

1 **PESQUISAS DE FRAUDES EM MÉIS NO ESTADO DO PARÁ, BRASIL.**

2 ***RESEARCH ON FRAUD IN HONEY IN THE STATE OF PARÁ, BRAZIL***

3 **(Artigo submetido a Revista Ars Veterinária)**

4 **Resumo:** A adoção de práticas fraudulentas é comum na cadeia produtiva do mel,
5 associada à popularidade desse alimento e a dificuldade de detecção da adulteração do
6 mel a olho nu ou por degustação. O objetivo desse trabalho foi realizar a pesquisa de
7 possíveis praticas fraudulentas em méis comercializados no estado do Pará. Onde, 14
8 amostras comerciais de méis provenientes de 06 (seis) municípios, no estado do Pará,
9 foram submetidas às análises Lund, Fiehe, Lugol e melissopalinologia. Os resultados
10 obtidos demonstraram 57.14% das amostras apresentaram alteração do precipitado para
11 reação de Lund, indicando alteração no teor proteico. A coloração o azul intenso na reação
12 de Lugol, foi observada em 64.28% das amostras, indicando possível adição de amido. E
13 ainda, 85.71% das amostras apresentaram mudança de coloração para a reação de Fiehe,
14 indicando alteração no teor de hidroximetilfurfural. O conteúdo polínico foi observado
15 em somente 35.71% das amostras. Apenas 21.42% do total das amostras analisadas,
16 foram consideradas autenticas mediante as análises realizadas.

17 **Palavras-chave:** Fiehe; Lund; Lugol; Melissopalinologia; Adulteração do mel

18
19 **Abstract:** The adoption of fraudulents practices is common in the honey production
20 chain, associated with the popularity of this food and the difficulty of detecting
21 adulteration of the honey with the naked eye or by tasting. The objective of this work was
22 to carry out the research of possible fraudulent practices in honeys sold in the state of
23 Pará. Where, 14 commercial samples of honeys from 06 (six) municipalities, in the state
24 of Pará, were submitted to Lund, Fiehe, Lugol and melissopalinology. The results
25 obtained showed 57, 14% of the samples showed a change in the precipitate for Lund's
26 reaction, indicating a change in protein content. The intense blue staining in the Lugol
27 reaction was observed in 64,28% of the samples, indicating a possible addition of starch.
28 In addition, 85,71% of the samples showed a color change for the Fiehe reaction,
29 indicating a change in the hydroxymethylfurfural content. Pollen content was observed
30 in only 35,71% of the samples. Only 21,42% of the total samples analyzed were
31 considered authentic through the analyzes performed.

32 **Key words:** fiehe; lund; lugol; melissopalinology; honey adulteration

INTRODUÇÃO

33

34 O mel é definido como a substância naturalmente doce, produzida por abelhas a
35 partir do néctar de plantas, das secreções das suas partes vivas ou das excreções de insetos
36 sugadores, que as abelhas coletam, transformam e combinam com substâncias específicas
37 próprias. Após produzido, o mel é depositado no favo, onde é armazenado para que seja
38 desidratado e sofra o processo de maturação (Milojković-Opsenica & Tešić 2017). É um
39 produto natural, comercializado como alimento, medicamento e/ou produto nutracêutico,
40 possui preço relativamente alto, é passível de adulteração, por rotulagem indevida ou
41 mistura (Trifković et al., 2017).

42 A legislação brasileira (BRASIL, 2017), considera as alterações ou fraudes de
43 matérias-primas e produtos de origem animal, como infrações. De acordo com o RIISSPOA, as
44 matérias primas ou produtos são considerados fraudados ou falsificados quando, tenham
45 sido privados de seus componentes ou substituídos por outros ou ainda com adição de
46 qualquer ingrediente, aditivos, coadjuvantes ou de substâncias objetivando dissimular ou
47 ocultar alterações, deficiências, defeitos na elaboração ou de aumentar o volume ou peso
48 do produto.

49 De acordo com Zábrowská; Vorlová (2014), a adulteração do mel divide-se
50 basicamente em dois tipos: adulteração indireta onde, é realizada pela alimentação de
51 abelhas com xaropes de açúcares, no estágio em que as crias se tornam naturalmente
52 disponíveis, sendo extremamente difícil de ser detectada, e adulteração direta, quando
53 uma substância é adicionada diretamente ao mel, podendo ser detectada por análises
54 tradicionais da composição química e propriedades físicas do produto, aplicadas
55 rotineiramente antes da sua comercialização.

