

VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE SEDIMENTOS EM CAFÉ TORRADO E MOÍDO¹

¹ Trabalho da parceria LANAGRO-MG/MAPA, CNPq, EMBRAPA CAFÉ, IMA-MG; CORREA, J. A., Bolsista Projeto Sagres/CNPq, Lanagro-MG, Pedro Leopoldo-MG, jessicaalmeidacorrea@yahoo.com.br; SANTOS, J. C. F., Pesquisador, Fitotecnista, D.Sc, Embrapa Café, Brasília-DF, julio.cesar@embrapa.br; MENDES, L. C., Bolsista Projeto Sagres/CNPq, Lanagro-MG, Pedro Leopoldo-MG, lumenacunha@yahoo.com.br; ALKMIM FILHO, J. F. de, Fiscal Federal, D.Sc, Lanagro-MG, Pedro Leopoldo-MG, juarez.filho@agricultura.gov.br; SILVA, D. V. R. da, Fiscal Assist. Agrop. Espec., IMA-MG, Lanagro-MG, Pedro Leopoldo-MG, dvicentereis@hotmail.com; JESUS, L. N. de, Bolsista do Projeto Sagres/CNPq, Lanagro-MG, Pedro Leopoldo-MG, leonar.dononato@hotmail.com; DIBAI, W. L. S., Fiscal Agrop. Quím., M.Sc., IMA-MG, Lanagro-MG, Pedro Leopoldo-MG, wagnerdibai@yahoo.com.br

A adulteração do café torrado e moído é caracterizada pela presença de impurezas como cascas e paus, sedimentos de areia, terra e torrões, e matérias estranhas como milho, trigo e cevada, os quais são adicionados ao produto de forma intencional ou não (ASSAD *et al.*, 2002; LOPEZ, 1983). A detecção de sedimentos é um indicativo da presença de areia, terra ou torrões que podem ser adicionados intencionalmente ou ser resultante da ausência de boas práticas, que favorece a contaminação do produto no campo e na indústria, comprometendo a sua qualidade e depreciando a sua valorização.

Na determinação de sedimentos no café torrado e moído, aplica-se método de mesmo princípio para detecção de impurezas, consistindo do processo de decantação do sedimento, preparação de lâminas e análise visual com auxílio do microscópio estereoscópico (AOAC, 1995; LOPEZ, 1974). Essa validação deve garantir que o método atenda às exigências técnicas e científicas das aplicações analíticas (BRASIL, 2003). Portanto este trabalho teve o objetivo de validar um método analítico para a detecção e quantificação de sedimentos em café torrado e moído, respaldando o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) nas atividades de fiscalização e avaliação da qualidade do café torrado e moído.

As análises para determinação dos sedimentos areia, terra e torrões em café torrado e moído, foram realizadas na unidade de microscopia do Laboratório Nacional Agropecuário (LANAGRO), do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA) situado em Pedro Leopoldo, MG. Um conjunto de 30 amostras de café torrado e moído foi analisado com duplicação por dois analistas, totalizando 120 determinações com os resultados em porcentagens de sedimentos.

As amostras originais sem fortificação foram submetidas ao método de Lopez (1974), constando nos resultados ausência de sedimentos. As fortificações das amostras ocorreram em cinco níveis de concentração do sedimento areia 0,4%; 0,8%; 1,2%; 1,6% e 3%. Os níveis foram definidos levando-se em conta o histórico de presença de sedimentos em amostras de café já analisadas nos laboratórios credenciados pelo MAPA, cujos índices da soma de sedimentos e impurezas ultrapassaram o nível máximo permitido de 1%.

O método a ser validado foi desenvolvido por Lopez (1974) para detecção e quantificação de sedimentos em café torrado e moído, o qual teve adaptação e detalhamento das etapas de preparação da amostra, decantação do sedimento, seleção microscópica e determinação do sedimento, procedendo-se em seguida com as etapas específicas do processo de validação. Para se proceder a validação do método foram avaliados os parâmetros de precisão sob condições de repetibilidade, precisão sob condições intermediária, seletividade dos sedimentos, exatidão das análises e incerteza da medição.

Para determinação da precisão do método sob condições de repetibilidade, os analistas replicaram a análise de cada amostra. O índice de precisão foi expresso em desvio padrão relativo e coeficiente de variação. Para métodos empregados em determinações em nível de traços são aceitáveis valores de desvio padrão relativo até 20% e para métodos microscópicos o desvio padrão pode apresentar uma variabilidade de 20 a 25% (CODEX ALIMENTARIUS, 2005; INMETRO, 2010).

