.

3.4.8. Síntese e análise dos dados

A metanálise é o método mais refinado para sintetizar resultados de estudos quantitativos, no entanto deve ser utilizada apenas para a síntese de estudos que possuam características semelhantes (PEREIRA, 2014b). Há também a possibilidade do uso da metassíntese ou da metassumarização para tal finalidade.

Enquanto a metanálise é aplicada aos estudos quantitativos, a metassíntese e a metassumarização são aplicadas em estudos qualitativos. A metassíntese é a apresentação de resultados obtidos pela interpretação dos resultados dos estudos incluídos, já a metassumarização usa métodos quantitativos para sintetizar resultados qualitativos de diferentes estudos, tornando possível uma análise estatística (LOPES; FRACOLLI, 2008; PEREIRA, 2014b).

4 MÉTODOS

Revisão sistemática

A elaboração da RS foi baseada na diretriz internacional PRISMA, que consiste em um guia referencial para a condução da redação da revisão.

4.1.1. Protocolo

O protocolo da revisão foi elaborado, constituindo a primeira etapa da RS. O modelo disponibilizado pela PROSPERO foi utilizado como referência para sua elaboração (PROSPERO, 2021). O protocolo elaborado foi submetido a OSF para registro.

4.1.2. Pergunta de pesquisa

A pergunta de pesquisa estruturada foi elaborada utilizando a estratégia adaptada para pesquisas não clínicas ou qualitativas, definida pelo acrônimo PICO, para o qual utilizamos as seguintes definições:

- P (problema) - detecção e quantificação de açúcares;
- I (interesse) - métodos de análise;
- Co (contexto) - bebidas não alcoólicas adoçadas.

A questão de pesquisa, que atendeu às três dimensões do PICO definido, foi “Quais métodos de análise são utilizados para a detecção e quantificação de açúcares em bebidas não alcoólicas adoçadas?”.

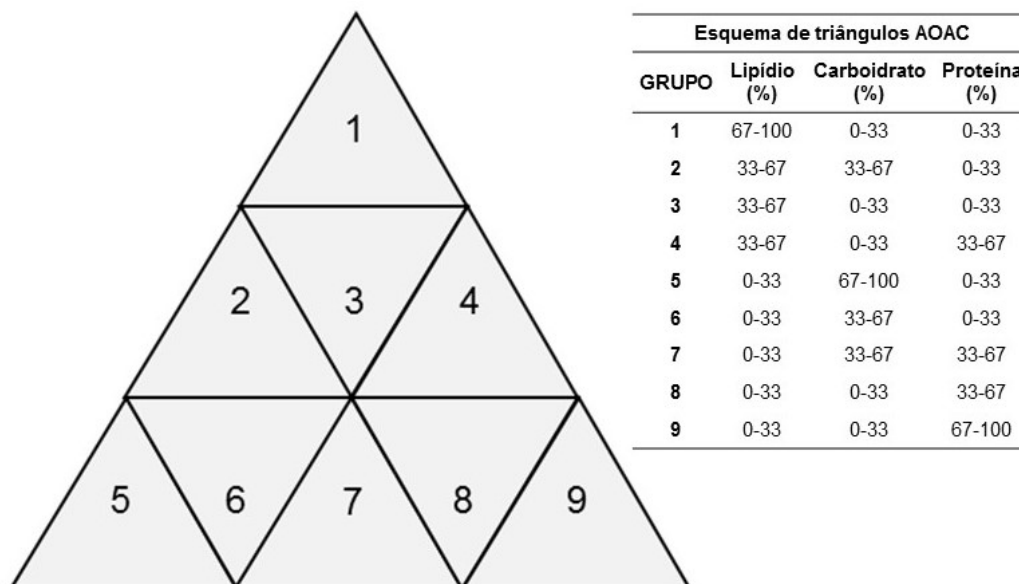
4.1.3. Critérios de inclusão e exclusão

Considerando que matrizes quimicamente semelhantes comportam-se de maneira similar quando submetidas a um mesmo procedimento analítico (WOLF & ANDREWS, 1995), foi realizado um levantamento da composição das bebidas não alcoólicas adoçadas para as quais há RTIQ ou PIQ estabelecido no Brasil. Foram realizadas visitas a supermercados para coleta de imagem dos rótulos e sites dos fabricantes, sendo obtidas pelo menos 10 amostras de rótulos de cada bebida, de diferentes marcas, exceto nas bebida composta para a qual somente foram identificadas três amostras de rótulos.

Uma planilha do Excel[®] foi utilizada para tabulação dos teores de carboidratos, proteínas e lipídeos das bebidas e cálculos para a classificação das mesmas de acordo com os critérios propostos por WOLF & ANDREWS (1995). A classificação proposta traz um triângulo dividido em nove setores (**Figura 4**) e pressupõe que alimentos pertencentes ao mesmo setor do triângulo são quimicamente semelhantes

e, portanto, podem ser submetidos aos mesmos processos analíticos, mesmo no caso de métodos matrizes dependentes.

Figura 4 – Classificação de matrizes alimentares, proposta pela AOAC International, conforme sua composição



Fonte: WOLF & ANDREWS (1995).

Os critérios de inclusão e exclusão foram definidos baseados nos elementos que compuseram o PICo definido e na classificação dos tipos de bebidas não alcoólicas nos grupos da AOAC.

Foram incluídos os estudos que possuíram as seguintes características:

- matrizes - bebida adoçada, bebida composta, bebida láctea, chá, leite fermentado, néctar, refresco, refrigerante e suco;
- analitos - mono e dissacarídeos (frutose, galactose, glicose, lactose, maltose e sacarose) e açúcares (totais, redutores e não redutores);
- técnicas/métodos - físico-químicas, cromatográficas, espectrofotométricas, refratométricas e titulométricas;
- estudos - primários.

Como critérios para exclusão de estudos, foram definidas as seguintes características:

- matrizes - bebidas alcoólicas, café, derivados lácteos que não sejam bebidas (ex.: manteiga, iogurte e queijo), extratos alcoólicos, ervas para preparo de chás, frutas, leite, leite humano, sucos integrais e xaropes;

- analitos - pólios, tri e polissacarídeos;
- técnicas/métodos - enzimáticas e microbiológicas;
- estudos - estudo em animais; estudos que não envolvem análises laboratoriais; pesquisas sobre dietas, comportamento alimentar ou câncer;
- publicações - editoriais, revisão de literatura, RS.

Não foram feitas exclusões por idioma.

4.1.4. Estratégia de busca

A estratégia de busca (**APÊNDICE A**) foi definida visando identificar pesquisas relevantes que respondessem à pergunta de pesquisa estruturada (CRD, 2009).

As palavras-chave selecionadas, as quais compreenderam os termos controlados (descritores DeCS/MeSH), termos de entrada (*Entry Terms*) e termos livres, para as três dimensões do PICO definido, encontram-se relacionadas no **Quadro 4**.

Quadro 4 – Palavras-chave utilizadas na composição da estratégia de busca

Técnicas/métodos de análise	
<ul style="list-style-type: none"> • Chromatography / Chromatographies • Refractometry / Refractive Index / Index, Refractive / Indices, Refractive / Refractive Indices 	<ul style="list-style-type: none"> • Spectrophotometry • Sugar analysis • Titrimetry
Açúcares	
<ul style="list-style-type: none"> • Carbohydrates / Carbohydrate • Disaccharides / Disaccharide • Fructose / Levulose / Levulosa Braun / Levulosa lfe / Levulosa Baxter • Galactose / Galactopyranoside / D-Galactose / D Galactose / Galactopyranose • Glucose / D-Glucose / D Glucose / Dextrose / Glucose, (alpha-D)-Isomer / Anhydrous Dextrose / Dextrose, Anhydrous / Glucose, (DL)-Isomer / Glucose, (L)-Isomer / L-Glucose / L Glucose / Glucose Monohydrate / Monohydrate, Glucose / Glucose, (beta-D)-Isomer 	<ul style="list-style-type: none"> • Lactose / Anhydrous Lactose / Lactose, Anhydrous • Maltose • Monosaccharides / Simple Sugars / Sugars, Simple / Simple Sugar / Sugar, Simple / Monosaccharide • Sucrose / Saccharose • Sugars / Sugar •
Bebidas não alcoólicas	
<ul style="list-style-type: none"> • Carbonated Beverages / Beverage, Carbonated 	<ul style="list-style-type: none"> • Fruit and Vegetable Juices / Vegetable Juices /

Técnicas/métodos de análise

<p>/ Beverages, Carbonated / Carbonated Beverage / Carbonated Drinks / Carbonated Drink / Drink, Carbonated / Drinks, Carbonated / Soft Drinks / Drink, Soft / Drinks, Soft / Soft Drink / Soda Pop / Pop, Soda / Pops, Soda / Soda Pops</p> <ul style="list-style-type: none"> ● Sugar-Sweetened Beverages / Sugar-Sweetened Beverage / Beverage, Sugar-Sweetened / Beverages, Sugar-Sweetened / Sugar-Added Beverages / Sugar-Added Beverage / Sugar Added Beverages / Sugar Added Beverage / Sugar Sweetened Beverage / Sugar Sweetened Beverages / Beverage, Sugar Sweetened / Beverages, Sugar Sweetened / Sweetened Beverage, Sugar / Sweetened Beverages, Sugar / Beverage, Sugar-Added / Beverages, Sugar-Added / Sweetened Drinks / Sweetened Drink / Drink, Sweetened / Drinks, Sweetened / Sugar-Sweetened Soft Drinks / Sugar-Sweetened Soft Drink / Sugar Sweetened Soft Drinks / Sugar Sweetened Soft Drink / Drink, Sugar-Sweetened Soft / Drinks, Sugar-Sweetened Soft / Soft Drink, Sugar-Sweetened / Soft Drinks, Sugar-Sweetened / Sweetened Beverages / Sweetened Beverage / Beverage, Sweetened / Beverages, Sweetened / Sugar-Sweetened Sodas / Sugar-Sweetened Soda / Sugar Sweetened Sodas / Sugar Sweetened Soda / Soda, Sugar-Sweetened / Sodas, Sugar-Sweetened 	<p>Juice, Vegetable / Juices, Vegetable / Vegetable Juice / Fruit Juices / Fruit Juice / Juice, Fruit / Juices, Fruit</p> <ul style="list-style-type: none"> ● Beverages / beverage ● Food formulated / Foods, Formulated / Formulated Food / Formulated Foods / Synthetic Diet / Diets, Synthetic / Diet, Synthetic / Diet, Formula / Diets, Formula / Dietary Formulations / Dietary Formulation / Formulation, Dietary / Formulations, Dietary / Diet, Chemically Defined / Chemically Defined Diet / Chemically Defined Diets / Diets, Chemically Defined / Diet, Elemental / Diets, Elemental / Elemental Diet / Elemental Diets ● human food ● Carbohydrate solution ● Dairy Products / Dairy Product / Product, Dairy / Products, Dairy
---	---

Fonte: dados da pesquisa

As fontes de informações para a pesquisa, bases de dados e literatura cinzenta, incluídas foram LILACS, Cochrane, PUBMED, EMBASE, NAL *Online Catalog* – AGRICOLA, FSTA (*Food Science and Technology Abstracts*), AOAC *Intenational* e Instrução Normativa Nº 24, de 08 de setembro de 2005.

4.1.5. Seleção de estudos

Após a remoção de duplicatas dos estudos recuperados, empregando o *software Endnote®*, foi conduzida a primeira fase da seleção de estudos (triagem) por meio da leitura do título e resumo, por dois pesquisadores. Casos de discordância foram resolvidos por meio de consulta a um terceiro pesquisador. Para cada estudo, foram considerados os seguintes questionamentos, de acordo com os critérios de inclusão e exclusão:

- O estudo incluiu ao menos uma das matrizes selecionadas?
- Os analitos pesquisados eram mono ou dissacarídeos?
- As técnicas empregadas foram físico-químicas?
- O tipo de estudo e publicação era adequado?

A avaliação do grau de concordância entre os pesquisadores, acerca dos critérios de aceitabilidade dos estudos, foi conduzida pela análise Kappa (HIGGINS & GREEN, 2011). O valor Kappa foi estabelecido a partir da **Equação 1**, abaixo, considerando os parâmetros apresentados na **Tabela 1**.

Equação 1 – Cálculo do valor Kappa

$$\text{Kappa} = \frac{P_0 - P_E}{1 - P_E}$$

Sendo: $P_0 = \frac{a + e + i}{K}$

$$P_E = \frac{I_1 \times I_2 + E_1 \times E_2 + U_1 \times U_2}{K^2}$$

Tabela 1 – Parâmetros para cálculo do valor Kappa na avaliação da concordância entre pesquisadores

		Revisor 2			
		Estudos	Incluído	Excluído	Duvidosos
Revisor 1	Incluído (I)	(a)	(b)	(c)	I ₁
	Excluído (E)	(d)	(e)	(f)	E ₁
	Duvidosos (U)	(g)	(h)	(i)	U ₁
	Total	I ₂	E ₂	U ₂	K

Legenda:

- (a) número de estudos incluídos pelo revisor 1 e pelo revisor 2;
- (b) número de estudos incluídos pelo revisor 1 e excluídos pelo revisor 2;
- (c) número de estudos incluídos pelo revisor 1 e considerados duvidosos pelo revisor 2;
- (d) número de estudos excluídos pelo revisor 1 e incluídos pelo revisor 2;
- (e) número de estudos excluídos pelo revisor 1 e pelo revisor 2;
- (f) número de estudos excluídos pelo revisor 1 e considerados duvidosos pelo revisor 2;
- (g) número de estudos considerados duvidosos pelo revisor 1 e incluídos pelo revisor 2;
- (h) número de estudos considerados duvidosos pelo revisor 1 e excluídos pelo revisor 2;
- (i) número de estudos considerados duvidosos pelo revisor 1 e pelo revisor 2;
- (I1), (E1) e (U1) somatório das linhas;
- (I2), (E2) e (U2) somatório das colunas;
- (K) somatório da linha ou coluna dos totais.

Fonte: HIGGINS & GREEN (2011)

Uma estimativa inicial de Kappa foi feita para os 100 primeiros estudos avaliados, visando conhecer o perfil de concordância entre os avaliadores e a necessidade de adequação dos critérios de inclusão e exclusão. Após a análise de todos os estudos recuperados, o Kappa global também foi estimado.

A segunda fase da seleção dos estudos (elegibilidade) se deu pela leitura completa dos estudos. A partir das referências citadas nos artigos e de consulta à literatura cinzenta, foi feita inclusão de outros estudos.

4.1.6. Avaliação da qualidade dos estudos incluídos

A avaliação da qualidade metodológica foi conduzida utilizando os instrumentos para avaliação da qualidade de estudos transversais propostos por Loney (LONEY, 1998), Neto (Neto, 2019) e Center for Evidence Based Management (CEBM, 2014), com adaptações.

Foram aplicadas sete questões a cada um dos artigos incluídos. Não foi avaliada a qualidade metodológica das legislações e métodos AOAC devido à natureza dessas publicações. Cada questão respondida positivamente recebeu um ponto, sendo sete a pontuação máxima possível. Estudos de alta qualidade foram aqueles com pontuações de seis e sete; estudos de qualidade moderada foram aqueles com pontuação entre três e cinco; e estudos de baixa qualidade foram aqueles com escores iguais ou menores que dois.

As questões estabelecidas foram: i) O problema foi abordado de forma clara pelo estudo?; ii) O(s) objetivo(s) do estudo está(ão) claramente definido(s)?; iii) O

delineamento do estudo é apropriado para cumprir o(s) objetivo(s)?; iv) A forma de obtenção da(s) amostra(s) impossibilita a introdução de viés?; v) Foram estabelecidos critérios objetivos adequados para obtenção dos resultados?; vi) Os resultados foram obtidos de forma imparcial?; e vii) Os resultados foram adequadamente expressos?

A avaliação da qualidade permite identificar fragilidades na concepção, delineamento e execução dos estudos e seu impacto nos resultados reportados.

4.1.7. Extração e análise de dados

Os dados dos estudos selecionados foram analisados e extraídos por dois pesquisadores, de forma independente, utilizando um formulário de extração padronizado, elaborado no *software* Microsoft Excel®.

Os dados extraídos foram:

- título;
- autor(es);
- país (origem do primeiro autor);
- idioma do artigo;
- ano de publicação;
- existência de conflito de interesse;
- tipo de estudo (aplicação, comparação ou validação);
- tipo do método - qualitativo ou quantitativo;
- tipo do método - convencional ou instrumental;
- tipo do método – normalizado/oficial ou não normalizado/oficial;
- matriz(es) - especificação do tipo de bebida e quantidade de tipos de bebida;
- analito(s) - açúcares totais, açúcares redutores, açúcares não redutores, mono e dissacarídeos específicos e quantidade de tipos de analito;
- técnica (refratometria, titulometria, espectrofotometria, cromatografia, outras);
- detector;
- volume ou massa da amostra;
- fator de diluição;
- procedimentos de preparação de amostra - pré tratamento (técnica, solvente e volume de solvente);

- procedimentos de preparação de amostra - extração (técnica, solvente e volume de solvente);
- procedimentos de preparação de amostra - purificação (técnica, solvente e volume de solvente);
- volume de extrato purificado usado para detecção ou quantificação;
- coluna cromatográfica (comprimento, diâmetro interno, tamanho da partícula e material) (em caso de métodos cromatográficos);
- fase móvel (em caso de métodos cromatográficos);
- fluxo da fase móvel (em caso de métodos cromatográficos);
- tempo de corrida (em caso de métodos cromatográficos);
- padrão interno utilizado;
- faixa de trabalho dos métodos, por analito;
- faixa de resultados encontrados nas amostras analisadas, por analito;
- curva de calibração (qual(is) padrão(ões) foi(ram) utilizado(s) e níveis avaliados);
- dados de validação - parâmetros de desempenho estudados (métodos quantitativos - efeito de matriz, faixa de trabalho, incerteza de medição, limite de detecção, limite de quantificação, linearidade, repetibilidade, precisão intermediária, reprodutibilidade, robustez, seletividade, sensibilidade e veracidade; métodos qualitativos: taxas de falsos resultados, taxa de sensibilidade, taxa de seletividade, limite de detecção, região de perda de confiabilidade/incerteza, robustez, acordância e concordância);
- número de amostras analisadas e replicatas (em estudos de aplicação).