56 As fraudes e adulterações do mel podem ser detectadas a partir de métodos
57 analíticos que permitem a sua caracterização confiável e classificação, sendo eles

58 subdivididos em: análise sensorial, análises físico-químicas e melissopalínologia. A
59 combinação de tais métodos pode gerar uma prova de autenticidade do produto
60 (Milojković-Opsenica & Tešić 2017). Para Souza-Kruliski et al. (2010), os testes
61 químicos qualitativos são de extrema importância para a detecção de adulteração em méis,
62 devido ao seu baixo custo, podendo ser realizados por laboratórios de análises químicas
63 básicas e, de acordo com Marchini et al. (2005), os testes de Lund, Lugol e Fiehe podem
64 ser utilizados para determinar a autenticidade do mel.

65 Além disso, Bart (2004) destaca que o mel quando originalmente preparado pelas
66 abelhas, possui grãos de pólen, que se depositam ocasionalmente no produto, sendo
67 armazenados e utilizados como alimento para as larvas, podendo futuramente ser
68 utilizados como parâmetro para determinação da origem fitogeográfica do mel, a partir
69 de análise polínica. Desta forma Von Der Ohe et al (2004), destacam que a análise do
70 pólen pode, portanto, ser útil para determinar e controlar a localização geográfica e
71 origem botânica de méis, mesmo que sensoriais e análises físico-químicas também são
72 necessário para um diagnóstico correto de origem botânica.

73 Em geral, as fraudes no mel são difíceis de serem detectadas a olho nu e, dessa
74 forma, a combinação de testes e técnicas pode ser útil para detecção de possíveis
75 adulterações, pois avaliam vários parâmetros com rapidez e especificidade. Porém, apesar
76 de se tratar de testes simples, poucos dados estão disponíveis a respeito da autenticidade
77 de méis, em especial daqueles comercializados no norte do Brasil. Nesse sentido, objetivo
78 deste estudo foi avaliar a autenticidade dos méis comercializados no nordeste do estado
79 do Pará, utilizando os testes químicos qualitativos de Lugol, Lund e Fiehe, bem como
80 análise do conteúdo polínico.

MATERIAL E MÉTODOS

81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100
101
102
103
104
105

Para a realização do presente estudo, amostras de mel comercialmente disponíveis foram coletadas em estabelecimentos localizados na mesorregião nordeste do estado do Pará, Brasil, provenientes de espécies de abelhas *Apis mellifera ligustica* (M1, M3, M5, M7, M9, M11, M13) e *Melipona fasciculata* (M2, M4, M6, M8, M10, M12, M14).

O tamanho amostral foi calculado considerando uma prevalência estimada de autenticação de 50% e determinada de acordo com o método proposto por Spiegel et al. (2004), levando em consideração um erro amostral de 5% e nível de significância de 95%, sendo as coletas realizadas nos municípios

XX

Após as coletas, as amostras foram submetidas a análises químicas qualitativas e a análise polínica.

As análises químicas quantitativas (Fiehe, Lund e Lugol), foram realizadas de acordo com a metodologia proposta pelo Instituto Adolfo Lutz (2008), com adaptações. Para a Reação de Lund, 2 g de mel foram pesadas e homogeneizadas com 20 mL de água destilada. Após, o conteúdo foi adicionado em tubo de 50mL, homogeneizado e acrescido de 5 mL de solução de ácido tânico a 0,5% (0,5 gramas de ácido tânico em 100 mL de água) previamente preparada, completando o volume final com água destilada para 40 mL. Após o material foi homogeneizado e permaneceu em repouso por 24 h, ao abrigo da luz. Foram consideradas autênticas as amostras que formaram precipitado dentro do limite 0,6 a 3,0 mL, e positivas para adulteração as amostras que excedem esse limite.

Para a Reação de Lugol, 20 g de mel foram pesados e misturados com 40 mL de água destilada. Após a homogeneização, as amostras foram mantidas em repouso em banho Maria fervente por 1 h, seguido de resfriamento e da adição de 0,5 mL de solução de Lugol (dissolução de 1 g de Iodo ressublimado em 10 mL de água contendo 3 g de

106 iodeto de potássio, diluído em 50 mL de água), previamente preparada. Foram
107 consideradas negativas para fraude as amostras quando não apresentarem mudança de
108 coloração, e positivas para fraudes, as amostras que apresentarem a mudança de coloração
109 para o azul intenso.

110 Já para a Reação de Fiehe, 5 mL de cada amostra foram pesados e adicionados 5mL
111 de mel e agitados vagorosamente até a homogeneização completa. A camada etérea obtida
112 a partir da mistura foi transferida para um tubo de ensaio e foram adicionados 0,5 mL de
113 solução de resorcina em meio ácido (0,5 g de resorcina dissolvida em 50 mL de ácido
114 clorídrico). Foram consideradas negativas para possíveis fraudes as amostras que não
115 apresentarem mudança de coloração e positivas para fraudes quando apresentaram a
116 coloração vermelho intenso.