Na determinação da precisão sob condições intermediária, as amostras analisadas também foram divididas nas cinco concentrações: 0,4%, 0,8%, 1,2%, 1,6% e 3%. Esta estratificação foi necessária, pois a variabilidade dos resultados diminui significativamente à medida que se aumenta a concentração de sedimentos na amostra (BRASIL, 2011). Torna-se importante, avaliar a precisão do método nas diferentes faixas para verificar se os desvios padrões obtidos estão dentro de uma faixa aceitável.

Resultados e conclusões

Na determinação da precisão em condições de repetibilidade para os dois analistas e comparando os resultados nas cinco faixas de concentração dos sedimentos, observou-se que para o analista 1 o coeficiente de variação variou de 5,32 % nas concentrações de 0,8 e 3 % de sedimentos a 8,64 % na concentração de 1,2 % (Tabela 1).

Tabela 1 - Desvio padrão e coeficiente de variação em diversas concentrações de sedimentos do café torrado e moído analisadas pelo analista 1.

Concentração de Sedimentos (%)	Desvio Padrão	Média Geral	Coefficiente de Variação (%)
0,4	0,032574274	0,461	7,066003
0,8	0,045476734	0,853	5,328264
1,2	0,102984141	1,191	8,646863
1,6	0,101625210	1,675	6,067177
3,0	0,144830073	2,996	4,834115

Para o analista 2 o coeficiente de variação variou de 3,25 % na concentração de 1,6 % do sedimento a 12,39 % na concentração de 1,2 % (Tabela 2).

Tabela 2 - Desvio padrão e coeficiente de variação em diversas concentrações de sedimentos do café torrado e moído analisadas pelo analista 2.

Concentração de Sedimentos (%)	Desvio Padrão	Média Geral	Coeficiente de Variação (%)
0,4	0,041470471	0,461	8,995764
0,8	0,042427389	0,853	4,970989
1,2	0,147566765	1,191	12,39016
1,6	0,054561281	1,675	3,25739
3,0	0,118122535	2,996	3,942675

Nestas condições de repetibilidade visualizou-se variação na precisão do método com a variação da concentração dos sedimentos, apesar de que a dispersão obtida foi considerada adequada ao ensaio em todas as concentrações com índice abaixo de 20%, demonstrando adequação do método. Isso é reforçado pela afirmação de que para métodos microscópicos ou físico-químicos a referência é um desvio padrão maior que este, embora se considere ideal uma variabilidade de 20 a 25% (CODEX ALIMENTARIUS, 2005; INMETRO, 2010).

Na avaliação da precisão em condições de precisão intermediária pode-se observar que o coeficiente de variação variou de 7,5% na concentração de 3% de sedimentos a 15,7% na concentração de 1,2% (Tabela 3).

Tabela 3 - Desvio padrão e coeficiente de variação das análises de precisão intermediária do café torrado e moído em diversas concentrações de sedimentos.

Concentração de Sedimentos (%)	Desvio Padrão	Média Geral	Coeficiente de Variação (%)
0,4	0,067942418	0,461	14,73805
0,8	0,087173729	0,853	10,21368
1,2	0,186996818	1,191	15,70082
1,6	0,129217201	1,675	7,71446
3,0	0,224965501	2,996	7,508862

Apesar da dispersão em condições intermediária ter sido maior comparada à dispersão em condições de repetibilidade, os valores estão numa faixa abaixo de 20%, demonstrando adequação do método para ser utilizado nas análises de rotina. Apesar da inexistência de referências para o café que estabeleçam limites para precisão intermediária, se considera aceitáveis os desvios de reprodutibilidade abaixo de 40%, inclusive para métodos mais acurados como a cromatografia (BRASIL, 2011). Ainda, consideramos que o método além de envolver a gravimetria, ocorre na sequência à avaliação microscópica, contribuindo para que a dispersão seja pequena, já que nestes ensaios as possibilidades de variação são maiores.

Como conclusão verifica-se que o método validado apresenta exatidão e precisão satisfatórias, comprovando adequação para uso nas análises de rotina para determinação de sedimentos do café torrado e moído, atendendo o desempenho e a qualidade exigidos para fiscalização.