Apesar de alguns dados serem quantitativos, como o tempo de corrida, o volume da amostra, a faixa de trabalho e a faixa de resultados, a análise foi realizada de forma qualitativa, sendo conduzidas tanto a metassíntese quanto a metassumarização dos dados extraídos. Os resultados foram analisados e apresentados na forma de tabelas e gráficos de frequência.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Protocolo

O protocolo da RS denominada “*Methods for determination of sugars in sweetened non-alcoholic beverages: systematic review*”, foi registrado na OSF sob o número DOI 10.17605/OSF.IO/4GW9Y e pode ser consultado em <https://osf.io/4gw9y/>.

5.2 Critérios de inclusão e exclusão

Para sete das nove matrizes consideradas, 100% das amostras avaliadas foram classificadas no grupo 5 (teores de carboidratos de 67% a 100% e de lipídeos e proteínas de 0% a 33%). Para duas matrizes este percentual foi superior a 90%. Tais resultados permitiram considerar que as matrizes estudadas foram quimicamente semelhantes, podendo ser incluídas na RS (**Tabela 2**).

Tabela 2 – Frequência de classificação (%) das bebidas não alcoólicas adoçadas, regulamentadas no Brasil, de acordo com o esquema de triângulos definido pela AOAC

Matrizes	Frequências de Classificação (%)		
	Setores		
	5	6	7
Bebida composta (n=3)	100,0	0,0	0,0
Bebida láctea (n=20)	100,0	0,0	0,0
Chá (n=12)	91,7	0,0	8,3
Composto líquido pronto para o consumo (energético) (n=10)	100,0	0,0	0,0
Leite Fermentado (n=20)	95,0	5,0	0,0
Néctar (n=21)	100,0	0,0	0,0
Refresco (n=21)	100,0	0,0	0,0
Refrigerante (n=21)	100,0	0,0	0,0
Suco (n=11)	100,0	0,0	0,0

Fonte: dados da pesquisa

5.3 Seleção e avaliação da qualidade dos estudos

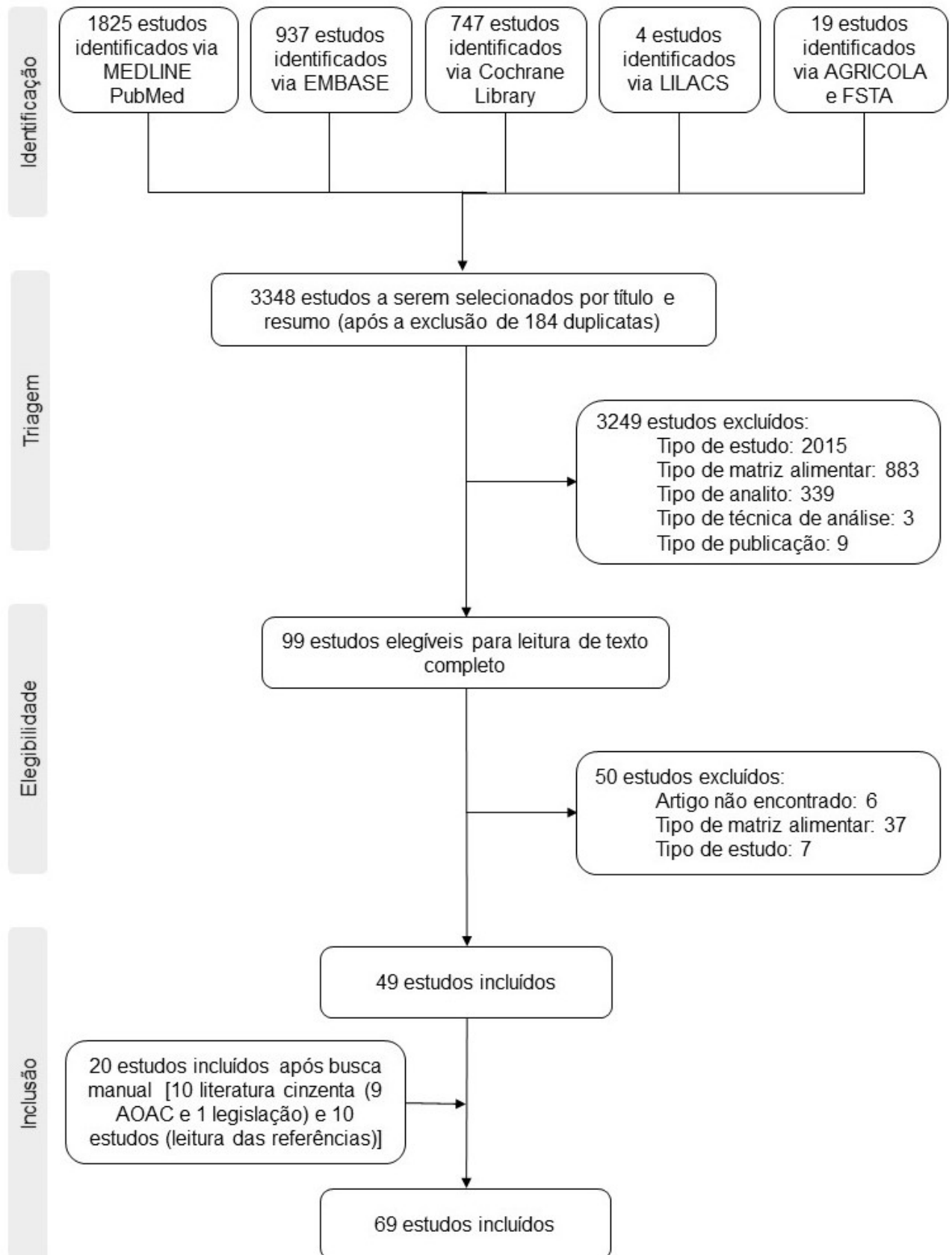
As etapas do processo de seleção dos estudos estão apresentadas na **Figura 5**. Seguindo a estratégia de busca (APÊNDICE A), foram recuperados 3513 artigos, nas bases de dados LILACS, Cochrane, PUBMED e EMBASE, resultando em 3329 após a remoção de 184 duplicatas, com o uso do software Endnote®.

O valor Kappa estimado para a amostra de 100 estudos foi de 0,936, o que indicou uma excelente concordância entre os dois avaliadores. Ao final da leitura dos títulos e resumos de todos os estudos recuperados, foi obtido um Kappa de 0,853, retificando o perfil de concordância entre os pesquisadores. Nesta etapa, foram excluídos 3230 estudos. Após a leitura completa dos estudos, a revisão resultou em 49 trabalhos aos quais foram somados 20 estudos, 10 provenientes de literatura cinzenta e 10 da busca por referências citadas nos trabalhos selecionados. Ao final das etapas do processo de seleção, 69 estudos foram incluídos.

Na **Tabela 3** encontram-se apresentados os 59 artigos incluídos e respectivos escores de qualidade estimados. A qualidade metodológica foi avaliada utilizando a metodologia descrita no item 4.1.6. 88,1% (n=52) dos artigos apresentaram alta qualidade metodológica; 10,2% (n=6), qualidade metodológica moderada e 1,7% (n=1), baixa qualidade. Todos os artigos que cumpriram os critérios de inclusão integraram esta revisão, independentemente do escore de qualidade estimado.

Na **Tabela 4** encontram-se apresentados os métodos normalizados/oficiais incluídos, considerados como literatura cinzenta.

Figura 5 – Fluxograma das etapas do processo de seleção de estudos



Fonte: autoria própria

Tabela 3 – Artigos incluídos e avaliação da qualidade metodológica

ID	Referência	Título	Pontuação (qualidade metodológica)
1	AKIYAMA, NAKASHIMA, & YAMADA, 1992	<i>High-performance liquid chromatographic determination of sugars in an infusion and soft drinks using a silica-based 3-morpholinopropyl-bonded stationary phase</i>	6 (alta)
2	AKYUZ <i>et al.</i> , 2021	<i>High performance liquid chromatographic method with post-column detection for quantification of reducing sugars in foods</i>	6 (alta)
3	ANDRÉS, TENÓRIO, & VILLANUEVA, 2014	<i>Sensory profile, soluble sugars, organic acids, and mineral content in milk- and soy-juice based beverages</i>	7 (alta)
4	AOUSSAT & LATRASSEL, 1978	<i>Proteo-polysaccharidic turbidity in depectinized raspberry juice</i>	5 (moderada)
5	BESKERS <i>et al.</i> , 2014	<i>High performance liquid chromatography with mid-infrared detection based on a broadly tunable quantum cascade laser</i>	5 (moderada)
6	BILEK <i>et al.</i> , 2014	<i>Sugar and inorganic anions content in mineral and spring water-based beverages</i>	7 (alta)
7	BILEK & RYBAKOWA, 2014	<i>Sugar content in non-alcoholic beverages and dietary recommendations for children and adolescents</i>	5 (moderada)
8	CABÁLKOVÁ <i>et al.</i> , 2004	<i>Determination of carbohydrates in juices by capillary electrophoresis, high-performance liquid chromatography, and matrix-assisted laser desorption/ionization-time of flight-mass spectrometry</i>	7 (alta)
9	CACERES <i>et al.</i> , 2000	<i>Automated flow system on-line to LC with postcolumn derivatisation for determination of sugars in carbohydrate-rich foods</i>	7 (alta)
10	CAO <i>et al.</i> , 2014	<i>Application of diffusion ordered-1 H-nuclear</i>	7 (alta)

ID	Referência	Título	Pontuação (qualidade metodológica)
		<i>magnetic resonance spectroscopy to quantify sucrose in beverages</i>	
11	CASSIMIR <i>et al.</i> , 2014	<i>Evaluation of caffeine, aspartame and sugar contents in energy drinks</i>	6 (alta)
12	CATALDI, MARGIOTTA & ZAMBONIN, 1998	<i>Determination of sugars and alditols in food samples by HPAEC with integrated pulsed amperometric detection using alkaline eluents containing barium or strontium ions</i>	7 (alta)
13	CHEN <i>et al.</i> , 2009	<i>Confirmation and determination of sugars in soft drink products by IEC with ESI-MS</i>	7 (alta)
14	CHINNICI <i>et al.</i> , 2005	<i>Optimization of the determination of organic acids and sugars in fruit juices by ion-exclusion liquid chromatography</i>	7 (alta)
15	COQUET <i>et al.</i> , 1994	<i>Determination of sugars by liquid chromatography with post-column catalytic derivatization and fluorescence detection</i>	5 (moderada)
16	COQUET, VEUTHEY & HAERDI, 1992	<i>Comparison of post-column fluorescence derivatization and evaporative light-scattering detection to analyse saccharides selectively by LC</i>	5 (moderada)
17	DELLA PELLE <i>et al.</i> , 2018	<i>Silver nanoparticles-based plasmonic assay for the determination of sugar content in food matrices</i>	7 (alta)
18	DONG <i>et al.</i> , 2007	<i>Simultaneous determination of sugars and ascorbic acid by capillary zone electrophoresis with amperometric detection at a carbon paste electrode modified with polyethylene glycol and Cu₂O</i>	6 (alta)
19	ELENA <i>et al.</i> , 1998	<i>Content of carbohydrates and trace elements in a group of non-alcoholic drinks</i>	2 (baixa)

ID	Referência	Título	Pontuação (qualidade metodológica)
20	FELS & BUNZEL, 2022	<i>Application of accelerated heteronuclear single quantum coherence experiments to the rapid quantification of monosaccharides and disaccharides in dairy products</i>	7 (alta)
21	GREENWAY & KOMETA, 1995	<i>The determination of sugars in beverages and medicines using on-line dialysis for sample preparation</i>	7 (alta)
22	GREMBECKA, LEBIEDZIŃSKA & SZEFER, 2014	<i>Simultaneous separation and determination of erythritol, xylitol, sorbitol, mannitol, maltitol, fructose, glucose, sucrose and maltose in food products by high performance liquid chromatography coupled to charged aerosol detector</i>	7 (alta)
23	GUYON <i>et al.</i> , 2014	<i>¹³C/¹²C isotope ratios of organic acids, glucose and fructose determined by HPLC-co-IRMS for lemon juices authenticity</i>	7 (alta)
24	IDRIS <i>et al.</i> , 2016	<i>Analysis of sugars and pH in commercially available soft drinks in Saudi Arabia with a brief review on their dental implications</i>	6 (alta)
25	IRUDAYARAJ & TEWARI, 2003	<i>Simultaneous monitoring of organic acids and sugars in fresh and processed apple juice by Fourier transform infrared-attenuated total reflection spectroscopy</i>	7 (alta)
26	KLOCKOW <i>et al.</i> , 1994	<i>Determination of carbohydrates in fruit juices by capillary electrophoresis and high-performance liquid chromatography</i>	6 (alta)
27	KÖLHED & KARLBERG, 2005	<i>Determination of carbohydrates by high-performance capillary electrophoresis with indirect absorbance detection</i>	7 (alta)
28	LEE & LIN, 1996	<i>Separation and determination of carbohydrates in drinks by ion chromatography with a self-</i>	7 (alta)

ID	Referência	Título	Pontuação (qualidade metodológica)
		<i>regenerating suppressor and an evaporative light-scattering detector</i>	
29	LI, CHEN & ZHU, 2007	<i>Continuous flow autoanalyzer for the sequential determination of total sugars, colorant and caffeine contents in soft drinks</i>	7 (alta)
30	LUCENA <i>et al.</i> , 2005	<i>Capillary electrophoretic separation of sugars in fruit juices using on-line mid infrared Fourier transform detection</i>	6 (alta)
31	MARTIN-VILLA <i>et al.</i> , 1981	<i>Chromatographic measurement of the carbohydrate content of some commonly used soft drinks</i>	6 (alta)
32	MARTIN-VILLA, VIDAL-VALVERDE & ROJAS-HIDALGO, 1981	<i>Soluble sugars in soft drinks</i>	4 (moderada)
33	MIAO <i>et al.</i> , 2011	<i>A separation-free method for simultaneous determination of sucrose and sunset yellow in different abundance by integrating RBI and detectors</i>	6 (alta)
34	MOMENBEIK <i>et al.</i> , 2006	<i>Sensitive determination of carbohydrates labelled with p-nitroaniline by capillary electrophoresis with photometric detection using a 406 nm light-emitting diode</i>	6 (alta)
35	PALAZZO, FANCCHINI & MALLARDI, 2012	<i>Colorimetric detection of sugars based on gold nanoparticle formation</i>	6 (alta)
36	PAREDES <i>et al.</i> , 2006	<i>Simultaneous determination of carbohydrates, carboxylic acids, alcohols, and metals in foods by high-performance liquid chromatography inductively coupled plasma atomic emission spectrometry</i>	6 (alta)
37	PAREDES <i>et al.</i> , 2008	<i>Single-injection calibration approach for high-</i>	7 (alta)

ID	Referência	Título	Pontuação (qualidade metodológica)
		<i>performance liquid chromatography</i>	
38	PETERS, LEVINE & JONES, 2001	<i>An inductively coupled plasma carbon emission detector for aqueous carbohydrate separations by liquid chromatography</i>	6 (alta)
39	PITHAVA & PANDEY, 2018	<i>Quality assessment of different brands of mango juice available in Indian market for carbohydrates and acids (ascorbic acid) by conventional titration method</i>	7 (alta)
40	PITSCH & WEGHUBER, 2019	<i>Hydrophilic Interaction Chromatography Coupled with Charged Aerosol Detection for Simultaneous Quantitation of Carbohydrates, Polyols and Ions in Food and Beverages</i>	7 (alta)
41	RÁCZ, HÉBERGER & FODOR, 2016	<i>Quantitative determination and classification of energy drinks using near-infrared spectroscopy</i>	6 (alta)
42	RAJCHL <i>et al.</i> , 2015	<i>Evaluation of ice-tea quality by DART-TOF/MS</i>	6 (alta)
43	RAMBLA, GARRIGUES & de la GUARDIA, 1997	<i>PLS-NIR determination of total sugar, glucose, fructose and sucrose in aqueous solutions of fruit juices</i>	7 (alta)
44	RAMIREZ <i>et al.</i> , 2004	<i>Analysis of carbohydrates in beverages by capillary electrophoresis with precolumn derivatization and UV detection</i>	6 (alta)
45	RICOCHON <i>et al.</i> , 2011	<i>Highly sensitive, quick and simple quantification method for mono and disaccharides in aqueous media using liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization-mass spectrometry (LC-APCI-MS)</i>	6 (alta)
46	RODRIGUEZ-SAONA <i>et al.</i> , 2001	<i>Rapid analysis of sugars in fruit juices by FT-NIR spectroscopy</i>	7 (alta)
47	ROIG & THOMAS, 2003	<i>Rapid estimation of global sugars by UV photodegradation and UV spectrophotometry</i>	6 (alta)

ID	Referência	Título	Pontuação (qualidade metodológica)
48	SCHIMID <i>et al.</i> , 2016	<i>Analysis of saccharides in beverages by HPLC with direct UV detection</i>	6 (alta)
49	SEWWANDI <i>et al.</i> , 2020	<i>Determination and Comparative Study of Sugars and Synthetic Colorants in Commercial Branded Fruit Juice Products</i>	7 (alta)
50	TYAGI <i>et al.</i> , 2011	<i>Rapid determination of main constituents of packed juices by reverse phase-high performance liquid chromatography: an insight in to commercial fruit drinks</i>	7 (alta)
51	VAN SCHEPPINGEN <i>et al.</i> , 2017	<i>Selective and sensitive determination of lactose in low-lactose dairy products with HPAEC-PAD</i>	7 (alta)
52	VENNARD <i>et al.</i> , 2020	<i>Sugar Profile Method by High-Performance Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection in Food, Dietary Supplements, Pet Food, and Animal Feeds: First Action 2018.16</i>	7 (alta)
53	VILLAMIEL <i>et al.</i> , 1998	<i>Quantitative determination of carbohydrates in orange juice by gas chromatography</i>	6 (alta)
54	VOCHYÁNOVÁ <i>et al.</i> , 2012	<i>Rapid determinations of saccharides in high-energy drinks by short-capillary electrophoresis with contactless conductivity detection</i>	6 (alta)
55	VONACH, LENDL & KELLNER, 1997	<i>Hyphenation of ion exchange high-performance liquid chromatography with Fourier transform infrared detection for the determination of sugars in nonalcoholic beverages</i>	7 (alta)
56	WEI & DING, 2000	<i>Analysis of carbohydrates in drinks by high-performance liquid chromatography with a dynamically modified amino column and evaporative light scattering detection</i>	7 (alta)
57	WHITE, HOBBS &	<i>Fructose content and composition of commercial</i>	7 (alta)

ID	Referência	Título	Pontuação (qualidade metodológica)
	FERNANDEZ, 2015	<i>HFCS-sweetened carbonated beverages</i>	
58	YUAN & CHEN, 1999	<i>Simultaneous separation and determination of sugars, ascorbic acid and furanic compounds by HPLC - Dual detection</i>	7 (alta)
59	ZIELIŃSKA <i>et al.</i> , 2022	<i>Qualitative and quantitative analysis of energy drinks using 1H NMR and HPLC methods</i>	7 (alta)

Fonte: dados da pesquisa

Tabela 4 – Métodos oficiais ou normalizados incluídos

ID	Referência	Título
1	AOAC, 2023b	29.1.24 (950.29) <i>Sucrose in Nonalcoholic Beverages</i>
2	AOAC, 2023b	29.1.25 (950.30) <i>Sugars (Reducing) in Nonalcoholic Beverages</i>
3	AOAC, 2023b	29.1.26 (950.31) <i>Glucose (Commercial) in Nonalcoholic Beverages</i>
4	AOAC, 2023b	31.1.53 (925.37) <i>Glucose (Commercial) in Fruits and Fruit Products</i>
5	AOAC, 2023b	37.1.17 (983.17) <i>Solids (Soluble) in Citrus Fruit Juices</i>
6	AOAC, 2023b	37.1.49 (971.18) <i>Carbohydrates in Fruit Juices</i>
7	AOAC, 2023b	37.1.51 (925.35) <i>Sucrose in Fruits and Fruit Products</i>
8	AOAC, 2023b	37.1.52 (925.36) <i>Sugars (Reducing) in Fruits and Fruit Products</i>
9	AOAC, 2023b	44.1.31 AOAC Official Method 2018.16 <i>Sugar Profile in Food, Dietary Supplements, Pet Food, and Animal Feeds: High-Performance Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection</i>
10	BRASIL, 2005a	Instrução Normativa Nº 24, de 08 de setembro de 2005 (Métodos 8, 14, 15 e 39)

Fonte: dados da pesquisa

Como houve estudos que envolveram mais de um método, foram obtidos 101 diferentes métodos para análise, sendo:

- 86 provenientes de 59 artigos científicos (recuperados nas bases de dados e busca manual);
- quatro provenientes da legislação brasileira, Instrução Normativa N° 24, de 08 de setembro de 2005 (BRASIL, 2005a);
- 11 provenientes da *Official Methods of Analysis (OMA) of AOAC INTERNATIONAL* dos anos de 1925, 1950, 1980, 2001 e 2023. Importante considerar que os anos acima relacionados correspondem à primeira publicação dos *AOAC Official Methods* incluídos, os quais foram mantidos na última edição de 2023. Embora tenham sido identificados nove *AOAC Official Methods* relacionados ao escopo da presente revisão, estes contemplaram a descrição de 11 metodologias analíticas distintas (AOAC, 2023b).