117 Para detecção de grãos de pólen nas amostras (Melissopalynologia) foi utilizado o
118 método proposto por Louveaux et al. (1970), onde foram pesados uma solução contendo
119 20 g de mel e 20 mL de água destilada, após a homogeneização, uma alíquota de 5 mL
120 do material foram centrifugados a 5.000 rpm, por 10 min. A partir desse material foram
121 preparadas lâminas com o material precipitado para identificação dos grãos de pólen.

122 Após a obtenção dos resultados, no intuito de estimar a probabilidade condicional
123 dos métodos de Lund, Fiehe, Lugol e Palinologia, foi utilizado o teste Crivo (Ayres,
124 2012), que identifica o desempenho dos métodos em relação a autenticidade do mel. O
125 referido teste estatístico foi realizado por meio do software Bioestat versão 5.3, onde
126 destacaram-se as seguintes medidas: Sensibilidade, Especificidade, Prevalência, Valor
127 Preditivo Positivo, Valor Preditivo Negativo, Falso-Positivo, Falso-Negativo e Acurácia.

128 Por meio do mesmo teste também foi obtida a prevalência dos méis, onde calculou-
129 se o total de méis considerados falsos sobre o total de méis da amostra deste estudo
130 (proporção de méis fraudados).

131 RESULTADOS E DISCUSSÃO

132 A Tabela 1 demonstra os resultados obtidos a partir das análises químicas
133 quantitativas realizadas.

134 Os resultados obtidos a partir da reação de Lund apontaram que 57,14% (8/14) das
135 amostras, apresentaram formação de precipitado fora do limite estabelecido (de 0,6 mL a
136 3,0 mL de precipitado). Dessas, 50% correspondem a méis de *Apis mellifera ligustica* e
137 50% aos méis de *Melipona fasciculata*. Os resultados indicam que os albuminoides
138 naturalmente presentes no mel puro não estavam contidos em metade das amostras
139 analisadas, caracterizando a adulteração dessas amostras. De acordo com Richter et al.
140 (2011), resultado inferior a 0,6 mL, representa uma diluição do mel ou possíveis perdas
141 durante o processamento.

142 Oliveira & Santos (2011), quando avaliaram a autenticidade de méis
143 comercializados em feira livres e comércios populares em São Paulo obtiveram resultados
144 superiores aos demonstrados no presente estudo demonstrando que somente o resultado
145 obtido na reação de Lund não é eficiente para testar a autenticidade do mel. Os autores
146 verificaram que de 5 amostras coletadas, 3 apresentaram resultado positivo para reação
147 de Lund. Essa análise foi complementada pelas reações de Fiehe e Lugol que constataram
148 que 80% das amostras analisadas estavam adulteradas. No presente estudo observou-se
149 ainda que a amostra M13 apresentou excesso de precipitado (superior a 3,0 mL), o que
150 apontar uma alta proporção de substâncias proteicas. Richter et al. (2011) corroboram
151 com essa afirmativa, já que segundo esses autores a adulteração do mel verificada por
152 esta reação indica no caso de resultado excedente a 3 mL de formação de precipitados, a
153 adição de substâncias proteicas. Supõe-se que esse fato pode ser associado à alimentação
154 proteica artificial (proteína de soja) dada as abelhas, ou também a prensagem demasiada
155 dos favos no momento da coleta, que provoca não somente a elevação do teor proteico,
156 mas também o aumento do teor de gordura.

157 Os resultados a partir da reação de Lugol, demonstraram que, em 64,28% (9/14) das
158 amostras analisadas observou-se a mudança de coloração para o azul intenso, indicando
159 que o mel foi possivelmente adulterado, com objetivo de aumentar sua viscosidade e
160 densidade. Na pesquisa de Salazar et al. (2017), os autores observaram que as amostras
161 analisadas foram negativas para o referido teste, ou seja, não foram adulteradas pela
162 adição de amido. Contudo os resultados de Ribeiro et al. (2009), apontaram que, ao
163 analisarem pela reação de Lugol, um total de 35 amostras de méis (25 inspecionadas e 10
164 clandestinas) comercializadas no estado do Rio de Janeiro obtiveram resultados positivos
165 para adulteração por amido em 70% das amostras clandestinas. Da mesma forma Buligon
166 et al. (2015), também detectaram essa adulteração, quando avaliaram méis da região
167 noroeste do estado do Rio Grande do Sul e observaram resultado positivo para Lugol em
168 40% das amostras analisadas.

169 Para Guler et al. (2007), o método mais frequente de adulteração do mel é a adição
170 de sacarose. Quando analisado a partir de determinações físico-químicas, o percentual
171 desse açúcar no mel não deve exceder 1% de sua massa seca e o aumento desse percentual
172 pode ser resultado de uma alimentação artificial das abelhas (uso de xarope de sacarose),
173 método esse também considerado como prática fraudulenta.

174 É válido ressaltar que na região norte do Brasil, onde as amostras foram coletadas,
175 a alimentação artificial é uma prática comum nas culturas de abelhas, principalmente
176 durante o inverno, os criadores utilizam esse método de alimentação para manter o
177 equilíbrio da colmeia durante o período chuvoso, o que pode sugerir que o mel produzido
178 durante esse período de alimentação artificial é um mel adulterado, assim como
179 alimentação artificial utilizando xarope de açúcar, pode também ser detectada pelo teste
180 de Lugol, tendo em vista a composição do açúcar comercial que contém amido e dextrina.,
181 Para Milojković Opsenica, et al. (2017), isso pode ser caracterizado como uma

182 adulteração indireta, sendo que a adulteração direta significa a adição de substância
183 estranha, ou seja, um pouco de xarope de açúcar, diretamente ao mel, enquanto
184 adulteração indireta de mel implica alimentação abelhas com açúcares industriais.

185 Os resultados obtidos no presente estudo com relação a Reação de Fiehe,
186 demonstraram que 85,71% (12/14) das amostras apresentaram reação positiva para essa
187 análise, o que pode ser um indicativo de alteração no produto, relacionada a uma possível
188 adição de xarope ou superaquecimento. Nos estudos de Richter et al. (2011), 10,5% das
189 amostras avaliadas apresentaram resultados positivos para Fiehe e Buligon et al. (2015)
190 observaram que cerca de 80% das amostras de méis analisadas foram negativas para este
191 teste.

192 O xarope é produzido em fogo brando e quando adicionado ao mel para adulteração
193 altera seu teor de HMF, que a reação de Fiehe é capaz de detectar qualitativamente.
194 Todavia um resultado positivo para o teste de Fiehe nem sempre é um indicativo de
195 provável adição de açúcares comerciais no mel, tendo em vista que o armazenamento
196 inadequado desse alimento pode alterar suas características por ação de temperaturas
197 elevadas, associadas ou não com embalagens inadequadas proporcionando o aumentar do
198 teor de hidroximetilfurfural (HMF), componente este responsável pela coloração
199 vermelho intenso quando em meio ácido reage com a resorcina, identificadas nas
200 amostras M1 e M7. Essa afirmativa corrobora com os resultados obtidos nos estudos de
201 Richter et al. (2011), onde os autores concluíram que a formação do HMF ocorre ao longo
202 do envelhecimento do produto, indicando que quanto maior o seu nível mais próximo o
203 mel está de fermentar. Da mesma forma, os resultados obtidos por Cordeiro et al. (2012),
204 confirmaram que os valores de HMF, são menores em méis recém colhidos, pois ainda
205 não passaram por exposição a temperaturas ambientais.

206 Os valores elevados de HMF, podem reduzir o valor nutritivo do mel e isso se dá
207 devido a destruição de enzimas e vitaminas, que são sensíveis ao calor, uma característica
208 natural desses nutrientes. De acordo com Salazar et al. (2017), o hidroximetilfurfural é
209 utilizado como indicador de qualidade, uma vez que resulta da degradação de enzimas
210 diferentes tipos de mel, embora apenas pequenas quantidades de enzimas sejam
211 encontradas no mel maduro.

212 A Tabela 2 demonstra os resultados obtidos mediante a análise polínica das amostras
213 estudadas.

214 No presente estudo mediante a análise do conteúdo polínico, foi possível observar
215 apenas em 35,71% (5/14) das amostras, a presença e origem do pólen. Feas et al. (2010),
216 analisando o do mel artesanal produzido no Noroeste de Portugal observaram a ocorrência
217 dos 21 tipos de pólen identificados a partir das 45 amostras estudadas.

218 Em nossos resultados, 64,28% (9/14) das amostras não apresentaram conteúdo
219 polínico, e em 7,14% (1/14) desse total, foi possível observar somente a presença de
220 esporos de origem desconhecidas. De acordo com Milojković Opsenica, et al. (2017), a
221 Melissopalínologia, ou análise do conteúdo polínico, é simplesmente a análise de pólen
222 por luz microscopia, método usado para determinar a origem botânica bem como para
223 identificação de esporos no mel.

224 Para Milojković Opsenica, et al. (2017), além da identificação da origem botânica
225 e geográfica o estudo do conteúdo polínico pode ser utilizado para avaliar a autenticidade
226 do mel. Desta forma a presença do pólen também pode ser considerado como um
227 parâmetro de confirmação de possíveis fraudes em méis comercializados tendo em vista
228 de sua presença é capaz de atestar que as abelhas depositaram naturalmente durante a
229 produção do mel na colmeia.