Cumprir destacar que foram considerados métodos distintos, em um mesmo estudo, casos que empregaram diferentes técnicas analíticas e também aqueles que utilizaram as mesmas técnicas com diferentes processos de preparação de amostras, colunas ou detectores, por exemplo. Assim, cada abordagem ou marcha analítica reportada foi computada como um método de ensaio.

5.4 Caracterização dos estudos

Na **Tabela 5** estão apresentados os dados referentes aos países e continentes de origem dos estudos, representados pelo país de origem do primeiro autor. Dos 69 estudos incluídos, 55,1% (n=38) foram realizados na Europa, 20,3% (n=14) na América do Norte e 20,3% (n=14) na Ásia. A frequência de trabalhos originados dos demais continentes foi inferior, totalizando 4,2% (n=3). Neste cenário, destacaram-se os Estados Unidos, onde foram produzidos todos os estudos referentes à América do Norte, além da Espanha e da China que detiveram 15,9% (n=11) e 8,7% (n=6) dos trabalhos, respectivamente. O único estudo recuperado proveniente do Brasil foi uma legislação. É importante ressaltar que nove dos 14 estudos originários dos Estados Unidos foram publicações da *OMA of AOAC INTERNATIONAL* que tiveram o Editor desta publicação como primeiro autor, o que pode ter representado um viés neste resultado.

Tabela 5 – Origem (país e continente) dos estudos (n=69)

Origem	Frequência % (n)
América do Sul	1,4 (1)
Brasil	1,4 (1)
América do Norte	20,3 (14)
EUA	20,3 (14)
Europa	55,1 (38)
Alemanha	2,9 (2)
Áustria	4,3 (3)
Espanha	15,9 (11)
França	5,8 (4)
Holanda	1,4 (1)
Hungria	1,4 (1)
Itália	5,8 (4)
Polônia	5,8 (4)
Reino Unido	1,4 (1)
República Tcheca	4,3 (3)
Suécia	1,4 (1)
Suíça	4,3 (3)
África	1,4 (1)
Nigéria	1,4 (1)
Ásia	20,3 (14)
Arábia Saudita	1,4 (1)
China	8,7 (6)
Índia	2,9 (2)
Japão	4,3 (3)
Sri Lanka	1,4 (1)
Turquia	1,4 (1)
Oceania	1,4 (1)
Austrália	1,4 (1)
Total	69 (100,0)

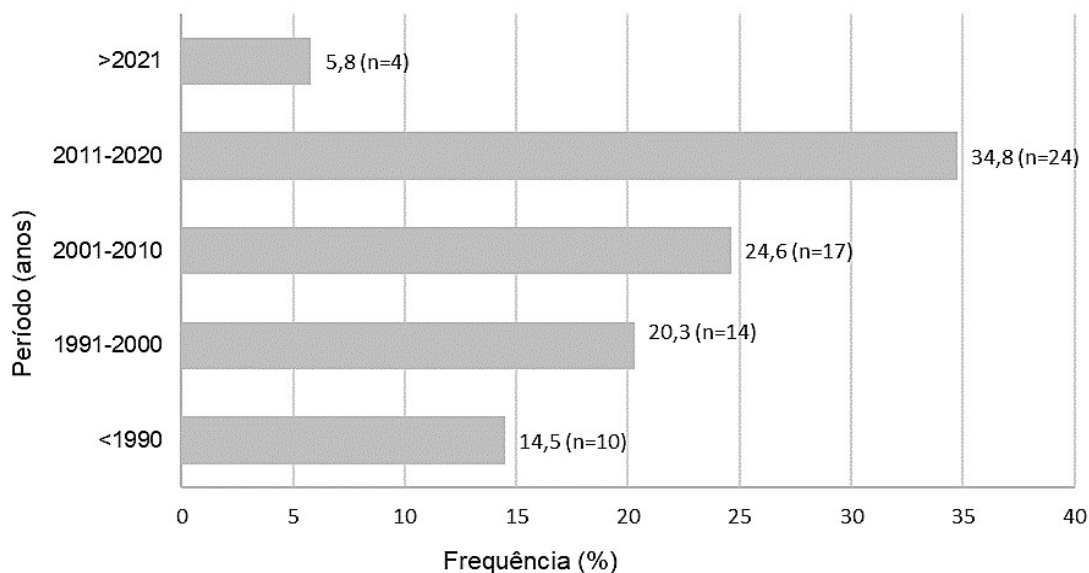
Fonte: dados da pesquisa

Os estudos foram majoritariamente escritos em língua inglesa, com uma frequência de 94,2% (n=65). As demais línguas empregadas foram portuguesa, espanhola, francesa e polonesa, cada uma delas com prevalência de 1,4% (n=1).

Os estudos incluídos foram publicados desde 1925 até 2023. Observou-se um perfil de crescimento no número de estudos por década, culminando na maior frequência entre os anos de 2011 e 2020. Este período apresentou uma média de 2,4

estudos/ano. No período correspondente a 2021 até fevereiro de 2023 foram publicados quatro estudos, sendo a média do período de 1,8 estudos/ano (**Gráfico 1**).

Gráfico 1 – Frequência de estudos publicados por período (n=69)



Fonte: dados da pesquisa

Com relação à existência de conflito de interesse, não houve declaração explícita em nenhum dos 69 estudos incluídos. Em 56,5% (n=39) dos estudos os pesquisadores não identificaram nenhuma evidência que sugerisse conflito, em 39,1% (n=27) não havia dados que permitissem tal avaliação e em 4,3% (n=3) foram identificados possíveis conflitos devido ao financiamento das pesquisas pela indústria alimentícia ou por fabricante de equipamentos de laboratório.

A maioria dos estudos incluídos (60,9%, n=42) tinha como objetivo a aplicação do método; enquanto 29,0% (n=20) se dedicaram à comparação de método, técnica ou detector; 14,5% (n=10) eram métodos oficiais publicados por normalizadores ou órgãos de regulamentação e 13,0% (n=9) à validação de métodos. Ainda, 5,8% (n=4) estudos realizaram tanto a aplicação quanto a comparação e 11,6% (n=8) a aplicação e a validação.

Entre os 42 estudos que tinham como objetivo a aplicação do método, 30 descreveram o número de amostras analisadas, que variou entre uma e 91. Destes, 21 descreveram o número de replicatas analisadas, que variou entre uma e cinco.

Foram considerados métodos qualitativos aqueles que detectaram ou identificaram uma substância, ou grupo de substâncias, com base nas suas propriedades químicas, biológicas ou físicas; enquanto os métodos quantitativos foram aqueles que determinaram a quantidade de uma substância e houve a expressão de um resultado com valor numérico acompanhado da unidade de medida apropriada (European Commission, 2022).

Para este trabalho, foi adaptada a definição proposta por CECCHI (2003) para métodos convencionais e instrumentais. Considerou-se como métodos convencionais aqueles que determinaram o(s) analito(s) por meio de técnicas de medição direta, sem a construção de curva de calibração, e que não utilizaram equipamentos sofisticados. Tais métodos foram representados pela titulometria, gravimetria, polarimetria, refratometria e cromatografia em camada delgada (CCD) qualitativa. Em oposição, os métodos instrumentais foram os que determinaram o(s) analito(s) pelo emprego de técnicas de medição indireta, com a construção de curva de calibração, e que utilizam equipamentos mais sofisticados, como a CLAE e a CG com diferentes detectores e a espectroscopia no infravermelho.

Os métodos normalizados são os desenvolvidos por organismos de normalização ou organizações cujos métodos são aceitos pelo setor técnico (BRASIL, 2019b). Métodos oficiais foram aqueles publicados por órgãos regulamentadores, como o MAPA.

Entre os 101 métodos identificados, apenas um trouxe uma abordagem qualitativa, ou seja, objetivou a detecção de açúcares. Todos os outros métodos tinham o propósito de quantificar os açúcares, individualmente ou em grupos. Observou-se ainda a presença de métodos convencionais e instrumentais, normalizados/oficiais e não normalizados/oficiais, com destaque para os métodos instrumentais e não normalizados/oficiais (**Tabela 6**).

Tabela 6 – Características dos métodos (n=101)

Característica do método	Frequência % (n)
Qualitativo	1,0 (1)
Quantitativo	99,0 (100)
Convencional	16,8 (17)
Instrumental	83,2 (84)

Característica do método	Frequência % (n)
Normalizado/oficiais	15,8 (16)
Não normalizado/oficiais	84,2 (85)

Fonte: dados da pesquisa

5.5 Matrizes

As matrizes, definidas nos critérios de inclusão e presentes na estratégia de busca, observadas nos métodos incluídos foram suco, refrigerante, energético, chá, bebida não alcoólica, bebida láctea e néctar. Em alguns estudos incluídos na RS, identificou-se outras matrizes, como leite, leite em pó, fórmula infantil, mel, vinho, cerveja, margarina, no entanto elas não foram computadas.

Os métodos incluídos apresentaram entre uma e quatro matrizes de interesse, sendo que em 76,2% (n=77) dos estudos foi analisada apenas uma matriz, em 17,8% (n=18), foram envolvidas duas matrizes, em 2,0% (n=2), três matrizes, e em 4,0% (n=4), quatro matrizes. No **Gráfico 2** estão apresentadas as matrizes analisadas e respectivas frequências nos estudos incluídos.

Os sucos foram analisados em 55,4% (n=56) dos métodos e os refrigerantes em 36,6% (n=37). Essas matrizes identificadas como mais frequentes coincidem com as bebidas não alcoólicas adoçadas mais consumidas no Brasil. A aquisição *per capita* anual no período de 2017-2018, no Brasil, para todos os tipos de refrigerantes, foi de 13,796 kg, enquanto a de suco de fruta envasado, 2,050 kg (BRASIL, 2018a).

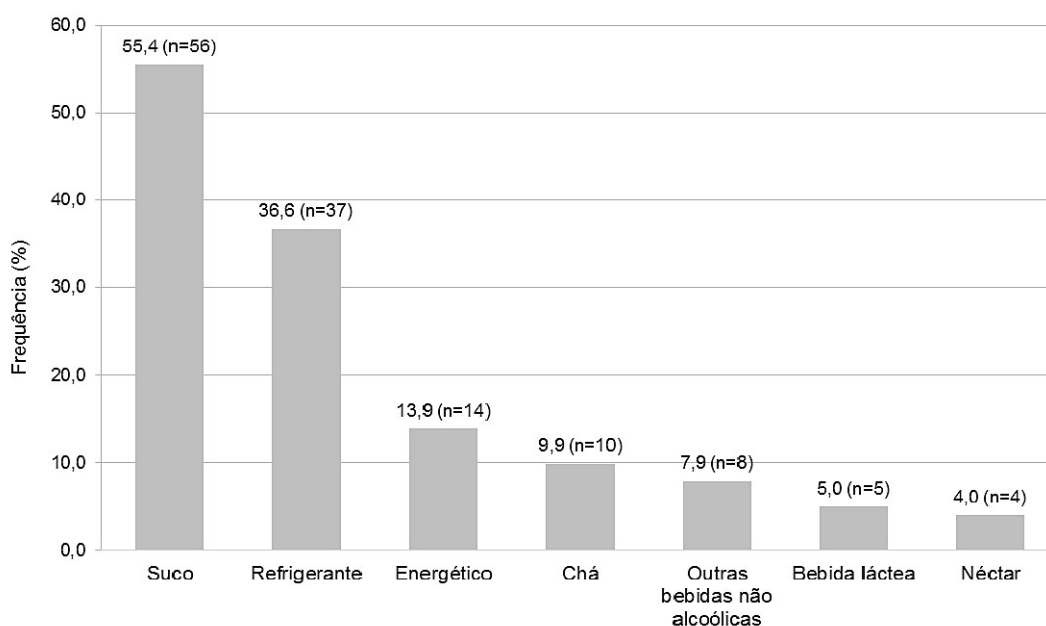
Uma justificativa para a maior representação dos sucos nos métodos incluídos pode ser decorrente do fato dos sucos serem mais susceptíveis às adulterações, devido à sua composição química e à ampla variação natural das frutas (MIAW, 2018), e assim serem alvo de maior interesse de pesquisa.

As quatro matrizes prevalentes nos métodos, suco, refrigerante, energético e chá, foram também as que apresentaram, no país, os maiores aumentos no volume de produção em 2021, comparado a 2020, sendo 4,7%, 2,9%, 22,7% e 10,5%, respectivamente (ABIR, 2022).

Mundialmente, as bebidas adoçadas mais consumidas, também concordam com os dados encontrados. Os refrigerantes, sucos de fruta e energéticos, são as bebidas adoçadas mais consumidas (ALFARIS, 2022; SINGH, 2015). Cabe destacar que não foi possível avaliar nos estudos incluídos se o que os autores declararam como suco

atende a definição de suco da legislação brasileira. Também que, quando os autores declararam que a matriz era composta por suco integral, o mesmo não foi computado neste trabalho, pois suco integral não pode ser adoçado, não cumprindo os critérios de inclusão definidos.

Gráfico 2 – Frequência das matrizes analisadas nos métodos identificados



Fonte: dados da pesquisa

Na **Figura 6** apresentamos um panorama temporal das matrizes analisadas.

Figura 6 – Frequência das matrizes analisadas nos métodos identificados, por período

MATRIZ	PERÍODO						
	<1970	1971-1980	1981-1990	1991-2000	2001-2010	2011-2020	>2021
BEBIDA LÁCTEA (n=5)						2	3
BEBIDA NÃO ALCOÓLICAS (n=8)	3	1			4		
CHÁ (n=10)				3	1	6	
ENERGÉTICO (n=14)				3	1	8	2
NÉCTAR (n=4)						4	
REFRIGERANTE (n=37)			3	14	9	11	
SUCO (n=56)	4	2		16	21	11	2

Fonte: dados da pesquisa

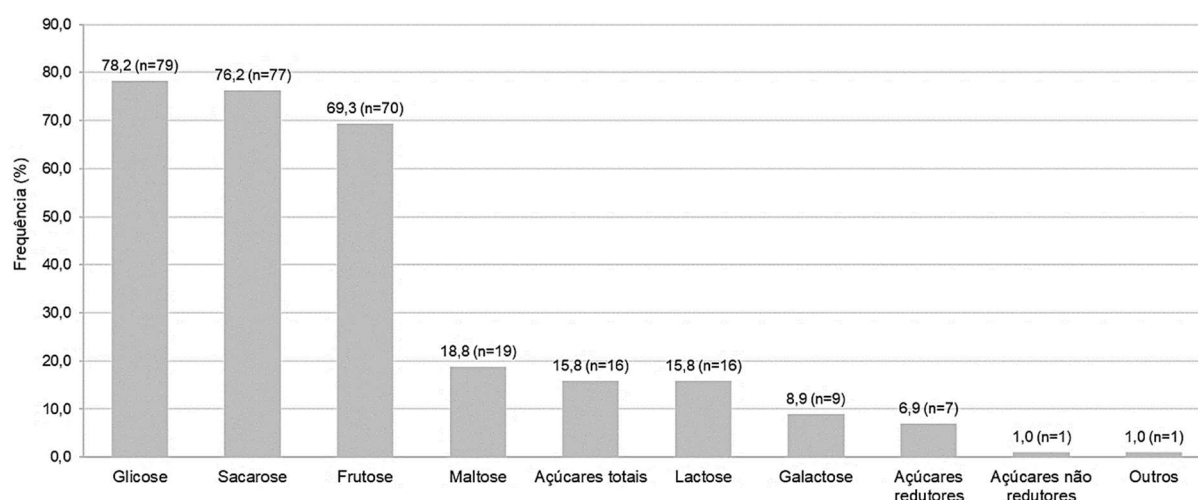
Os sucos e as bebidas não alcoólicas, que representaram as demais matrizes, foram relatados em estudos anteriores a década de 1970, sendo que os sucos continuaram presentes nos estudos das demais décadas. Os refrigerantes começaram a ser alvo de interesse de pesquisas para a determinação de açúcares na década de 1980, enquanto os chás e energéticos foram investigados a partir da década de 1990. Bebidas lácteas e néctares são citados a partir da década de 2010.

A temporalidade da citação de tais bebidas como matrizes para a determinação de açúcares provavelmente está relacionada com o seu desenvolvimento tecnológico, bem como com os perfis de consumo pela população.

5.6 Analitos

Os analitos, definidos nos critérios de inclusão e presentes na estratégia de busca foram sacarose, frutose, galactose, glicose, lactose e maltose e açúcares totais, redutores e não redutores. Os açúcares não redutores foram relatados apenas uma vez entre os métodos incluídos, sendo proveniente da legislação brasileira, e não foram relatados como analitos nos métodos incluídos provenientes de artigos, provavelmente porque a estratégia de análise de açúcares totais e redutores leva a estimativa dos açúcares não redutores por cálculo da diferença. 43,5% (n=30) dos estudos incluídos envolveram analitos além dos açúcares de interesse, com o objetivo de desenvolver métodos de análise simultâneos, detecção de fraudes, entre outros, no entanto esses não foram considerados.

No **Gráfico 3** estão apresentados os analitos pesquisados nos métodos incluídos e respectivas frequências.

Gráfico 3 – Frequência dos analitos determinados nos métodos identificados

Fonte: dados da pesquisa

Glicose, sacarose e frutose foram os analitos prevalentes, com frequências acima de 69%; maltose, açúcares totais e lactose estiveram presentes em cerca de 15% dos métodos; galactose foi pesquisada em 8,9% e açúcares redutores, em 6,9%. Destaca-se que em um dos métodos da legislação brasileira foi descrita a possibilidade de análise qualitativa por CCD de glicose, frutose, sacarose, maltose e outros açúcares. Neste caso os analitos que foram nominalmente especificados foram computados, mas também foi criada a categoria “outros”, que representou 1,0% dos métodos.

Na **Figura 7** apresentamos um panorama temporal dos açúcares analisados.

Figura 7 –Frequência de analitos determinados nos métodos identificados por período

AÇÚCAR	PERÍODO						
	<1970	1971-1980	1981-1990	1991-2000	2001-2010	2011-2020	>2021
AÇÚCARES NÃO REDUTORES (n=1)					1		
AÇÚCARES REDUTORES (n=7)	2				1	3	1
AÇÚCARES TOTAIS (n=16)		1		1	2	10	2
FRUTOSE (n=70)		1	3	20	23	19	4
GALACTOSE (n=9)					2	4	3
GLICOSE (n=79)	1	2	3	22	27	20	4
LACTOSE (n=16)				4	4	4	4
MALTOSE (n=19)				6	4	5	4
OUTROS (n=1)					1		
SACAROSE (n=77)	4	1	3	22	23	21	3

Fonte: dados da pesquisa

Os analitos sacarose e glicose são citados em estudos anteriores a década de 1970, enquanto a frutose começa a ser citada na década de 1970. Os três analitos são citados por todo o período em que foram resgatados estudos sobre a determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas e também são os que apresentaram o maior número de estudos.

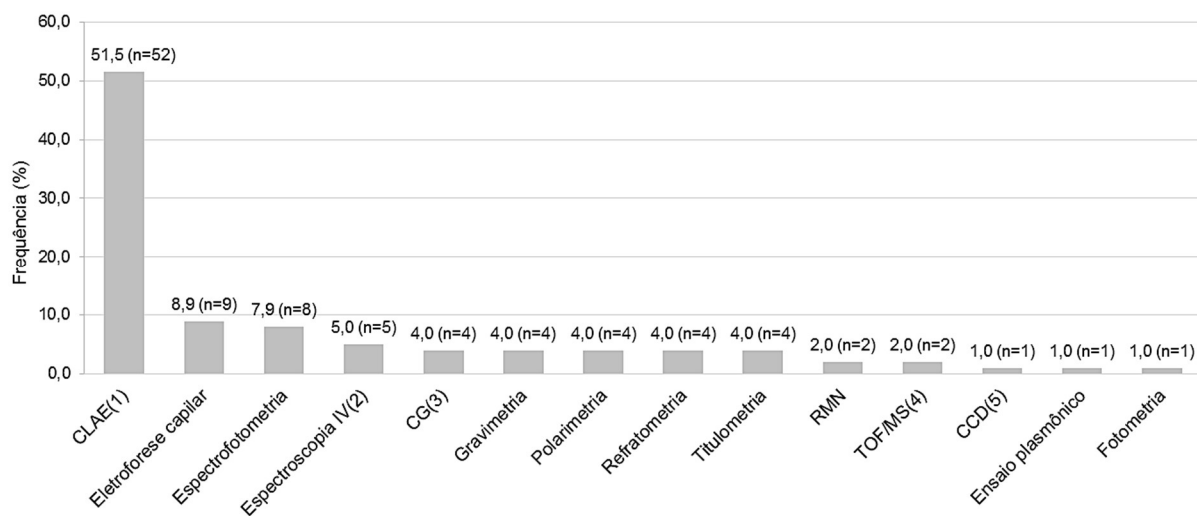
As produções envolvendo outros açúcares foram mais recentes, sendo evidenciados métodos para determinação de galactose na década de 2000 e de lactose e maltose na década de 1990.

5.7 Técnicas

As técnicas, definidas nos critérios de inclusão e na estratégia de busca foram físico-químicas, titulométricas, espectrofotométricas, cromatográficas e refratométricas.

No **Gráfico 4** estão relacionadas as técnicas identificadas nos métodos incluídos e respectivas frequências. A técnica mais utilizada foi a CLAE, reportada em 51,5% (n=52) dos métodos descritos.

**Gráfico 4 – Frequência das técnicas utilizadas nos métodos identificados
(n=101)**



Fonte: dados da pesquisa.

Legenda: (1)cromatografia líquida de alta eficiência; (2) infravermelho; (3)cromatografia gasosa; (4)espectrometria de massas time-of-light; (5) cromatografia em camada delgada.

Após a *Call for Methods* da AOAC, em maio de 2018, foram publicados quatro estudos que descreveram métodos para a análise dos seis açúcares de interesse (frutose, galactose, glicose, lactose, maltose, sacarose), sendo três por CLAE e um por RMN. No estudo que traz o método por RMN, estão descritos outros dois métodos que são complementares para cobrirem a determinação dos seis açúcares de interesse. É previsto o uso de duas colunas cromatográficas com resina de troca aniônica, uma com 250 mm de comprimento, para análise de lactose e maltose, e outra com 150 mm, para frutose, galactose, glicose e sacarose. Nos demais, a determinação foi realizada com uma única corrida cromatográfica.

Apenas o estudo *Sugar Profile Method by High-Performance Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection in Food, Dietary Supplements, Pet Food, and Animal Feeds: First Action 2018.16* se trata de uma resposta a *Call for Methods* da AOAC. O estudo foi publicado no *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, como *First Action* (primeira ação), compreendendo uma das etapas da publicação dos métodos oficiais. Em julho de 2022, teve o seu status recomendado para *Final Action* (ação final) pelo painel de experts da AOAC. Na publicação da 22ª edição do OMA AOAC INTERNATIONAL, ocorrida em 07/02/2023, foi publicado como um método oficial, o 44.1.31 *Sugar Profile in Food, Dietary Supplements, Pet Food, and*

Animal Feeds: High-Performance Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection.

Na legislação brasileira, encontramos três técnicas quantitativas, CLAE, titulometria e refratometria. A CLAE é utilizada na quantificação de glicose e sacarose, a titulometria, para açúcares redutores, totais e não redutores, e a refratometria, para sacarose (BRASIL, 2005a). Dessas, apenas a titulometria atende à demanda de quantificação de açúcares totais, prevista na nova legislação de rotulagem nutricional. Nenhuma das técnicas previstas na legislação brasileira atende as necessidades de quantificação de açúcares individuais, como a galactose em produtos lácteos com a alegação de não conter lactose.

De acordo com KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK (2022), a CLAE tem sido considerada a técnica mais eficaz nas análises de açúcares, quer seja utilizada com abordagens quantitativa ou qualitativa, sendo recomendada pela AOAC International para a análise de rotina de carboidratos. No entanto, existem algumas dificuldades na análise laboratorial dos açúcares por CLAE. Os monossacarídeos, frutose, galactose e glicose, têm propriedades químicas muito semelhantes e existem na forma de isômeros, dificultando sua separação e detecção simultânea. Além de não possuírem carga nem grupo cromóforo ou fluoróforo, não absorvendo nos comprimentos de onda UV e visível, inviabilizando o uso direto de alguns detectores comumente usados na CLAE, como o ultravioleta (UV), o de arranjo de diodos (DAD) e de fluorescência (KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK, 2022).

A eletroforese é comumente utilizada na análise de açúcares, apresentando menor tempo de análise e à baixa geração de resíduos químicos, em relação a outras técnicas analíticas. Também permite a análise simultânea de compostos com características diferentes ou de diferentes classes (SCHULZ *et al*, 2021). Geralmente, este método não oferece vantagem sobre os métodos por CLAE para análise de carboidratos (NIELSEN, 2010). Todos os estudos incluídos envolvendo eletroforese analisaram apenas açúcares.

É bastante comum o uso da espectrofotometria UV/UV-VIS nas análises de alimentos de forma geral. Para a análise dos carboidratos há a necessidade de

derivatização no preparo da amostra, pois os mesmos não possuem grupo cromóforo (NIELSEN, 2010; KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK, 2022).

A espectroscopia IV é muito utilizada na indústria alimentícia para a determinação de carboidratos em ingredientes, alimentos *in natura* ou prontos para consumo, como as bebidas. Sua utilização requer um tempo de preparo de amostra relativamente curto, além de ser um tipo de ensaio de baixo custo e não destrutivo do conteúdo de monossacarídeos na amostra (NIELSEN, 2010; KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK, 2022).

A CG, quando comparada a CLAE, possui melhores propriedades de separação, no entanto, como os açúcares são não voláteis e instáveis termicamente, é necessária a realização da derivatização no preparo da amostra. A derivatização é considerada como a principal desvantagem da CG quando aplicada a esse escopo, pois pode ser demorada e trabalhosa (COLLINS, 2006; NIELSEN, 2010; KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK, 2022). Assim, justificando a presença da CG em apenas 4,0% (n=4) dos métodos incluídos.

O conceito de química verde, introduzido por ANASTAS (1998), incluiu diversos pontos a serem considerados nas análises químicas, como a necessidade do uso de solventes mais seguros, ou a eliminação do uso de solventes, a redução do uso de reagentes, a análise em tempo real, entre outros. Dentro da química verde há um ramo que se preocupa com os diferentes aspectos da análise química, sendo eles as técnicas de preparo de amostras, de separação e de medição. Alguns aspectos considerados pela química analítica verde, além dos já citados, são a redução da escala dos aparelhos (miniaturização), o uso de técnicas de medição direta e a adaptação de técnicas tradicionais (PŁOTKA, 2013).

Dentre os métodos incluídos na presente RS, alguns utilizaram técnicas que atenderam aos critérios da química verde, como a refratometria, a espectroscopia IV e a CLAE. A espectroscopia IV e a refratometria são técnicas que utilizaram a medição direta e preparo da amostra simplificado, envolvendo filtração, degaseificação e diluição.

Na CLAE, 35 dos 52 métodos incluídos atenderam aos conceitos de utilização de solventes mais seguros, usando fases móveis aquosas; nove dos 52 métodos

tiveram preparo da amostra simplificado, com técnicas como filtração, degaseificação e diluição.

Na **Figura 8** apresentamos um panorama temporal dos métodos identificados para a realização dos ensaios em açúcares.

Figura 8 - Frequência das técnicas utilizadas nos métodos identificados por período (n=101)

TÉCNICA	PERÍODO						
	<1970	1971-1980	1981-1990	1991-2000	2001-2010	2011-2020	>2021
CCD (n=1)					1		
CG (n=4)		1	1	2			
CLAE (n=52)				16	15	17	4
ELETRÓFORESE CAPILAR (n=9)				2	6	1	
ENSAIO PLASMÔNICO (n=1)						1	
ESPECTROFOTOMETRIA (n=8)		1	2	1	1	3	
ESPECTROSCOPIA IV (n=5)				1	3	1	
FOTOMETRIA (n=1)					1		
GRAVIMETRIA (n=4)	4						
POLARIMETRIA (n=4)	4						
REFRATOMETRIA (n=4)			1		1	1	1
RMN (n=2)						1	1
TITULOMETRIA (n=4)					1	2	1
TOF/MS (n=2)					1	1	

Fonte: dados da pesquisa.

As publicações que utilizaram técnicas gravimétricas (n=4) e polarimétricas (n=4) foram anteriores a década de 1970, sendo todas métodos oficiais da AOAC. Todas as publicações que envolveram a técnica gravimétrica corresponderam ao método químico de redução do cobre, proposto por Munson-Walker. Já os métodos polarimétricos foram todos encontrados em métodos AOAC, publicados em 1925 e 1950.

A técnica refratométrica foi reportada em quatro publicações desde a década de 1980, sendo duas vezes em métodos oficiais (AOAC e legislação brasileira), uma em estudo de comparação com outro método e outra em uma publicação que propôs a quantificação simultânea de sacarose e amarelo crepúsculo em amostras de refrigerante.

A CLAE, a eletroforese e a espectroscopia IV começaram a ser reportadas em estudos a partir da década de 1990. A CLAE foi reportada em dois métodos oficiais (AOAC e legislação brasileira), já a eletroforese e a espectroscopia IV foram previstas apenas em artigos científicos.

A Instrução Normativa Nº 24, de 08 de setembro de 2005, revogou a Portaria nº 076, de 27 de novembro de 1986, no entanto manteve a técnica de CCD qualitativa para detecção de açúcares (BRASIL, 1986; 2005a). Isso chama a atenção, pois a CCD é uma técnica simples e que permite a detecção de componentes de mistura complexas (WILSON & POOLE, 2023), mas obsoleta no contexto das análises de rotina de alimentos. Na legislação é prevista a etapa de revelação, que é a derivatização, pois os açúcares não possuem grupos cromóforos para a absorção ou detecção de fluorescência (BRASIL, 2005a; WILSON & POOLE, 2023), tornando esta análise bastante trabalhosa.

Os quatro métodos que envolveram a titulometria foram publicados em datas posteriores ao ano 2000, sendo todos eles realizados pelo método químico de redução do cobre, proposto por Lane Eynon. Um deles é uma a legislação brasileira e os outros três utilizaram o método de Lane Eynon como referência para comparação com algum outro método.

A espectrofotometria, reportada inicialmente em um estudo de 1978, foi reportada também em publicações atuais.

5.8 Detectores

Para as técnicas que permitiram o emprego de diferentes detectores, foram avaliados os detectores utilizados (**Tabela 7**). Nos métodos que utilizaram a técnica CLAE, os detectores por índice de refração e amperométrico foram os prevalentes, com frequências de 28,8% (n=15) e 19,2% (n=10), respectivamente.

Tabela 7 – Frequências de detectores utilizados por técnica (n=80)

Técnica/detectores	Frequência % (n)
CG (cromatografia gasosa)	(n=4)
FID (ionização de chama)	100,0 (4)
CLAE (cromatografia líquida de alta eficiência)	(n=52)
CAD (detector de aerossóis carregados)	3,8 (2)
DAD (detector de arranjo de diodos)	5,8 (3)

Técnica/detectores	Frequência % (n)
ELSD (detector de espalhamento de luz evaporativo)	9,6 (5)
Fluorescência	3,8 (2)
FTIR (infravermelho por transformada de Fourier)	1,9 (1)
ICP-AES (espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado indutivamente)	7,7 (4)
mid-IR EC-QLC (infravermelho médio (mid-IR) laser de cascata quântica - cavidade externa (EC-QLC))	1,9 (1)
MS (espectrometria de massa)	7,7 (4)
PAD (detector de amperometria pulsada)	19,2 (10)
RI (índice de refração)	28,8 (15)
RI (índice de refração) + UV (ultravioleta)	3,8 (2)
UV (ultravioleta)	3,8 (2)
Não relatou	1,9 (1)
Eletoforese capilar	(n=9)
Amperométrico	11,1 (1)
Conduvímetero	11,1 (1)
DAD (detector de arranjo de diodos)	11,1 (1)
Espectrofotométrico	44,4 (4)
Fluorescência	11,1 (1)
FTIR (infravermelho por transformada de Fourier)	11,1 (1)
Ensaio plasmônico	(n=1)
Espectrofotométrico	100,0 (1)
Espectrofotometria	(n=8)
Espectrofotométrico	100,0 (8)
Espectroscopia IV (infravermelho)	(n=5)
FTIR (infravermelho por transformada de Fourier)	100,0 (5)

Fonte: dados da pesquisa

Historicamente, o detector PAD é o mais difundido para a análise de carboidratos por CLAE em extratos de plantas. Já o detector RI foi amplamente utilizado para a análise de carboidratos antes do desenvolvimento dos detectores PAD, mas ainda é muito utilizado quando se trata da análise de açúcares, principalmente devido a razões econômicas (NIELSEN, 2010; RAESSLER, 2011).

O detector RI mede as alterações no índice de refração do eluente causada pelo soluto em relação à célula de referência, podendo ser utilizado para uma ampla gama de carboidratos. Sua principal desvantagem é a sensibilidade à composição do eluente, o que impede a eluição por gradiente. O detector PAD pode ser usado

para detectar todos os carboidratos graças ao seu princípio de funcionamento, que se baseia na oxidação de grupos hidroxila e aldeído, e possui como principal vantagem não prescindir de derivatização pré ou pós coluna (NIELSEN, 2010; RAESSLER, 2011).

5.9 Validação

Os parâmetros de validação buscados nos 100 métodos que adotaram uma abordagem quantitativa foram efeito de matriz, faixa de trabalho, incerteza de medição, limite de detecção, limite de quantificação, linearidade, precisão intermediária, repetibilidade, reprodutibilidade, robustez, seletividade, sensibilidade e veracidade. Em nenhum dos métodos incluídos foram avaliados todos os parâmetros, em 61,0% (n=61) não foi avaliado nenhum parâmetro de validação e em 39,0% (n=39), pelo menos um parâmetro de desempenho foi reportado. O número máximo de parâmetros de validação estudados em um mesmo método foi oito. Nenhum dos estudos incluiu a palavra validação no título.