230 Na amostra M10, originaria da espécie *Melipona fasciculata*, foi possível se
231 observar pelo teste de Lugol, que a amostra continha, amido na composição e quando
232 avaliada pelos diferentes testes de Lund e Fiehe, apresentaram resultados foram positivos
233 para fraude, a partir da análise polínica, foi possível observar a presença natural de grãos
234 de pólen na amostra M10, confirmando assim que a fraude realizada nessa amostra foi
235 por mistura, e/ou adição de xaropes e/ou mistura com mel originário de outra espécie de
236 abelha. Spink et al. (2017), reforçam que a adulteração ilegal e intencional é
237 economicamente motivada por ganho econômico usando alimentos, caracterizada pela
238 adição de substâncias adulterantes (adulteração), substituição, diluição, falsas declarações
239 ou rotulagem incorreta entre outros. Hong et al. (2017), afirmam que a autenticação do
240 produto é essencial para evitar a concorrência desleal.

241 Na região estudada a fraude por mistura com méis de diferentes espécies é comum
242 e muito praticada e isso se deve ao fato de que o mel de abelha do gênero *Melipona*,
243 possui um preço elevado no mercado consumidor, por suas características peculiares, que
244 o difere do mel das abelhas do gênero *Apis*. De acordo com Johnson (2014), é comum a
245 comercialização adulteração de alimentos com substâncias de baixo valor comercial e
246 para Milojković-Opsenica & Tešić (2015), os méis de fontes botânicas especificadas
247 geralmente comandam um preço *Premium*, devido ao seu organoléptico ou propriedades
248 farmacológicas. Nesse sentido, a autenticação do mel garante sua qualidade e valor
249 econômico, bem como suas propriedades naturais e o resultado da amostra em questão
250 sugere que os méis comercializados na região alvo do estudo estão suscetíveis a esse tipo
251 de ilegalidade.

252 A mostra M1, que apresentou resultado positivo para o teste de Fiehe, devido a
253 apresenta qualitativa do HMF. Todavia, a partir da análise polínica foi possível detectar a
254 presença de grãos de pólen, e desta forma, a referida amostra pode ser caracterizada como

255 uma amostra fraudada por mistura de xarope de açúcar ou ainda considerada uma amostra
256 superaquecida.

257 Por meio do teste Crivo, os métodos de Lugol e Palinologia obtiveram a
258 especificidade e o valor preditivo positivo com percentual de 100% (Tabela 3)

259 Devido a elevada especificidade demonstrada nos métodos aplicados no presente
260 estudo, podemos avaliar a capacidade na identificação dos méis considerados verdadeiros
261 (autenticidade) e considerados negativos (métodos de Lugol e Palinologia). E em relação
262 ao valor preditivo positivo, ainda os métodos de Lugol e Palinologia, proporcionaram um
263 bom desempenho identificando a fraude no mel, referindo-se as amostras que obtiveram
264 resultados negativo no método de Lugol e ausência do conteúdo polínico.

265 Os resultados obtidos também evidenciaram um desempenho promissor dos
266 métodos de Fiehe, Lugol e Palinologia, pois os mesmos apresentaram acurácia aceitável
267 de 85,71% cada método, para identificação das fraudes de méis, ou seja, houve um alto
268 grau de exatidão destes três métodos aplicados neste estudo.

269 No método de Fiehe, observou-se um ao alto percentual na sensibilidade de 90,91%,
270 que demonstra o bom desempenho do método, devido a ter uma alta proporção entre os
271 méis cujo resultado foi positivo e méis da amostra considerados falsos (pela
272 autenticidade). O referido método também apresentou um alto percentual do valor
273 preditivo positivo (90,91%), pois obteve-se uma alta proporção entre o número de méis
274 falsos com resultado do método negativo e o número total de méis negativos (tanto
275 autenticados como verdadeiros como autenticados com falsos).

276 Com os resultados obtidos por meio do teste Crivo, verificou-se que o método de
277 Lund não teve um bom desempenho para verificar fraudes nos méis, pois apresentou
278 sensibilidade, especificidade e acurácia com percentuais baixos. Além disso, este método
279 apresentou 100 % no percentual do falso-positivo, ou seja, isto representa a alta proporção

280 de méis identificados como verdadeiros (autenticidade) sendo que o resultado do método
281 de Lund foi identificado como negativo.

282 Para o resultado da prevalência, foi feito o cálculo dividindo o total de méis
283 identificados como falso (autenticidade) sobre o total de méis da amostra, onde verificou-
284 se que em todos os quatro métodos a prevalência de méis falsos foi de 78,60%.