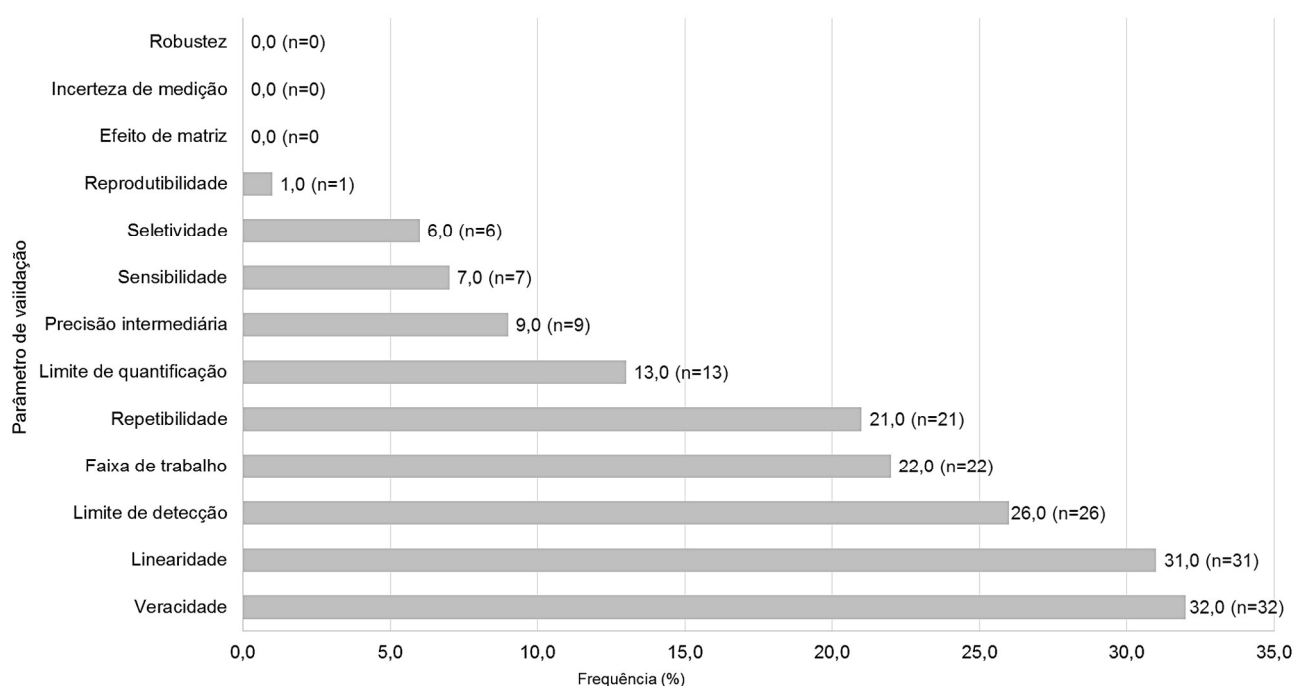
Os parâmetros prevalentes foram veracidade, linearidade e limite de detecção, com frequências de 32,0%, 31,0% e 26,0%, respectivamente. Enquanto os parâmetros robustez, incerteza de medição e efeito de matriz não foram estudados em nenhum método (**Gráfico 5**).

Cumprir destacar que o parâmetro foi computado como avaliado apenas quando o autor relatou o seu estudo. Por exemplo, não foi considerado estudo de precisão sob condição de repetibilidade nos trabalhos que realizaram análise de amostras adicionadas de padrão em replicatas para estimar recuperação média, mas que não reportaram os desvios destas medidas. Estudos que estimaram a curva de calibração no contexto da linearidade, ou seja, que tinham a estimativa da inclinação, mas não citaram o parâmetro sensibilidade, este não foi computado.

Avalia-se que a ausência do estudo de alguns parâmetros de validação se deve as suas características. A robustez, resistência à mudança nos resultados de um método analítico quando ocorrem pequenos desvios nas condições experimentais, é geralmente estudada na otimização ou desenvolvimento do método, não sendo considerada dentro do processo de validação (ICH, 2022; SOUZA, 2007; THOMPSON, ELLINSON & WOOD, 2002). A incerteza de medição, parâmetro que caracteriza a dispersão dos resultados, é frequentemente avaliada após a validação

e não está prevista em alguns guias de validação (SOUZA, 2007; VIM, 2012). Já o estudo do efeito de matriz, que é a avaliação de uma possível interferência que a matriz pode causar nos resultados, é fundamental para métodos que utilizam curva de calibração e trabalham com matrizes complexas, como os alimentos, no entanto é uma das fontes de erro menos reconhecidas (BELO *et al*, 2017; THOMPSON, ELLINSON & WOOD, 2002).

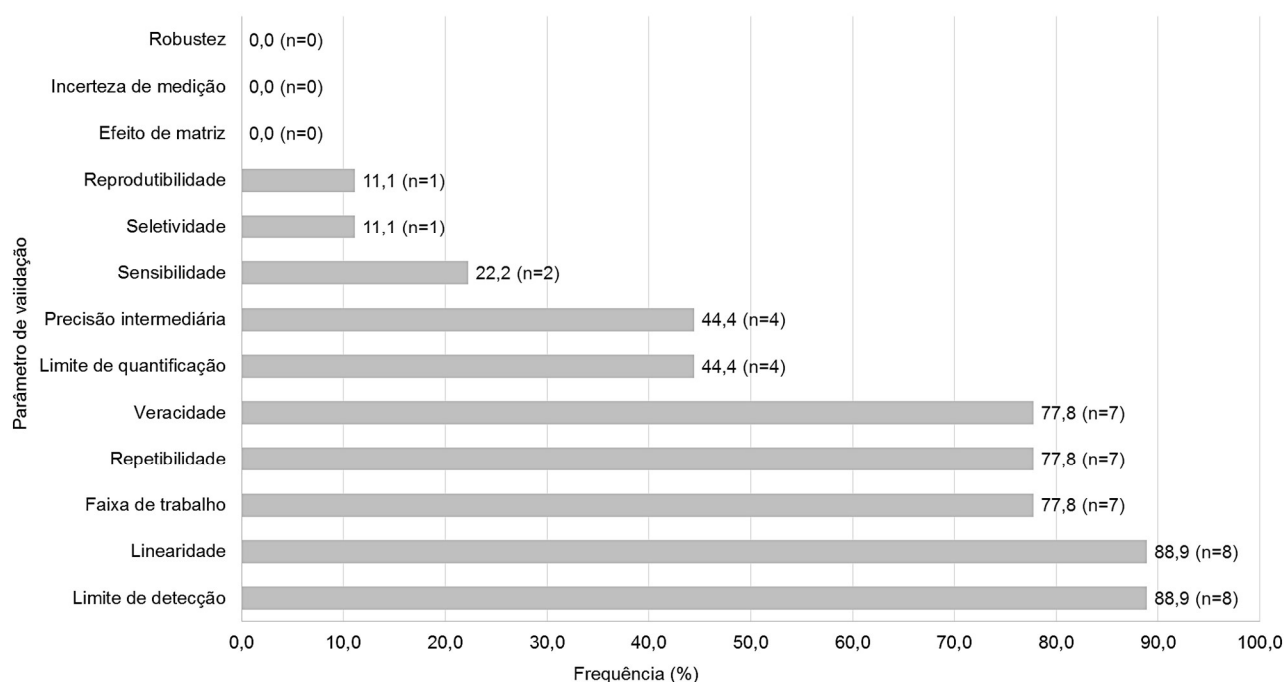
Gráfico 5 – Parâmetros de validação nos métodos quantitativos identificados (n=100)



Fonte: dados da pesquisa.

Os dados de validação foram analisados separadamente para os nove estudos que tinham como objetivo validar o método. Em nenhum foi avaliado todos os parâmetros e o número máximo de parâmetros estudados, em um mesmo método, foi oito. Os parâmetros prevalentes foram limite de detecção e linearidade, com frequências de 88,9% (n=8), em ambos. Enquanto os parâmetros robustez, incerteza de medição e efeito de matriz não foram estudados em nenhum método (**Gráfico 6**).

Gráfico 6 – Parâmetros de validação nos métodos com o objetivo de validação (n=9)



Fonte: dados da pesquisa.

Havia a intenção de realizar um levantamento sobre os dados de validação para métodos que utilizam uma abordagem qualitativa. No entanto, foi incluído apenas um método que utilizou tal abordagem, e este não apresentou nenhuma informação sobre a validação.

5.10 Cromatografia

Considerando a cromatografia como a técnica prevalente, responsável por 56 dos 101 métodos incluídos (CLAE: n=52; CG: n=4), realizou-se a investigação de alguns parâmetros apenas dentro desta técnica de ensaio.

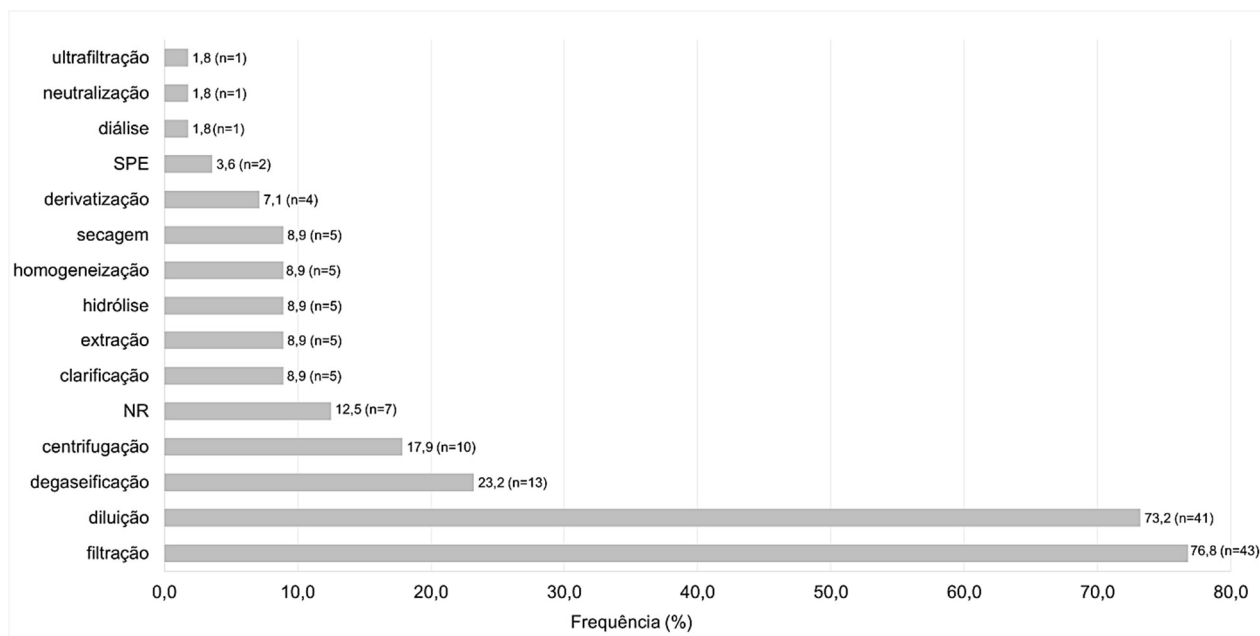
5.10.a) Preparo da amostra

O preparo da amostra é uma das etapas mais importantes para a realização de análises químicas. Esta etapa é responsável por cerca de 30% dos erros experimentais e consome cerca de 60% do tempo gasto em uma análise. Independente da técnica analítica utilizada, o preparo deve ser bem delineado, visando garantir um resultado de qualidade (CÂMARA, 2022).

Entre os métodos que utilizaram a cromatografia, 12,5% (n=7) não relataram a técnica de preparo das amostras utilizadas. A filtração foi a técnica de preparo

prevalente, 76,8% (n=43), seguida pela diluição, 73,2% (n=41), degaseificação, 23,2% (n=13), e centrifugação, 17,9% (n=10) (**Gráfico 7**).

Gráfico 7 – Técnicas para preparo da amostra nos métodos por cromatografia (n=56)



Fonte: dados da pesquisa.

A filtração e a centrifugação são empregadas com o objetivo de remoção de partículas, o que é importante para a realização de análises por cromatografia, pois permite eliminar substâncias insolúveis que podem bloquear as colunas (KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK, 2022). A degaseificação foi prevista em estudos que continham alguma bebida gaseificada entre as matrizes analisadas. Já a diluição é realizada com a finalidade de que a amostra a ser analisada atenda a faixa de trabalho do método. Assim, podemos considerar que as quatro técnicas de preparo de amostra mais utilizadas para o escopo avaliado são matriz dependentes, ou seja, estão relacionadas às características das matrizes analisadas.

Os quatro métodos que utilizaram a CG realizaram a derivatização como etapa de preparo da amostra a ser analisada e em todos foi utilizado algum derivado de alquililil como reagente de derivatização. A CG é utilizada para a análise de gases e de substâncias voláteis e termicamente estáveis, sendo assim, quando se analisa substâncias que não cumprem tais requisitos, como os açúcares, é necessária a derivatização (COLLINS, 2006). Dessa forma, vê-se que a

derivatização é uma técnica de preparo de amostra analito dependente, ou seja, está relacionada à característica do analito analisado.

Após a etapa de preparo das amostras, os volumes de extrato purificado utilizados para a realização das análises variaram de 0,2 µL a 100 µL.

5.10.b) Coluna cromatográfica

Os monossacarídeos podem ser separados com base nas diferenças de carga elétrica (troca catiônica, troca aniônica ou exclusão iônica) ou polaridade (fase normal ou reversa) (KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK, 2022). Assim, a coluna cromatográfica deve ser escolhida considerando as características do que se pretende separar.

A maioria dos métodos por CLAE, 73,1% (n=38) utilizou coluna com o mecanismo de separação por exclusão iônica, sendo que desses, 28,8% (n=15) declararam utilizar a troca aniônica e 13,5% (n=7) a troca catiônica (**Tabela 8**).

Tabela 8 – Frequências de tipo de coluna cromatográfica utilizada em CLAE (n=52)

Tipo de coluna	Frequência % (n)
Adsorção	1,9 (1)
Exclusão iônica	73,1 (38)
Fase ligada (normal)	15,4 (8)
Fase ligada (reversa)	3,8 (2)
Não relatou	5,8 (3)

Fonte: dados da pesquisa

As matrizes alimentares são complexas, o que torna comum o uso de colunas de guarda ou pré colunas. A coluna de guarda é instalada antes da coluna de separação, promovendo proteção e maior durabilidade. Por ser constituída pela mesma fase estacionária, ou similar, da coluna de separação, previne a contaminação por impurezas (COLLINS, 2006). Foi verificado nos métodos por CLAE o uso da coluna de guarda em 42,3% (n=22).

Nos quatro métodos por CG foi especificado o tamanho da coluna utilizada, sendo que em dois o material de composição da coluna foi sílica e seu derivados. Duas colunas são classificadas do tipo não polar e para as outras não foi possível a classificação.

5.10.c) Fase móvel

Quando consideramos a CLAE, a composição da fase móvel está diretamente relacionada ao processo de separação das substâncias, na maioria das situações, além de exercer a função de arraste dos componentes pela coluna cromatográfica. A fase móvel é, frequentemente, escolhida de forma empírica durante o desenvolvimento do método, considerando os analitos que se deseja separar e a coluna a ser utilizada (COLLINS, 2006).

Entre os 52 métodos que utilizaram a CLAE, 88,5% (n=46) utilizaram fase móvel aquosa. Foi encontrado como composição da fase móvel apenas água, água com algum composto ácido, água com algum composto básico, água com acetonitrila e ainda água com metanol. As duas fases móvel não aquosa encontradas eram compostas por acetonitrila e ácido sulfúrico, considerada como ácida, e acetonitrila e clorofórmio. Quatro métodos não relataram a fase móvel utilizada (**Tabela 9**).

Tabela 9 – Frequências de tipo de fase móvel utilizada em CLAE (n=52)

Fase móvel	Frequência % (n)
Ácida	19,2 (10)
Acetonitrila e água	19,2 (10)
Acetonitrila e clorofórmio	1,9 (1)
Água	26,9 (14)
Água e metanol	1,9 (1)
Básico	23,1 (12)
Não relatou	7,7 (4)

Fonte: dados da pesquisa

É importante observar que a utilização de fases móvel aquosas vai de encontro com os princípios da química verde, ou seja, representam opções mais sustentáveis aplicadas a análise química (KURZYNA-SZKLAREK, CYBULSKA & ZDUNEK, 2022).

O fluxo da fase móvel variou entre 0,15 e 3,0 ml/min. Com relação a concentração dos componentes da fase móvel, 21,2% (n=11) dos métodos utilizaram eluição com gradiente de concentração, ou seja, houve alteração da concentração dos componentes da fase móvel ao longo do período da corrida, 71,2% (n=37) fizeram eluição isocrática, em outros termos, sem alteração da concentração dos componentes da fase móvel, e 7,7% (n=4) não relataram a forma de eluição.

Na CG a fase móvel não participa do processo de separação, pois a mesma é constituída por um gás inerte, ou seja, não há interação entre a amostra e a fase móvel (COLLINS, 2006). O gás hélio foi usado em dois métodos por CG, o nitrogênio em um, e um dos métodos não relatou o gás utilizado.

5.10.d) Padrão interno

82,7% (n=43) dos métodos por CLAE não utilizaram padrão interno. Entre os 17,3% (n=9) que utilizaram, os padrões internos foram alose, arabinose, inositol, utilizados isoladamente, ou frutose, glicose, lactose, maltose e sacarose, utilizados em conjunto de três ou mais. Em dois métodos por CG foi utilizado padrão interno, sendo inositol e turanose, em um, e fenil-b-glicosídeo, em outro.

5.10.e) Curva de calibração

34,6% (n=18) dos métodos por CLAE não citaram a construção da curva de calibração. Entre os 65,4% (n=34) que construíram, os padrões utilizados foram frutose, galactose, glicose, lactose, maltose e sacarose, e correspondem aos açúcares que foram analisados. O método por CG, AOAC 37.1.49 (971.18) *Carbohydrates in Fruit Juices*, recomenda a construção da curva de calibração com os açúcares frutose, glicose e sacarose. Nos outros três métodos por CG não há construção da curva de calibração.

5.10.f) Tempo de corrida

Entre os 52 métodos por CLAE, 36,5% (n=19) não reportaram o tempo de corrida e 63,5% (n=33) reportaram. Entre os que reportaram, o tempo de corrida variou entre oito e 76 minutos (**Tabela 10**).

Tabela 10 – Frequências do tempo de corrida nos métodos por CLAE (n=52)

Analitos	Tempo de corrida (minutos)
Açúcares	8 a 76
Açúcares, ácidos orgânicos	22,5
Açúcares, ácidos orgânicos, álcoois, compostos orgânicos	50
Açúcares, ácidos orgânicos, álcoois, íons inorgânicos	24
Açúcares, ácidos orgânicos, compostos orgânicos	18
Açúcares, açúcares fora do escopo de interesse	20 a 22
Açúcares, açúcares fora do escopo de interesse, polióis	20
Açúcares, açúcares fora do escopo de interesse, polióis, íons inorgânicos	45

Analitos	Tempo de corrida (minutos)
Açúcares, polióis	40
Açúcares, vitaminas, ácidos orgânicos	10

Fonte: dados da pesquisa

De acordo com os dados encontrados, não foi possível relacionar o tempo de corrida com a quantidade ou complexidade dos analitos analisados.

Nenhum dos quatro métodos por CG reportaram o tempo de corrida.

5.10.g) Faixa de trabalho do método

Entre os métodos que utilizaram a cromatografia, 32,1% (n=18) relataram a faixa de trabalho do método, sendo 17 para análise de frutose, 17 para glicose, 13 para sacarose, dois para galactose, dois para lactose e dois para maltose. Não foi reportada a faixa do método para açúcares totais em nenhum dos métodos incluídos (**Tabela 11**).

Foi realizada uma padronização das faixas apresentadas para a concentração em gramas por 100 mililitros (g/100ml), seguindo o recomendado nas RDC N° 429 e IN N° 75 para a rotulagem nutricional (tabela de informação nutricional e rotulagem frontal).

Tabela 11 – Faixa de trabalho dos métodos por CLAE (n=52)

Açúcar	Concentração (g/100ml)	
	Inferior	Superior
Frutose (n=17)	0,000002	10,0
Galactose (n=2)	0,0005	0,1
Glicose (n=17)	0,000002	10,0
Lactose (n=2)	0,00001	0,1
Maltose (n=2)	0,0001	0,1
Sacarose (n=13)	0,000002	10,0
Totais (n=0)	-	-

Fonte: dados da pesquisa

Cumprir destacar que a estimativa de açúcares totais por métodos cromatográficos, para efeito de rotulagem nutricional, poderia ser realizada pelo somatório dos açúcares individuais, desde que seus escopos contemplem todos os mono e

dissacarídeos de interesse em alimentos e que as legislações específicas sejam atualizadas em termos de metodologias analíticas.

As faixas encontradas nos métodos analisados foram adequadas para a aplicação para fins de rotulagem nutricional de açúcares, visto que permitiram a quantificação de açúcares mesmo em baixos teores.

5.10.h) Faixa de resultado das amostras analisadas

Entre os métodos que utilizaram a cromatografia, 57,1% (n=32) relataram a faixa de resultado das amostras analisadas, sendo 27 para análise de frutose, 27 para glicose, 26 para sacarose, nove para açúcares totais, dois para lactose, um para galactose e um para maltose (**Tabela 12**).

Foi realizada uma padronização das faixas apresentadas para a concentração em gramas por 100 mililitros (g/100ml), seguindo o recomendado nas RDC N° 429 e IN N° 75 para a rotulagem nutricional (tabela de informação nutricional e rotulagem frontal).

Tabela 12 – Faixa de concentração das amostras analisadas por CLAE em artigos de aplicação, por analito (n=52)

Açúcar	Concentração (g/100ml)	
	Inferior	Superior
Frutose (n=27)	0,00063	10,2
Galactose (n=1)	-	0,126
Glicose (n=27)	0,00055	8,29
Lactose (n=2)	0,00046	6,27
Maltose (n=1)	-	0,35
Sacarose (n=26)	0,0048	9,78
Totais (n=9)	0,0087	16,0

Fonte: dados da pesquisa

Em 46,9% (n=15) dos 32 métodos que analisaram amostras por cromatografia e reportaram faixa de resultado das amostras analisadas, a concentração de pelo menos um dos açúcares analisados ou de açúcares totais foi maior do que 7,5 g/100 ml. De acordo com as RDC N° 429 e IN N° 75 há necessidade da rotulagem nutricional frontal para açúcares adicionados, quando estiverem acima de 7,5 g por

100 ml do alimento líquido (BRASIL, 2020a; 2020b). No entanto, cumpre destacar que as amostras analisadas não representam produtos fabricados no Brasil e também não podemos afirmar que a totalidade dos açúcares encontrados nelas seja correspondente a açúcares adicionados de acordo com a legislação brasileira.

Já a OMS recomenda que a ingestão de açúcares não ultrapasse 10% do total de calorias ingeridas em um dia, o que equivale a 50 gramas, considerando uma dieta de 2000 calorias (OMS, 2015). Considerando o volume geralmente presente em latas de bebidas adoçadas, 350 ml, em 9,4% (n=3) dos 32 métodos que analisaram amostras por cromatografia e reportaram faixa de resultado das amostras analisadas, a concentração de pelo menos um dos açúcares analisados ou de açúcares totais ultrapassou o valor recomendado.

Assim, esta informação traz um importante alerta sobre a quantidade de açúcares presentes nas bebidas não alcoólicas e torna ainda mais relevante que se possa quantificá-los de forma eficaz e eficiente.

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com a elaboração dessa revisão sistemática, identificou-se métodos que podem ser aplicados à determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas adoçadas. Nos estudos incluídos houve a utilização das técnicas CCD, CG, CLAE, eletroforese capilar, ensaio plasmônico, espectrofotometria, espectroscopia IV, gravimetria, fotometria, polarimetria, refratometria, RMN, titulometria e TOF/MS, sendo a CLAE a técnica mais frequente.

Os analitos frutose, glicose e sacarose foram citados por todo o período estudado e estavam presentes na maioria dos trabalhos publicados. Com relação as matrizes, os sucos foram os mais prevalentes e reportados em estudos anteriores a década de 1970, refrigerantes a partir da década de 1980, chás e energéticos na década de 1990, e bebidas lácteas e néctares partir da década de 2010.

Ao avaliar os resultados das amostras analisadas nos métodos que empregaram a cromatografia, observou-se que a maioria deles (57,1%; n=32) apresentou uma faixa dos resultados estimados para tais amostras. Em cerca da metade desses métodos (46,9%; n=15) foi constatado que a concentração de pelo menos um dos açúcares analisados, ou dos açúcares totais quando estes foram os analitos excedeu 7,5 g/100 ml, o que traria a obrigatoriedade da rotulagem frontal, de acordo com a legislação brasileira. Ainda, houve amostras (9,4%; n=3) cujos teores, em uma porção, excederam a recomendação da OMS para ingestão de açúcares.

A qualidade e a confiabilidade dos métodos publicados na literatura (n=101) foram questionáveis, uma vez que a maioria dos estudos identificados careceu de dados de validação. Dos métodos que avaliaram ao menos um parâmetro de validação (n=39), somente nove tinham como objetivo validar o método. Essa falta de rigor científico compromete a confiabilidade dos resultados obtidos e, conseqüentemente, a assertividade na tomada de decisão embasada nos dados gerados.

Considerando os métodos que utilizaram a cromatografia para determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas adoçadas, alguns pontos foram fundamentais para a caracterização dos mesmos. Na CLAE, as técnicas mais comuns de preparo de amostras foram filtração e diluição, enquanto a coluna de exclusão iônica e fases móveis aquosas foram amplamente utilizadas. Além disso, a construção de curvas de calibração sem correção com padrão interno foi bastante comum. Já na CG, a

derivatização foi empregada em todas as amostras e as colunas cromatográficas foram compostas por sílica e seus derivados. O gás utilizado como fase móvel variou entre hélio e nitrogênio e o detector de ionização de chama foi utilizado em todos os métodos. Embora os métodos por CLAE tenham fornecido informações sobre o tempo de corrida, em média 26,5 minutos, essa informação não foi relatada nos métodos por CG.

Apesar de haver métodos para determinação de açúcares publicados desde 1925, há uma lacuna de métodos para o monitoramento do perfil de açúcares em bebidas não alcoólicas adoçadas, pois a maioria (57,4%; n=58) apenas permite a quantificação individual de alguns dos principais açúcares presentes em alimentos e bebidas (sacarose, glicose e frutose). Neste sentido, não seria possível a adoção do somatório de tais analitos para estimativa de açúcares totais. Também evidenciou-se uma carência em relação aos métodos para açúcares totais, correspondentes a apenas 15,8% (n=16) dos métodos identificados, uma vez que tais analitos deverão ser obrigatoriamente declarados na tabela de informação nutricional de alimentos embalados no Brasil a partir de outubro de 2025.

A técnica presente na legislação brasileira, relativa às bebidas não alcoólicas adoçadas, que atende as necessidades de quantificação de açúcares totais da atual legislação de rotulagem nutricional é a titulométrica, embora não esteja alinhada às tendências de química verde. Nenhuma das técnicas previstas na legislação brasileira atende as necessidades de quantificação de açúcares individuais, como a galactose em produtos lácteos com a alegação de não conter lactose. Também, não são apresentados na legislação vigente os parâmetros de desempenho dos métodos propostos ou evidências de que sejam normalizados ou previamente validados.

Apesar da AOAC ter aberto uma *Call for methods*, apenas uma publicação respondeu a esta chamada. Este método cobriu apenas uma matriz do grupo de bebidas adoçadas selecionadas no presente estudo, o suco de limão, e ainda não deixou clara a procedência do suco.

Para o monitoramento do acordo de redução de açúcares, bem como para uma implementação adequada da nova legislação de rotulagem nutricional, há a necessidade de atualização da legislação brasileira para a determinação de açúcares em bebidas não alcoólicas, o desenvolvimento, validação e aprimoramento

de métodos, bem como uma definição da abordagem a ser utilizada para a quantificação dos açúcares adicionados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIR, Associação Brasileira das Indústrias de Refrigerantes e de Bebidas não Alcoólicas. Revista ABIR. Ed. 2019/2020 Disponível em: https://abir.org.br/abir/wp-content/uploads/2021/03/Revista_Abir_2021-web.pdf. Acesso em: 17/03/2023. Brasília, 2022.

ABIR, Associação Brasileira das Indústrias de Refrigerantes e de Bebidas não Alcoólicas. Revista ABIR, Edição Especial 2022. Disponível em: https://abir.org.br/arquivos/Revista_Abir_2022.pdf. Acesso em: 17/03/2023. Brasília, 2022.

AKIYAMA, S.; NAKASHIMA, K.; YAMADA, K. High-performance liquid chromatographic determination of sugars in an infusion and soft drinks using a silica-based 3-morpholinopropyl-bonded stationary phase. **Journal of Chromatography A**, v. 626, n. 2, p. 266–270, dez. 1992.

AKYÜZ, E. *et al.* High performance liquid chromatographic method with post-column detection for quantification of reducing sugars in foods. **Journal of Chromatography A**, v. 1660, p. 462664, dez. 2021.

ALFARIS, *et al.* Sugar-sweetened beverages consumption in a multi-ethnic population of middle-aged men and association with sociodemographic variables and obesity. *Frontiers in nutrition*. vol. 9, 2022. doi <https://doi.org/10.3389/fnut.2022.9870482022>.

ANASTAS, Paul T.; WARNER, John C. Green chemistry. **Frontiers**, v. 640, p. 1998, 1998.

ANDRÉS, V.; TENORIO, M. D.; VILLANUEVA, M. J. Sensory profile, soluble sugars, organic acids, and mineral content in milk- and soy-juice based beverages. **Food Chemistry**, v. 173, p. 1100–1106, abr. 2015.

AOAC. AOAC INTERNATIONAL. About AOAC INTERNATIONAL. Disponível em: <https://www.aoac.org/about-aoac-international/>. Acesso em 09/09/2022. 2022.

AOAC. AOAC INTERNATIONAL. AOAC INTERNATIONAL Strategic Plan 2023-2025. Disponível em: <https://www.aoac.org/wp-content/uploads/2019/08/Strategic-Plan-2023-2025.pdf>. Acesso em: 05/03/2023. 2023a.

AOAC. AOAC INTERNATIONAL. Official Methods of Analysis, 21st Edition (2019). Disponível em: <https://www.aoac.org/official-methods-of-analysis-21st-edition-2019/>. Acesso em 12/08/2022. 2019b.

AOAC. AOAC INTERNATIONAL. Official Methods of Analysis, 22st Edition (2023). 2023b.

AOAC. AOAC INTERNATIONAL. Standard Method Performance Requirements (SMPR®) for Sugars in Animal Feed, Pet Food and Human Food. Disponível em: <https://www.aoac.org/resources/smpr-2018-001/>. Acesso em: 28/07/2021. 2018.

AOAC. AOAC INTERNATIONAL. The AOAC Method Review Process. Disponível em: <https://www.aoac.org/scientific-solutions/the-aoac-method-review-process/>. Acesso em: 16/02/2023. 2023c.

AOUSSAT, A.; LATRASSE, A. [Proteo-polysaccharidic turbidity in depectinized raspberry juice]. **Annales De La Nutrition Et De L'alimentation**, v. 32, n. 5, p. 1149–1162, 1978.

BARBOSA, F; *et al.* Tutorial para execução de revisões sistemáticas e metanálises com estudos de intervenção em anestesia. *Brazilian Journal of Anesthesiology*, v.69, 2019.

BELO, R.F.C.; PISSINATTI, R; SOUZA, S.V.C.; JUNQUEIRA, R.G. Evaluating Matrix Effects in the Analysis of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons from Food: Can These Interferences Be Neglected for Isotope Dilution?. **FOOD ANALYTICAL METHODS**, v. 10, p. 1488-1499, 2017.

BESKERS, T. F. *et al.* High performance liquid chromatography with mid-infrared detection based on a broadly tunable quantum cascade laser. **The Analyst**, v. 139, n. 9, p. 2057, 2014.

BILEK, M. *et al.* Sugar and inorganic anions content in mineral and spring water-based beverages. **Roczniki Panstwowego Zakladu Higieny**, v. 65, n. 3, p. 193–197, 2014.

BILEK, M.; RYBAKOWA, M. [Sugar content in non-alcoholic beverages and dietary recommendations for children and adolescents]. **Pediatric Endocrinology, Diabetes, and Metabolism**, v. 20, n. 4, p. 152–160, 2015.

BONI, V., QUARESMA, S. J., Aprendendo a entrevistar: como fazer entrevistas em Ciências Sociais. *Revista Eletrônica dos Pós-Graduandos em Sociologia Política da UFSC*. v. 2, n. 1, p. 68-80. 2005.

BRASIL. Casa Civil. Decreto. 6.871, de 4 de junho de 2009. Dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção, a produção e a fiscalização de bebidas. Brasília, DF, 2009.

BRASIL. Casa Civil. Lei nº 8.918, de 14 de julho de 1994. Dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção, a produção e a fiscalização de bebidas, autoriza a criação da Comissão Intersetorial de Bebidas e dá outras providências. Brasília, DF, 1994.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Portaria Nº 076, Métodos analíticos para bebidas e vinagres. *Diário Oficial da União*. Seção 1, Brasília, p. 24-45, 3 dez. 1986.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Gabinete da Ministra. Portaria MAPA Nº 123, de 13 de maio de 2021. Brasília, DF, 2021c.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Gabinete do Ministro. Instrução Normativa Nº 12, de 23 de agosto de 2005. Brasília, DF, 2005c.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Gabinete do Ministro. Instrução Normativa Nº 46, de 23 de outubro de 2007. Brasília, DF, 2007.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Gabinete do Ministro. Instrução Normativa Nº 37, de 26 de setembro de 2018. Brasília, DF, 2018c.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa Nº 24, de 08 de setembro de 2005. Brasília, DF, 2005a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa Nº 30, de 27 de setembro de 1999. Brasília, DF, 1999.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa Nº 49, de 26 de setembro de 2018. Brasília, DF, 2018d.

BRASIL. Ministério da Economia. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Pesquisa de Orçamentos Familiares – POF 2017-2018. Brasília, DF, 2018a.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Diretoria Colegiada. RDC Nº 360, DE 23 DE DEZEMBRO DE 2003. Brasília, DF, 2003.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Diretoria Colegiada. RDC Nº 719, DE 01 DE JULHO DE 2022. Brasília, DF, 2022.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Diretoria Colegiada. IN Nº 75, DE 8 DE OUTUBRO DE 2020. Brasília, DF, 2020a.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Diretoria Colegiada. RDC Nº 429, DE 8 DE OUTUBRO DE 2020. Brasília, DF, 2020b.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Perguntas e respostas: rotulagem nutricional de alimentos embalados. Disponível em: https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/alimentos/perguntas-e-respostas-arquivos/perguntas-e-respostas-rotulagem-nutricional_ggali_230721.pdf. Acesso em: 12/08/2021. Brasília, DF, 2021a.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Relatório de Análise de Impacto Regulatório sobre Rotulagem Nutricional. Disponível em: <http://antigo.anvisa.gov.br/documents/10181/3882585/%281%29Relatório+de+Análise+de+Impacto+Regulatório+sobre+Rotulagem+Nutricional/3e2c2728-b55a-4296-b5af-6c7960fd6efa#:~:text=O%20problema%20regulatório%20contribui%20para,a%20efetividade%20deste%20instrumento%20de.> Acesso em: 05/06/2023. Brasília, DF, 2019a.

BRASIL. Ministério da Saúde. Conselho Nacional de Saúde. Resolução Nº 466, DE 12 DE DEZEMBRO DE 2012. Brasília, DF, 2012a.

BRASIL. Ministério da Saúde. Gabinete do Ministro. Portaria Nº 1.428, de 26 de novembro de 1993. Brasília, DF, 1993.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Atenção à Saúde. Departamento de Atenção Básica. Guia alimentar para a população brasileira. 2. ed. Brasília, DF, 2014.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Atenção à Saúde. Diretrizes metodológicas - elaboração de revisão sistemática e metanálise de ensaios clínicos randomizados. Brasília, DF, 2012b.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Atenção à Saúde. Plano de redução de açúcares em alimentos industrializados. Brasília, DF, 2018b.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Vigilância em Saúde. Departamento de Análise em Saúde e Vigilância de Doenças Não Transmissíveis. Plano de ações estratégicas para o enfrentamento das doenças crônicas e agravos não transmissíveis no Brasil 2021-2030. Brasília, DF, 2021b.

BRASIL. Ministério do Desenvolvimento, Indústria, Comércio e Serviços. Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia. Definições de termos utilizados nos documentos relacionados à acreditação de laboratórios, produtores de materiais de referência e provedores de ensaios de proficiência. DOQ-CGCRE-020. Revisão 09. Brasília, DF, 2019b.

CABÁLKOVÁ, J. *et al.* Determination of carbohydrates in juices by capillary electrophoresis, high-performance liquid chromatography, and matrix-assisted laser desorption/ionization-time of flight-mass spectrometry. **ELECTROPHORESIS**, v. 25, n. 3, p. 487–493, fev. 2004.