285 CONCLUSÃO

286 Os testes de autenticidade quando aplicados em conjunto, foram capazes de detectar
287 fraudes nas mostras de mel comercializadas no estado do Pará. O teste de lugol e a análise
288 do conteúdo polínico, apresentaram elevado grau de especificidade, tornando-se boas
289 ferramentas individuais para detecção de possível fraudes. Contudo o teste de Lund não
290 teve um bom desempenho para verificar fraudes nos méis, pois apresentou sensibilidade,
291 especificidade e acurácia com percentuais baixos no percentual do falso-positivo

292 REFERENCIAS

293 AYRES, MANUEL. **Elementos da bioestatística** – A seiva do açazeiro, CNPQ/MCT,
294 Belém, PA, 2012. 588 p.

295 BARTH, Ortrud Monika. Melissopalinologia no Brasil: uma revisão da análise polínica
296 de méis, própolis e cargas polínicas de abelhas. **Sci. agric. (Piracicaba, Braz.)** ,
297 Piracicaba, v. 61, n. 3, pág. 342-350, junho de 2004. Doi: [https://doi.org/10.1590/S0103-](https://doi.org/10.1590/S0103-90162004000300018)
298 [90162004000300018](https://doi.org/10.1590/S0103-90162004000300018)

299 BULIGON C, PEGORARO N, BERSCH P, SALAZAR RFS, SALAZAR LN. Avaliação
300 de fraudes em méis consumidos na Região Noroeste do Rio Grande do Sul.
301 **Disciplinarum Scientia. Série Ciências da Saúde**. 2016;16(2):213-220.

302 CORDEIRO, C. A; ROCHA, D. R. S; SANTANA, R. F; MENDONÇA, L. S; SOARES
303 C. M. F; CARDOSO J. C; LIMA, A. S. Avaliação da qualidade de méis produzidos no
304 estado de Sergipe. **Scientia plena** v.8, n.12, p.6, 2012. Disponível em:
305 <https://www.scientiaplenu.org.br/sp/article/view/1036/628>. Acessado em:17/03/2020.

306 FEÁS X, PIRES J, IGLESIAS A, ESTEVINHO ML. Characterization of artisanal honey

307 produced on the northwest of Portugal by melissopalynological and physico-chemical.
308 **Food and chemical toxicology**. v.48, n.12, p.3462–3470, 2010. [Doi:](https://doi.org/10.1016/j.fct.2010.09.024)
309 <https://doi.org/10.1016/j.fct.2010.09.024>.

310 GULER A, KOCAOKUTGEN H, GARİPOĞLU AV, ONDER H, EKINCI D, BIYIK S.
311 Detection of adulterated honey produced by honeybee (*Apis mellifera* L.) colonies fed
312 with different levels of commercial industrial sugar (C3 and C4 plants) syrups by the
313 carbon isotope ratio analysis. **Food chemistry**. v.155 n.2014. p.155–60, 2014. [Doi:](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.01.033)
314 <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.01.033>.

315 HONG E, LEE SY, JEONG JY, PARK JM, KIM BH, KWON K, CHUN, H.S. Modern
316 analytical methods for the detection of food fraud and adulteration by food category:
317 adulterated food categories and their analytical methods. **Journal of the science of food
318 and agriculture**. v.97, n.12, p.3877–96, 2017. [Doi:](https://doi.org/10.1002/jsfa.8364) <https://doi.org/10.1002/jsfa.8364>.

319 INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos.
320 Edição IV. Cordenadores Odair Zenebon, Neussadoc Pascuet e Paulo Tiglea -- São Paulo:
321 2008. Disponível em:
322 http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2_008.pdf.
323 Acessado em 30/01/2020.

324 JOHNSON, R. Food fraud and “economically motivated adulteration” of food and food
325 ingredients. P. 45, 2014. [Doi:](https://fas.org/sgp/crs/misc/R43358.pdf) <https://fas.org/sgp/crs/misc/R43358.pdf>

326 LOUVEAUX, J.; MAURIZIO, A.; VORWOHL, G. Methods of melissopalynology. **Bee
327 world**, 59(4): 139–157, 1978. [Doi:](https://doi.org/10.1080/0005772X.1978.11097714) <https://doi.org/10.1080/0005772X.1978.11097714>.

328 MARCHINI, Luís Carlos; MORETI, Augusta Carolina de Camargo Carmello; OTSUK,
329 Ivani Pozar. Análise de agrupamento, com base na composição físico-química, de
330 amostras de méis produzidos por *Apis mellifera* L. no Estado de São Paulo. **Ciênc.
331 Tecnol. Aliment.**, Campinas, v. 25, n. 1, p. 8-17, Mar. 2005
332 [Doi:](https://doi.org/10.1590/S0101-20612005000100003) <https://doi.org/10.1590/S0101-20612005000100003>.