CÁCERES, A. *et al.* Automated flow system on-line to LC with postcolumn derivatisation for determination of sugars in carbohydrate-rich foods. **Chromatographia**, v. 52, n. 5-6, p. 314–318, set. 2000.

CALDAS, B. S.; *et al.* Determinação de açúcares em suco concentrado e néctar de uva: comparativo empregando refratometria, espectrofotometria e cromatografia líquida. *Scientia Chromatographica*, v. 7, n. 1, p. 53-63, 2015.

CÂMARA, J. S.; *et al.* Green Extraction Techniques as Advanced Sample Preparation Approaches in Biological, Food, and Environmental Matrices: A Review. *Molecules*. 2022 May 6;27(9):2953. doi: 10.3390/molecules27092953. PMID: 35566315; PMCID: PMC9101692.

CAO, R. *et al.* Application of diffusion ordered-1H-nuclear magnetic resonance spectroscopy to quantify sucrose in beverages. **Food Chemistry**, v. 171, p. 8–12, 15 mar. 2015.

CASIMIR, E. *et al.* Evaluation of caffeine, aspartame and sugar contents in energy drinks. **Journal of Chemical and Pharmaceutical Research**, v. 6, n. 8, p. 39–43, 2014.

CATALDI, T. R. I.; MARGIOTTA, G.; ZAMBONIN, C. G. Determination of sugars and alditols in food samples by HPAEC with integrated pulsed amperometric detection using alkaline eluents containing barium or strontium ions. **Food Chemistry**, v. 62, n. 1, p. 109–115, maio 1998.

CEBM. Center for Evidence Based Management. Critical Appraisal Checklist for Cross-Sectional Study (SURVEY). Disponível em: <https://cebma.org/wp-content/uploads/Critical-Appraisal-Questions-for-a-Cross-Sectional-Study-July-2014-1.pdf>. Acesso em: 22/12/2022. 2014.

CECCHI, Heloisa Máscia. Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos. ISBN 8526806416, 9788526806412. Editora da UNICAMP, 2003.

CETESB. Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. Manual de Produtos Químicos da CETESB - Consulta pelo nome ou sinônimo do produto. Disponível em: https://sistemasinter.cetesb.sp.gov.br/produtos/produto_consulta_nome.asp. Acesso em: 24/02/2023. 2023.

CHEN, Z. *et al.* Confirmation and Determination of Sugars in Soft Drink Products by IEC with ESI-MS. **Chromatographia**, v. 69, n. 7-8, p. 761–764, 5 fev. 2009.

CHILE. Ministerio de Salud; Subsecretaría de Salud Pública. Ley 20606: sobre composición nutricional de los alimentos y su publicidade. Chile, 2012.

CHINNICI, F. *et al.* Optimization of the determination of organic acids and sugars in fruit juices by ion-exclusion liquid chromatography. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 18, n. 2-3, p. 121–130, mar. 2005.

CIROVIC, A.; *et al.* Local and Systemic Hypoxia as Inductors of Increased Aluminum and Iron Brain Accumulation Promoting the Onset of Alzheimer's Disease. *Biol Trace*

Elem Res (2023). <https://doi.org/10.1007/s12011-023-03599-y>. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s12011-023-03599-y>. Acesso em: 24/02/2023. 2023.

COLLINS, C. H (org.). Fundamentos de Cromatografia. 1 ed. Campinas: Editora Unicamp, 2006.

COQUET, A. *et al.* Determination of sugars by liquid chromatography with post-column catalytic derivatization and fluorescence detection. **Chromatographia**, v. 38, n. 1-2, p. 12–16, jan. 1994.

COQUET, A.; VEUTHEY, J.-L. .; HAERDI, W. Comparison of post-column fluorescence derivatization and evaporative light-scattering detection to analyse saccharides selectively by LC. **Chromatographia**, v. 34, n. 11-12, p. 651–654, dez. 1992.

CRD. Centre for Reviews and Dissemination, University of York. CRD's guidance for undertaking reviews in health care. Systematic Reviews. Disponível em: https://www.york.ac.uk/media/crd/Systematic_Reviews.pdf. Acesso em: 29/09/2021. 2009.

Cummings JH, Stephen AM. Carbohydrate terminology and classification. *European Journal of Clinical Nutrition* (2007) 61 (Suppl 1), S5–S18.

DAMODARAN, Srinivasan. **Química de alimentos de Fennema**. 5ª edição. Porto Alegre: ArtMed, 2018. Recurso online. ISBN 9788582715468

DELLA PELLE, F. *et al.* Silver nanoparticles-based plasmonic assay for the determination of sugar content in food matrices. **Analytica Chimica Acta**, v. 1051, p. 129–137, mar. 2019.

DONG, S. *et al.* Simultaneous determination of sugars and ascorbic acid by capillary zone electrophoresis with amperometric detection at a carbon paste electrode

modified with polyethylene glycol and Cu₂O. **Journal of Chromatography A**, v. 1161, n. 1-2, p. 327–333, ago. 2007.

ELENA, M. *et al.* [Content of carbohydrates and trace elements in a group of non-alcoholic drinks]. **Medicina Clinica**, v. 110, n. 10, p. 365–369, 21 mar. 1998.

European Commission. Commission Implementing Regulation (EU) 2021/808 of 22 March 2021 on the performance of analytical methods for residues of pharmacologically active substances used in food-producing animals and on the interpretation of results as well as on the methods to be used for sampling and repealing Decisions 2002/657/EC and 98/179/EC. Disponível em: <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?uri=CELEX%3A32021R0808>. Acesso em: 06/03/2023. 2022.

FAO. **Food and Agriculture Organization**. Carbohydrates in human nutrition. Disponível em: <http://www.fao.org/3/W8079E/W8079E00.html>. Acesso em: 08/06/2021.

FDA. **Food and Drug Administration**. DEPARTMENT OF HEALTH AND HUMAN SERVICES. Food Labeling: Revision of the Nutrition and Supplement Facts Labels. [S.I.]. Food and Drug Administration, 2016. Disponível em: <https://www.gpo.gov/fdsys/pkg/FR-2016-05-27/pdf/2016-11867.pdf>. Acesso em: 19 abr. 2023

FELS, L.; BUNZEL, M. Application of accelerated heteronuclear single quantum coherence experiments to the rapid quantification of monosaccharides and disaccharides in dairy products. **Magnetic Resonance in Chemistry**, 16 fev. 2022.

GALVÃO, T. F.; PEREIRA, M. G. Revisões sistemáticas da literatura: passos para sua elaboração. doi: 10.5123/S1679-49742014000100018. *Epidemiol. Serv. Saúde*, Brasília, v. 23, n. 1, p. 183-184. 2014.

GBD 2017 Diet Collaborators. Health effects of dietary risks in 195 countries, 1990–2017: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2017. doi:

10.1016/S0140-6736(19)30041-8. *The Lancet*. v. 393, p. 1958-1972 . 2019.
Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0140673619300418?via%3Dihub#sec1>. Acesso em: 06/03/2023.

GREENWAY, G. M.; KOMETA, N. The determination of sugars in beverages and medicines using on-line dialysis for sample preparation. **Food Chemistry**, v. 53, n. 1, p. 105–110, jan. 1995.

GREMBECKA, M.; LEBIEDZIŃSKA, A.; SZEFER, P. Simultaneous separation and determination of erythritol, xylitol, sorbitol, mannitol, maltitol, fructose, glucose, sucrose and maltose in food products by high performance liquid chromatography coupled to charged aerosol detector. **Microchemical Journal**, v. 117, p. 77–82, nov. 2014.

GUYON, F. *et al.* $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotope ratios of organic acids, glucose and fructose determined by HPLC-co-IRMS for lemon juices authenticity. **Food Chemistry**, v. 146, p. 36–40, 1 mar. 2014.

HIGGINS JP, GREEN S, editors. *Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions* Version 5.0.2. The Cochrane Collaboration, 2011. 7.2.6 Measuring agreement. Disponível em: <https://training.cochrane.org/handbook/archive/v5.0.2/>. Acesso em: 28/09/2022.

HIGGINS, J. P.T; *et al.* *Cochrane Handbook for Systematic Reviews of Interventions* version 6.3 (updated February 2022). Cochrane, 2022. Disponível em: www.training.cochrane.org/handbook. Acesso em: 28/09/2022.

ICH. International council for harmonisation of technical requirements for pharmaceuticals for human use. Validation of analytical procedures. Disponível em: https://www.ema.europa.eu/en/documents/scientific-guideline/ich-guideline-q2r2-validation-analytical-procedures-step-2b_en.pdf. Acesso em: 14/03/2023. Geneva, 2022.

IDRIS, A. *et al.* Analysis of sugars and pH in commercially available soft drinks in Saudi Arabia with a brief review on their dental implications. **Journal of International Society of Preventive and Community Dentistry**, v. 6, n. 9, p. 192, 2016.

IMAMURA, F.; *et al.* Consumption of sugar sweetened beverages, artificially sweetened beverages, and fruit juice and incidence of type 2 diabetes: systematic review, meta-analysis, and estimation of population attributable fraction. *BMJ* 2015; 351:h3576. doi:10.1136/bmj.h3576. 2015.

IRUDAYARAJ, J.; TEWARI, J. Simultaneous Monitoring of Organic Acids and Sugars in Fresh and Processed Apple Juice by Fourier Transform Infrared—Attenuated Total Reflection Spectroscopy. **Applied Spectroscopy**, v. 57, n. 12, p. 1599–1604, dez. 2003.

KLOCKOW, A. *et al.* Determination of carbohydrates in fruit juices by capillary electrophoresis and high-performance liquid chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 680, n. 1, p. 187–200, set. 1994.

KÖLHED, M.; KARLBERG, B. Capillary electrophoretic separation of sugars in fruit juices using on-line mid infrared Fourier transform detection. **The Analyst**, v. 130, n. 5, p. 772–778, 2005.

KURZYNA-SZKLAREK, M.; CYBULSKA, J.; ZDUNEK, A. Analysis of the chemical composition of natural carbohydrates – An overview of methods. *Food Chemistry*, v. 314, 2022. ISSN 0308-8146. DOI: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.133466>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814622014285?via%3Dihub>. Acesso em: 24/02/2023.

LEE, Y.-H.; LIN, T.-I. . Determination of carbohydrates by high-performance capillary electrophoresis with indirect absorbance detection. **Journal of Chromatography B: Biomedical Sciences and Applications**, v. 681, n. 1, p. 87–97, 31 maio 1996.

LI, H. *et al.* Association of Ultraprocessed Food Consumption With Risk of Dementia: A Prospective Cohort. doi: 10.1212/WNL.0000000000200871. *Neurology*. Jul, 2022.

LI, J.; CHEN, M.; ZHU, Y. Separation and determination of carbohydrates in drinks by ion chromatography with a self-regenerating suppressor and an evaporative light-scattering detector. **Journal of Chromatography. A**, v. 1155, n. 1, p. 50–56, 29 jun. 2007.

LICHTENSTEIN, A. H.; *et al.* on behalf of the American Heart Association Council on Lifestyle and Cardiometabolic Health; Council on Arteriosclerosis, Thrombosis and Vascular Biology; Council on Cardiovascular Radiology and Intervention; Council on Clinical Cardiology; and Stroke Council. 2021 Dietary guidance to improve cardiovascular health: a scientific statement from the American Heart Association. *Circulation*. 2021;144:e472–e487. doi: 10.1161/CIR.0000000000001031.

LOPES, A. L. M.; FRACOLLI, L. A. Revisão sistemática de literatura e metassíntese qualitativa: considerações sobre sua aplicação na pesquisa em enfermagem. **Texto & Contexto Enfermagem**, Santa Catarina, v. 17, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0104-07072008000400020>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/tce/a/hNWjZ6pFQ3gH8Bfz3nxBCGC/?lang=pt#:~:text=A%20metassumariza%C3%A7%C3%A3o%20qualitativa%20%C3%A9%20uma,dos%20resultados%20sobre%20determinado%20tema..> Acesso em: 19 abr. 2023.

LONEY, P. L.; *et al.* Critical Appraisal of the Health Research Literature: Prevalence or Incidence of a Health Problem. *Chronic Diseases in Canada*. Minister of Public Works and Government Services Canada. Disponível em: https://www.researchgate.net/profile/Larry-Chambers-3/publication/13259110_Critical_Appraisal_of_the_Health_Research_Literature_Prevalence_or_Incidence_of_a_Health_Problem. Acesso em: 22/12/2022. 1998.

LOUIE, J. C.; *et al.* A systematic methodology to estimate added sugar content of foods. *Eur J Clin Nutr*. doi: 10.1038/ejcn.2014.256. 2015. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/ejcn2014256#MOESM10>. Acesso em: 04/08/2021.

LUCENA, R. *et al.* Continuous flow autoanalyzer for the sequential determination of total sugars, colorant and caffeine contents in soft drinks. **Analytica Chimica Acta**, v. 530, n. 2, p. 283–289, fev. 2005.

MARTIN-VILLA, M. C. *et al.* Chromatographic measurement of the carbohydrate content of some commonly used soft drinks. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 34, n. 7, p. 1432–1436, jul. 1981.

MARTIN-VILLA, M. C.; VIDAL-VALVERDE, C.; ROJAS-HIDALGO, E. Soluble sugars in soft drinks. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 34, n. 10, p. 2151–2153, 1 out. 1981.

MIAO, X. *et al.* A separation-free method for simultaneous determination of sucrose and sunset yellow in different abundance by integrating RBI and TL detectors. **Analytical Methods**, v. 3, n. 3, p. 514, 2011.

MIAW, C. S. W. Detecção de fraudes em néctares de frutas: análises espectroscópicas aliadas a métodos de calibração e classificação multivariada. Tese (doutorado). Universidade Federal de Minas Gerais, Faculdade de Farmácia, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos. Brasil, 2018.

MOHER *et al.* Preferred reporting items for systematic review and meta-analysis protocols (PRISMA-P) 2015 statement. *Systematic Reviews*. doi: 10.1186/2046-4053-4-1. 2015.

MOMENBEIK, Fariborz *et al.* Sensitive determination of carbohydrates labelled with p-nitroaniline by capillary electrophoresis with photometric detection using a 406 nm light-emitting diode. **Electrophoresis**, [s. l.], v. 27, p. 4039-4046, 2006. DOI: <https://doi.org/https://doi.org/10.1002/elps.200500856>.

NATIONAL INSTITUTES OF HEALTH (NIH). **PUBCHEM**. Open chemistry database. USA: National Center for Biotechnology Information, 2023. Disponível em: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>. Acesso em: 8 abr. 2023.

NELSON, David L. Princípios de bioquímica de Lehninger. 7ª edição. Porto Alegre. ArtMed. 2018. Recurso online. ISBN 9788582715345.

NETO, M. C. V.; *et al.* Lead contamination in food consumed and produced in Brazil: Systematic review and meta-analysis. Food Research International, v.126. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0963996919305575>. Acesso em: 23/12/2022. 2019.

NIELSEN, S.S. **Food analysis**. 4ª edição. New York: Springer, 2010. xiv, 602 p. ISBN 9781441914774.

OMS. Organização Mundial da Saúde. Amianto crisólito. Genebra, 2017. ISBN 978-92-4-856481-9. 2017.

OMS. **ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE**. Preventing disease through healthy environments: exposure to lead: a major public health concern. Genebra, 2019. ISBN 9789240037632. 2019.

OMS. **ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE**. Diretriz: Ingestão de açúcares para adultos e crianças. Genebra: OMS, 2015. Disponível em: <https://www.paho.org/hq/dmdocuments/2015/NOTA-DIRECTRIZ-AZUCAR-POR-EDITADO.pdf>. Acesso em: 24 abr. 2023.

OPAS. **Organização Pan-Americana De Saúde**. Alimentos e bebidas ultraprocessados na América Latina: tendências, efeito na obesidade e implicações para políticas públicas. Disponível em: <https://www.cfn.org.br/wp-content/uploads/2018/05/Alimentos-e-bebidas-ultraprocessados-na-América-Latina-01.pdf>. Acesso em: 13/01/2023. 2018.

OPAS. **Organização Pan-Americana De Saúde**. Dez ameaças à saúde que a OMS combaterá em 2019. Disponível em: <https://www.paho.org/pt/noticias/17-1-2019-dez-ameacas-saude-que-oms-combatera-em-2019>. Acesso em: 12/08/2022. 2019.

Page MJ, McKenzie JE, Bossuyt PM, Boutron I, Hoffmann TC, Mulrow CD, *et al.* The PRISMA 2020 statement: an updated guideline for reporting systematic reviews.

BMJ 2021; 372:n71. doi: 10.1136/bmj.n71.

PALAZZO, G.; FACCHINI, L.; MALLARDI, A. Colorimetric detection of sugars based on gold nanoparticle formation. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 161, n. 1, p. 366–371, jan. 2012.

PAREDES, E. *et al.* Simultaneous Determination of Carbohydrates, Carboxylic Acids, Alcohols, and Metals in Foods by High-Performance Liquid Chromatography Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry. **Analytical Chemistry**, v. 78, n. 19, p. 6774–6782, 7 set. 2006.

PAREDES, E. *et al.* Single-injection calibration approach for high-performance liquid chromatography. **Journal of Chromatography. A**, v. 1185, n. 2, p. 178–184, 28 mar. 2008.

PEREIRA, M. G.; GALVÃO, T. F. Extração, avaliação da qualidade e síntese dos dados para revisão sistemática. doi: 10.5123/S1679-49742014000200021. *Epidemiol. Serv. Saúde*, Brasília, v. 23, n. 3, p. 577-578. 2014b.

PEREIRA, M. G.; GALVÃO, T. F. Etapas de busca e seleção de artigos em revisões sistemáticas da literatura. doi: 10.5123/S1679-49742014000200019. *Epidemiol. Serv. Saúde*, Brasília, v. 23, n. 2, p. 369-371. 2014a.

PETERS, H. L.; LEVINE, K. E.; JONES, B. T. An Inductively Coupled Plasma Carbon Emission Detector for Aqueous Carbohydrate Separations by Liquid Chromatography. **Analytical Chemistry**, v. 73, n. 3, p. 453–457, 22 dez. 2000.

PITHAVA, V.; PANDEY, A. Quality assessment of different brands of mango juice available in indian market for carbohydrates and acids (ascorbic acid) by conventional titration method. **International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**, v. 9, n. 11, p. 4826, 2018.

PITSCH, J.; WEGHUBER, J. Hydrophilic Interaction Chromatography Coupled with Charged Aerosol Detection for Simultaneous Quantitation of Carbohydrates, Polyols and Ions in Food and Beverages. **Molecules**, v. 24, n. 23, p. 4333, 27 nov. 2019.