333 AKHLOUFI, C.; KERKVLİET, J.; SCHWEITZER, P. Characterisation of some
334 monofloral Algerian honeys by pollen analysis. **Grana**, 54 (2):156–166, 2015. [Doi:](https://doi.org/10.1080/00173134.2014.999116)
335 <https://doi.org/10.1080/00173134.2014.999116>.

336 MILOJKOVIĆ OPSENICA, D.; LUŠIĆ, D.; TEŠIĆ, Ž. Modern analytical techniques in
337 the assessment of the authenticity of serbian honey / moderne analitičke tehnike u procjeni
338 izvornosti meda iz srbije. **Archives of industrial hygiene and toxicology**, 66 (4): 233–
339 241,2015. Doi: <https://doi.org/10.1515/aiht-2015-66-2721>.

340 MILOJKOVIĆ-OPSENICA, D.; TESIC, Z. Assessment of the authenticity of honey
341 **Journal of AOAC Internacional**. 100(4): 825, 2017.
342 Doi: <http://dx.doi.org/10.1515/aiht-2015-66-2721>.

343 OLIVEIRA, E. N. A.; SANTOS, D. C. Análise físico-química de méis de abelhas
344 africanizada e nativa. *Revista do instituto adolfo lutz*; 70(2): 132-138, 2011.
345 <http://periodicos.ses.sp.bvs.br/pdf/rial/v70n2/v70n2a05.pdf>

346 RIBEIRO, R. O.; SILVA, C.; MONTEIRO, M. L.; BAPTISTA, R. F.; GUIMARÃES, C.
347 F. MÁRSICO, E. T. MANO, S. B. PARDI, H. S. Avaliação comparativa da qualidade
348 físico-química de méis inspecionados e clandestinos, comercializados no estado do rio de
349 janeiro, brasil. **Revista brasileira de ciências veterinárias** v.16, n.1, p.3-7, 2009. Doi:
350 <http://doi.editoracubo.com.br/10.4322/rbcv.2014.160>
351

352 RICHTER, W.; JANSEN, C.; VENZKE, T. S. L.; MENDONÇA, C. R. B.; BORGES, C.
353 D. Avaliação da qualidade físico-química do mel produzido na cidade de pelotas/rs.
354 **Revista alimentos e nutrição de araraquara**. 22(4): 547-553, 2011. Disponível em:
355 <http://serv-bib.fcfar.unesp.br/seer/index.php/alimentos/article/viewFile/1586/1166>.
356 Acessado em: 15/02/2020.

357 SALAZAR, L. N.; FREITAS, A.B.B.; LUZ, M.V.; BERSCH, P.; SALAZAR, R.F.S.
358 Physicochemical characterization of honey from different regions in rio grande do sul
359 state labeled with different inspection service stamps. **Ciência e natura**. v.39 n.3, p. 656
360 – 665. 2017. Disponível em:
361 <https://periodicos.ufsm.br/cienciaenatura/article/view/27036/pdf> Acessado em:
362 13/04/2020.

363 SANTOS, A.B; MOURA, C.M; CAMARA, M.L. Determinação da autenticidade dos
364 meis vendidos nas feiras livres e comércios populares **brazilian educational technology**:

365 **research and learning**, 2(3): 135-147, 2011. Disponível em:
366 <http://inseer.ibict.br/betrl/index.php/betrl/article/view/94> Acesso em 13/03/2020.

367 ŠPÁNIK, I; PAŽITNÁ, A; ŠIŠKA, P; *et al.* The determination of botanical origin of
368 honeys based on enantiomer distribution of chiral volatile organic compounds. **Food**
369 **Chemistry**, v. 158, p. 497–503, 2014.

370 Souza-kruliski, Cibele Regina de et al. Estudo de adulteração em méis brasileiros através
371 de razão isotópica do carbono. **Ciência e Agroecologia**. 34(2):434-439. Doi:
372 <http://dx.doi.org/10.1590/S1413-70542010000200023>.