Plotka, J. *et al.* Green chromatography, **Journal of Chromatography A**, v. 1307, p. 1-20, ISSN 0021-9673, 2013.

PRISMA. Preferred Reporting Items for Systematic Reviews and Meta-Analyses. Translations. Available Translations, 2020. Disponível em: <https://www.prisma-statement.org/Translations/Translations>. Acesso em: 31/08/2022.

PROSPERO. International prospective register of systematic reviews. Disponível em: <https://www.crd.york.ac.uk/PROSPERO/#index.php>. Acesso em: 13/10/2021. 2021.

RÁCZ, A.; HÉBERGER, K.; FODOR, M. Quantitative determination and classification of energy drinks using near-infrared spectroscopy. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 408, n. 23, p. 6403–6411, 16 ago. 2016.

RAESSLER, M. Sample preparation and current applications of liquid chromatography for the determination of non-structural carbohydrates in plants. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*. Volume 30, Issue 11, 2011, Pages 1833-1843, ISSN 0165-9936. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0165993611002639>). Acesso em: 15/03/2023. 2011.

RAJCHL, A. *et al.* Evaluation of ice-tea quality by DART-TOF/MS. **Journal of Mass Spectrometry**, v. 50, n. 11, p. 1214–1221, 14 set. 2015.

RAMBLA, F. J.; GARRIGUES, S.; DE LA GUARDIA, M. PLS-NIR determination of total sugar, glucose, fructose and sucrose in aqueous solutions of fruit juices. **Analytica Chimica Acta**, v. 344, n. 1-2, p. 41–53, maio 1997.

RAMIREZ, S.C. *et al.* Analysis of carbohydrates in beverages by capillary electrophoresis with precolumn derivatization and UV detection. **Food Chemistry**, v. 87, n. 3, p. 471–476, set. 2004.

RICOCHON, G. *et al.* Highly sensitive, quick and simple quantification method for mono and disaccharides in aqueous media using liquid chromatography–atmospheric pressure chemical ionization–mass spectrometry (LC–APCI–MS). **Journal of Chromatography B**, v. 879, n. 19, p. 1529–1536, jun. 2011.

RODRIGUEZ-SAONA, L. E. *et al.* Rapid analysis of sugars in fruit juices by FT-NIR spectroscopy. **Carbohydrate Research**, v. 336, n. 1, p. 63–74, nov. 2001.

ROIG, B.; THOMAS, O. Rapid estimation of global sugars by UV photodegradation and UV spectrophotometry. **Analytica Chimica Acta**, v. 477, n. 2, p. 325–329, fev. 2003.

SAMPAIO, R; MANCINI, M. Estudos de revisão sistemática: Um guia para síntese criteriosa da evidência científica. *Revista Brasileira de Fisioterapia*, 2007.

SCAPIN, T.; *et al.* The adaptation, validation, and application of a methodology for estimating the added sugar content of packaged food products when total and added sugar labels are not mandatory. *Food Res Int.* 2021 Jun; 144:110329. doi: 10.1016/j.foodres.2021.110329. Epub 2021 Mar 22. PMID: 34053533.

SCHMID, T. *et al.* Analysis of saccharides in beverages by HPLC with direct UV detection. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 408, n. 7, p. 1871–1878, 15 jan. 2016.

SCHULZ, M. *et al.* Aliphatic organic acids and sugars in seven edible ripening stages of juçara fruit (*Euterpe edulis* Martius). **Journal of Food Composition and Analysis**, [s. l.], v. 95, 2021. 0889-1575. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0889157520313880>. Acesso em: 9 abr. 2023.

SINGH, *et al.* Global, Regional, and National Consumption of Sugar-Sweetened Beverages, Fruit Juices, and Milk: A Systematic Assessment of Beverage Intake in 187 Countries. **PLOS ONE**. doi <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0124845>.

SEWWANDI, S. D. C. *et al.* Determination and Comparative Study of Sugars and Synthetic Colorants in Commercial Branded Fruit Juice Products. **Journal of Food Quality**, v. 2020, p. 1–11, 7 fev. 2020.

SOUZA, S. V. C. Procedimento para validação intralaboratorial de métodos de ensaio: delineamento e aplicabilidade em análises de alimentos. Disponível em: <http://hdl.handle.net/1843/URMR-76GNKZ>. Acesso em: 14/03/2023. Belo Horizonte, 2007.

STERN, Cindy. *et al.* Developing the Review Question and Inclusion Criteria. doi: 10.1097/01.NAJ.0000445689.67800.86. *AJN, American Journal of Nursing*. v. 114, ed. 4, p 53-56. 2014.

THOMPSON, M; ELLINSON, S. L. R.; WOOD, R. Harmonized guidelines for single-laboratory validation of methods of analysis. *Pure Appl. Chem.*, v. 74, p. 835-855, 2002.

TYAGI, G. *et al.* Rapid determination of main constituents of packed juices by reverse phase-high performance liquid chromatography: an insight in to commercial fruit drinks. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 3, p. 476–484, 14 set. 2011.

UNIÃO EUROPÉIA. **PARLAMENTO EUROPEU**. REGULAMENTO (UE) N.º 1169/2011. Disponível em: <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/?uri=CELEX:02011R1169-20180101>. Acesso em: 26/04/2023.

VAN SCHEPPINGEN, W. B. *et al.* Selective and sensitive determination of lactose in low-lactose dairy products with HPAEC-PAD. **Journal of Chromatography B**, v. 1060, p. 395–399, ago. 2017.

VENNARD, T. R. *et al.* Sugar Profile Method by High-Performance Anion-Exchange Chromatography with Pulsed Amperometric Detection in Food, Dietary Supplements, Pet Food, and Animal Feeds: First Action 2018.16. **Journal of AOAC INTERNATIONAL**, v. 103, n. 1, p. 89–102, 1 jan. 2020.

VILLAMIEL, M. *et al.* Quantitative determination of carbohydrates in orange juice by gas chromatography. **Zeitschrift fur Lebensmitteluntersuchung und -Forschung A**, v. 206, n. 1, p. 48–51, 21 jan. 1998.

VIM. Vocabulário Internacional de Metrologia: Conceitos fundamentais e gerais e termos associados. Duque de Caxias, RJ. INMETRO, 2012

VOCHYÁNOVÁ, B. *et al.* Rapid determinations of saccharides in high-energy drinks by short-capillary electrophoresis with contactless conductivity detection. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 404, n. 5, p. 1549–1554, 17 jul. 2012.

VONACH, R.; LENDL, B.; KELLNER, R. Hyphenation of Ion Exchange High-Performance Liquid Chromatography with Fourier Transform Infrared Detection for the Determination of Sugars in Nonalcoholic Beverages. **Analytical Chemistry**, v. 69, n. 20, p. 4286–4290, 1 out. 1997.

WCRF. **World Cancer Research Fund International**. Curbing global sugar consumption. London: WCRF, 2021. Disponível em: <https://www.wcrf.org/wp-content/uploads/2021/07/Curbing-global-sugar-consumption.pdf>. Acesso em: 19 abr. 2023.

WEI, Y.; DING, M.-Y. Analysis of carbohydrates in drinks by high-performance liquid chromatography with a dynamically modified amino column and evaporative light scattering detection. **Journal of Chromatography A**, v. 904, n. 1, p. 113–117, dez. 2000.

WHITE, J. S.; HOBBS, L. J.; FERNANDEZ, S. Fructose content and composition of commercial HFCS-sweetened carbonated beverages. **International Journal of Obesity**, v. 39, n. 1, p. 176–182, 6 maio 2014.

WILSON, I. D.; POOLE, C. F. Planar chromatography – Current practice and future prospects. **Journal of Chromatography B**, [s. l.], v. 1214, 1 jan. 2023 1570-0232. DOI: <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2022.123553>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1570023222004585?via%3Dihub>. Acesso em: 20 abr. 2023.

WOLF, W. R.; ANDREWS, K. W. A system for defining reference materials applicable to all matrices. *Fresenius Journal of Analytical Chemistry*, 1995.

YUAN, J.-P.; CHEN, F. Simultaneous separation and determination of sugars, ascorbic acid and furanic compounds by HPLC—dual detection. **Food Chemistry**, v. 64, n. 3, p. 423–427, fev. 1999.

ZIELIŃSKA, A. *et al.* Qualitative and quantitative analysis of energy drinks using ¹H NMR and HPLC methods. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 213, p. 114682, 10 maio 2022.

APÊNDICE A – Estratégia de busca

- Bases de dados (realizada em: 07/12/2021; atualizada em: 06/01/2023)

Nome	Estratégia	Resultados
COCHRANE	#1 MeSH descriptor: [Carbonated Beverages] explode all trees #2 (carbonated beverag*) #3 (Beverage, Carbonated) #4 (Carbonated Drin*) #5 (Soft Drin*) #6 (Soda Pop) #7 MeSH descriptor: [Sugar-Sweetened Beverages] explode all trees #8 (Sugar-Sweetened Beverages) #9 (Sugar-Sweetened Beverag*) #10 (Sugar Sweetened Beverag*) #11 (Beverage, Sugar-Added) #12 (Beverages, Sugar-Added) #13 (Sweetened Drin*) #14 (Sugar-Sweetened Soft Drin*) #15 (Sugar Sweetened Soft Drin*) #16 (Drink, Sugar-Sweetened Soft) #17 (Drinks, Sugar-Sweetened Soft) #18 (Sweetened Beverag*) #19 (Beverages, Sweetened) #20 (Sugar-Sweetened Sod*) #21 (Sugar Sweetened Sod*) #22 (Sodas, Sugar-Sweetened) #23 MeSH descriptor: [Fruit and Vegetable Juices] explode all trees #24 (Fruit and Vegetable Juices) #25 (Vegetable Juic*) #26 MeSH descriptor: [Beverages] explode all trees #27 (Beverag*) #28 (Carbohydrate solution) #29 (Formulated Foo*) #30 ("dietary formulation") #31 (Chemically Defined Die*) #32 ("elemental diet") #33 MeSH descriptor: [Dairy Products] explode all trees #34 (Dairy Products) #35 #1 OR #2 OR #3 OR #4 OR #5 OR #6 OR #7 OR #8 OR #9 OR	747

Nome	Estratégia	Resultados
	<p>#10 OR #11 OR #12 OR #13 OR #14 OR #15 OR #16 OR #17 OR #18 OR #19 OR #20 OR #21 OR #22 OR #23 OR #24 OR #25 #26 OR #27 OR #28 #29 #30 OR #31 OR #32 OR #33 OR #34</p> <p>#36 MeSH descriptor: [Sugars] explode all trees</p> <p>#37 (Sugar*)</p> <p>#38 MeSH descriptor: [Sucrose] explode all trees</p> <p>#39 (Sucrose)</p> <p>#40 (Saccharose)</p> <p>#41 MeSH descriptor: [Fructose] explode all trees</p> <p>#42 (Fructose)</p> <p>#43 (Levulos*)</p> <p>#44 MeSH descriptor: [Glucose] explode all trees</p> <p>#45 (Glucose)</p> <p>#46 (D-Glucose)</p> <p>#47 (D Glucose)</p> <p>#48 (Dextrose)</p> <p>#49 (Dextrose, Anhydrous)</p> <p>#50 (L-Glucose)</p> <p>#51 (L Glucose)</p> <p>#52 (Glucose Monohydrate)</p> <p>#53 MeSH descriptor: [Carbohydrates] explode all trees</p> <p>#54 (Carbohydrate*)</p> <p>#55 MeSH descriptor: [Lactose] explode all trees</p> <p>#56 (Lactose)</p> <p>#57 MeSH descriptor: [Galactose] explode all trees</p> <p>#58 (Galactose)</p> <p>#59 (Galactopyranoside)</p> <p>#60 (D-Galactose)</p> <p>#61 (D Galactose)</p> <p>#62 (Galactopyranose)</p> <p>#63 MeSH descriptor: [Maltose] explode all trees</p> <p>#64 (Maltose)</p> <p>#65 MeSH descriptor: [Monosaccharides] explode all trees</p> <p>#66 (Monosaccharid*)</p> <p>#67 MeSH descriptor: [Disaccharides] explode all trees</p> <p>#68 (Disaccharid*)</p>	

Nome	Estratégia	Resultados
	<p>#69 (Simple suga*)</p> <p>#70 #36 OR #37 OR #38 OR #39 OR #40 OR #41 OR #42 OR #43 OR #44 OR #45 OR #46 OR #47 OR #48 OR #49 OR #50 OR #51 OR #52 OR #53 OR #54 OR #55 OR #56 OR #57 OR #58 OR #59 OR #60 OR #61 OR #62 OR #63 OR #64 OR #65 OR #66 OR #67 OR #68 OR #69</p> <p>#71 MeSH descriptor: [Chromatography] explode all trees</p> <p>#72 (Chromatograph*)</p> <p>#73 MeSH descriptor: [Titrimetry] explode all trees</p> <p>#74 (Titrimetry)</p> <p>#75 MeSH descriptor: [Refractometry] explode all trees</p> <p>#76 (Refractometry)</p> <p>#77 (Refractive Index)</p> <p>#78 (Refractive Indices)</p> <p>#79 MeSH descriptor: [Spectrophotometry] explode all trees</p> <p>#80 (Spectrophotometry)</p> <p>#81 (Sugar analysis)</p> <p>#82 #71 OR #72 OR #73 OR #74 OR #75 OR #76 OR #77 OR #78 OR #79 OR #80 OR #81</p> <p>#83 #35 AND #70 AND #82</p>	
Embase	<p>('sugars' OR 'sugars'/exp OR sugars OR 'sucrose'/exp OR 'sucrose' OR 'fructose'/exp OR 'fructose' OR 'glucose'/exp OR 'glucose' OR 'carbohydrate'/exp OR 'carbohydrate' OR 'lactose'/exp OR 'lactose' OR 'galactose'/exp OR 'galactose' OR 'maltose'/exp OR 'maltose' OR 'monosaccharide'/exp OR 'monosaccharide' OR 'disaccharide'/exp OR 'disaccharide') AND ('carbonated beverage'/exp OR 'carbonated beverage' OR 'sugar-sweetened beverage'/exp OR 'sugar-sweetened beverage' OR 'fruit and vegetable juice'/exp OR 'fruit and vegetable juice' OR 'beverage'/exp OR 'beverage' OR (('food' OR 'food'/exp OR food) AND formulated) OR 'dairy product'/exp OR 'dairy product') AND ('chromatography'/exp OR 'chromatography' OR 'titrimetry'/exp OR 'titrimetry' OR 'refractometry'/exp OR 'refractometry' OR 'spectrophotometry'/exp OR 'spectrophotometry') NOT ('microbiology'/exp OR 'microbiology') NOT ('alcoholic beverage'/exp OR 'alcoholic beverage') NOT (fermented AND foods AND ('beverages' OR 'beverages'/exp OR beverages)) NOT ('antioxidant'/exp OR</p>	937

Nome	Estratégia	Resultados
	<p>Word])) OR (Carbonated Drin*[Text Word])) OR (Soft Drin*[Text Word])) OR (Soda Pop[Text Word])) OR (Sugar-Sweetened Beverages[MeSH Terms])) OR (Sugar-Sweetened Beverag*[Text Word])) OR (Sugar Sweetened Beverag*[Text Word])) OR (Beverage, Sugar-Added[Text Word])) OR (Beverages, Sugar-Added[Text Word])) OR (Sweetened Drin*[Text Word])) OR (Sugar-Sweetened Soft Drin*[Text Word])) OR (Sugar Sweetened Soft Drin*[Text Word])) OR (Drink, Sugar-Sweetened Soft[Text Word])) OR (Drinks, Sugar-Sweetened Soft[Text Word])) OR (Sweetened Beverag*[Text Word])) OR (Beverages, Sweetened[Text Word])) OR (Sugar-Sweetened Sod*[Text Word])) OR (Sugar Sweetened Sod*[Text Word])) OR (Sodas, Sugar-Sweetened[Text Word])) OR (Fruit and Vegetable Juices[MeSH Terms])) OR (Fruit[Text Word] AND Vegetable Juices[Text Word])) OR (Vegetable Juic*[Text Word])) OR (Fruit Juic*[Text Word])) OR (Juice, Fruit[Text Word])) OR (human food[Text Word])) OR (Beverages[MeSH Terms])) OR (Beverag*[Text Word])) OR (Carbohydrate solution[Text Word])) OR (Food formulated[MeSH Terms])) OR (Food formulated[Text Word])) OR (Formulated Foo*[Text Word])) OR (Synthetic Diet[Text Word])) OR (Dietary Formulatio*[Text Word])) OR (Chemically Defined Die*[Text Word])) OR (Elemental Die*[Text Word])) OR (((Dairy Products[MeSH Terms]) OR (Dairy Products[Text Word])) OR (Products, Dairy[Text Word])) NOT (microbiology[MeSH Terms]) NOT (Alcoholic Beverages[MeSH Terms]) NOT (Antioxidants[MeSH Terms]) NOT (diet surveys[MeSH Terms]) NOT (feeding behaviour[MeSH Terms]) NOT (cancer[MeSH Terms]) NOT (fungi[MeSH Terms]) NOT (Milk, Human[MeSH Terms]) NOT ("Metabolism"[Mesh Terms]) NOT ("Enzymes"[Mesh Terms])</p>	

- Busca manual (realizada em: 12/09/2022; atualizada em: 06/01/2023)

Nome	Estratégia	Resultados
AGRICOLA - NAL Cataloging Database	<p>Keyword Anywhere(SUGAR) AND Keyword Anywhere(BEVERAGE) AND Keyword Anywhere(chromatography)</p> <p>Keyword Anywhere(SUGAR) AND Keyword Anywhere(BEVERAGE) AND Keyword Anywhere(titrimetry)</p>	2

Nome	Estratégia	Resultados
	<p>Keyword Anywhere(SUGAR) AND Keyword Anywhere(BEVERAGE) AND Keyword Anywhere(refractometry)</p> <p>Keyword Anywhere(SUGAR) AND Keyword Anywhere(BEVERAGE) AND Keyword Anywhere(spectrophotometry)</p>	
FSTA - Food Science and Technology Abstracts (EBSCO)	SU (chromatography OR Titrimetry OR refractometry OR spectrophotometry) AND (sugar OR sucrose OR fructose OR glucose OR carbohydrates OR lactose OR galactose OR maltose OR monosaccharides OR disaccharide) AND (carbonated beverages OR sugar sweetened beverages OR (fruit and vegetable juice) OR beverage OR Food formulated OR Dairy Products)	17