373 Trifković, J. et al. Analytical methods in tracing honey authenticity. *Journal of AOAC*
374 *International*, 100 (4): 827–839, 2017. Disponível em:
375 <https://www.ingentaconnect.com/content/aoac/jaoac/2017/00000100/00000004/art00002?crawler=true&mimetype=application/pdf>. Acessado
376

377

378 Tabela 1. Resultados das análises de Lund, Lugol e Fiehe, para avaliação da autenticidade
379 dos méis comercializados no estado do Pará, Brasil

Amostra	Município	Espécie produtora, segundo informação de venda	Reação de Lund	Reação de Lugol	Reação de Fiehe
M1	Bragança	<i>Apis mellifera ligustica</i>	2,10 mL	Negativo	Positivo
M2	Bragança	<i>Melipona fasciculata</i>	1,50 mL	Negativo	Negativo
M3	Capanema	<i>Apis mellifera ligustica</i>	0,00 mL	Positivo	Positivo
M4	Capanema	<i>Melipona fasciculata</i>	0,00 mL	Positivo	Positivo
M5	Nova Timboteua	<i>Apis mellifera ligustica</i>	0,00 mL	Positivo	Positivo
M6	Nova Timboteua	<i>Melipona fasciculata</i>	0,00 mL	Positivo	Positivo
M7	Nova Timboteua	<i>Apis mellifera ligustica</i>	2,5 mL	Negativo	Positivo
M8	Nova Timboteua	<i>Melipona fasciculata</i>	0,00 mL	Positivo	Positivo
M9	São João de Pirabas	<i>Apis mellifera ligustica</i>	1,00 mL	Negativo	Negativo
M10	São João de Pirabas	<i>Melipona fasciculata</i>	1,20 mL	Positivo	Positivo
M11	Salinópolis	<i>Apis mellifera ligustica</i>	0,00 mL	Positivo	Positivo
M12	Salinópolis	<i>Melipona fasciculata</i>	0,00 mL	Positivo	Positivo
M13	Tracuateua	<i>Apis mellifera ligustica</i>	7,8 mL	Positivo	Positivo
M14	Tracuateua	<i>Melipona fasciculata</i>	2,5 mL	Negativo	Negativo

380

381

382 Tabela 2. Resultados na análise polínica para determinação da presença de pólen para
 383 avaliação da autenticidade dos méis comercializados no estado do Pará, Brasil

Amostra	Município	Mel comercializado como da espécie	Conteúdo polínico	Descrição
M1	Bragança	<i>Apis mellifera ligustica</i>	Presença	Presença de pólen com predominância de: Leg. <i>Fabaceae</i> , <i>Anacardiaceae</i> , Leg. <i>Mimosaceae</i> , <i>Palmae</i> e <i>Cecropia</i>
M2	Bragança	<i>Melipona fasciculata</i>	Presença	Presença de pólen com predominância de: <i>Tricolporado (Anacardiaceae)</i> , <i>Myrtaceae</i> , <i>Hyptis</i> , <i>Mimosa</i> , <i>Spermacoce (Borreria)</i>
M3	Capanema	<i>Apis mellifera ligustica</i>	Ausência	-
M4	Capanema	<i>Melipona fasciculata</i>	Ausência	-
M5	Nova Timboteua	<i>Apis mellifera ligustica</i>	Ausência	-
M6	Nova Timboteua	<i>Melipona fasciculata</i>	Ausência	-
M7	Nova Timboteua	<i>Apis mellifera ligustica</i>	Ausência	-
M8	Nova Timboteua	<i>Melipona fasciculata</i>	Ausência	-
M9	São João de Pirabas	<i>Apis mellifera ligustica</i>	Presença	<i>Mimosa</i> , <i>Compositae</i> , <i>Spermacoce (Borreria)</i>
M10	São João de Pirabas	<i>Melipona fasciculata</i>	Presença	<i>Myrtaceae</i> , <i>Tapirira guianensis</i>
M11	Salinópolis	<i>Apis mellifera ligustica</i>	Ausência	-
M12	Salinópolis	<i>Melipona fasciculata</i>	Ausência	-
M13	Tracuateua	<i>Apis mellifera ligustica</i>	Ausência	Sem pólen Presença de material orgânico sem distinção. Estruturas compridas vermiformes. Uma estrutura na forma de esporo.
M14	Tracuateua	<i>Melipona fasciculata</i>	Presença	<i>Myrtaceae</i> , <i>Tricolporado (Anacardiaceae)</i> , <i>Hyptis</i> , <i>Tricolporado grande</i>

384

385 Tabela 3 - Resultados analisados pelo teste do Teste Crivo para avaliação da autenticidade
 386 dos méis comercializados no estado do Pará, Brasil

Teste Crivo	Método			
	Reação de Lugol	Palinologia	Reação de Fiehe	Reação de Lund
Sensibilidade (%)	81,82	81,82	90,91	27,27
Especificidade (%)	100,00	100,00	66,67	0,00
Prevalência (%)	78,60	78,60	78,60	78,60
Valor Preditivo Positivo (%)	100,00	100,00	90,91	50,00
Valor Preditivo Negativo (%)	60,00	60,00	66,67	0,00
Falso Positivo (%)	0,00	0,00	33,33	100,00
Falso Negativo (%)	18,18	18,18	9,09	72,73
Acurácia (%)	85,71	85,71	85,71	21,43

387