

VALIDAÇÃO DE MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DAS IMPUREZAS CASCAS E PAUS EM CAFÉ TORRADO E MOÍDO¹

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

As ações para melhorar as características dos grãos verdes e do café torrado e moído possuem também o objetivo de monitorar e evitar a ocorrência de impurezas, decorrente da adição de cascas e paus e de sedimentos como terra, areia e torrões. As fraudes mais comuns são feitas com as matérias estranhas como milho, trigo e cevada (ASSAD et al., 2002; LOPEZ, 1983). As impurezas surgem de forma proposital ou da falta de aplicação de boas práticas na produção, beneficiamento e industrialização, afetando a qualidade física, sensorial e sanitária do produto. Devido ao aspecto granuloso, escuro e oleoso do café, estas impurezas se tornam imperceptíveis, dificultando seu reconhecimento (INMETRO, 1998).

Trabalhos de pesquisa usando diversas ferramentas objetivaram desenvolver novas metodologias para essas análises (TAVARES et al., 2012; OLIVEIRA et al., 2009; GODINHO et al., 2003; ASSAD et al., 2002; AMBONI et al., 1999). O método comumente utilizado para detecção de impurezas e matérias estranhas no café torrado e moído consiste na preparação de amostras para análise visual em lâminas microscópicas com auxílio de um microscópio estereoscópico (LOPEZ, 1974; AOAC, 1995), sendo o mesmo indicado pela Associação Brasileira das Indústrias de Café (ABIC).

Esse trabalho teve como objetivo validar o procedimento de microscopia em café torrado e moído quanto a detecção e determinação das impurezas cascas pertinente do fruto do café e paus oriundos de fragmentos do caule do cafeeiro, visando viabilizar a efetivação de análises de rotina no controle de fraudes. As análises das impurezas cascas e paus do 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.

Analisou-se 70 amostras de café torrado e moído, duplicadas por três analistas, que totalizaram 420 determinações, expressas em porcentagens das impurezas cascas e paus. As amostras foram extraídas das embalagens de café torrado e moído, coletadas ao acaso no mercado de Belo Horizonte, MG, sem ter havido adição ou fortificação do seu conteúdo e sem haver conhecimento da presença e concentração de impurezas.

O método para detecção e determinação das impurezas foi desenvolvido por LOPEZ (1974), apresentado com adaptação e detalhamento de procedimentos, sendo o mesmo baseado no princípio da extração de gordura do café com solvente orgânico, eliminação do pó fino por peneiração e determinação por catação através do uso de microscópio estereoscópico. Os parâmetros de avaliação da validação aplicados nas 420 determinações em porcentagens das impurezas cascas e paus do café torrado e moído foram precisão de repetibilidade, precisão intermediária, exatidão e incerteza da medição. Os coeficientes de variação (CV) e desvios padrão dos resultados das análises foram calculados em seis faixas de concentração de impurezas cascas e paus, considerando o analista em cada uma das faixas de impurezas: menor que 0,20%; de 0,20% a 0,50%; de 0,50% a 1,50%; de 1,50% a 3,0%; de 3% a 5%; maior que 5,0%.

Resultados e conclusões

Na determinação da precisão sob condições de repetibilidade, considerando a estratificação dos resultados das análises nas seis faixas de concentração das impurezas, verificou-se que os coeficientes de variação apresentaram valores no intervalo de 7,0 a 27,9%, em que respectivamente, o menor valor de 7,0% equivaleu à faixa de concentração de 1,5 a 3,0% e o maior valor de 27,9% correspondeu à faixa de concentração de 0,20 a 0,50% (Tabela 1).

Tabela 1. Média, desvio padrão e coeficiente de variação (CV) na análise da precisão sob condições de repetibilidade considerando a faixa de concentração de impurezas.

Faixa de Concentração (%)	Média (%)	Desvio Padrão (%)	CV (%)
<0,20	0,20	0,03	16,7
0,20 - 0,50	0,36	0,10	27,9
0,50 - 1,50	1,38	0,26	19,0
1,50 - 3,00	2,16	0,15	7,0
3,00 - 5,00	3,61	0,43	11,8
>5,00	6,31	0,49	7,7

Os coeficientes de variação foram considerados satisfatórios principalmente se tratando de um método microscópico inerente à catação de impurezas, realizada manualmente e sujeita a variações na homogeneidade das determinações. A precisão deste tipo de método neste ensaio não pode ser comparada com aquela obtida por métodos automatizados, entretanto como os coeficientes de variação permaneceram abaixo de 30%, consideraram-se esses resultados compatíveis com o objetivo pretendido nas análises de impurezas do café torrado e moído. Para métodos microscópicos a referência nos embasa para um desvio padrão maior que este, embora se considere ideal uma variabilidade em torno de 20 a 25% (CODEX ALIMENTARIUS, 2005; INMETRO, 2010).

Esses resultados combinam com o trabalho de SANTOS et al. (2013) sobre as avaliações iniciais da precisão e aplicação do método de microscopia na determinação de impurezas do café torrado e moído, cuja obtenção do coeficiente de variação de 22,5% foi plenamente aceitável.

Na determinação da precisão sob condições de precisão intermediária, a variabilidade dos resultados diminui significativamente à medida que se aumenta a concentração média das impurezas de cascas e paus, implicando que a precisão aumenta consideravelmente nas faixas de resultados de maior concentração de impurezas (Tabela 2).

Tabela 2. Média, desvio padrão, coeficiente de variação (CV) e número de amostra (n) na análise da precisão sob condições intermediária conforme concentração de impurezas.

Faixa de Concentração (%)	Média (%)	Desvio Padrão (%)	CV (%)	n
<0,20	0,12	0,08	66,0	108
0,20 - 0,50	0,37	0,16	44,3	46
0,50 - 1,50	0,89	0,32	35,6	80
1,50 - 3,00	2,12	0,62	29,0	66
3,00 - 5,00	3,98	0,76	19,0	34
>5,00	7,18	1,11	15,4	24

Entretanto esse resultado foi divergente do obtido por GONÇALVES et al. (2007) que verificaram perda acentuada da precisão na validação intralaboratorial de um método por imagem na detecção e quantificação dessas impurezas em concentrações maiores.

Verificou-se que o coeficiente de variação mais alto (66,0 %) foi obtido na faixa de amostras com concentração de até 0,20% de impurezas, o que foi indicativo de que a variabilidade de medição nesta faixa é alta e que a confiabilidade da quantificação de impurezas é questionável. Entretanto, nas faixas acima de 0,20% de impurezas, os coeficientes de variação de precisão intermediária obtidos são aceitáveis mostrando a adequação do método. Nas condições de precisão intermediária houve efeito da variação do número de analistas, período de tempo e concentração de impurezas das amostras, cujos resultados se apresentaram com variabilidade significativamente maior.

A quantificação de amostras de café torrado e moído acima de 0,20% atende ao uso pretendido do método, apesar da inexistência de referências no café que estabeleçam limites para precisão intermediária, são aceitáveis desvios de reprodutibilidade abaixo de 40%, inclusive para métodos mais acurados como a cromatografia (BRASIL, 2011).

Como conclusão verificou-se que as incertezas variam com a faixa de concentração de impurezas e tendem a ser inversamente proporcionais à concentração das impurezas. A exatidão e a precisão do método de microscopia do café torrado e moído foram satisfatórias a partir da concentração de 0,2% das impurezas cascas e paus. O método foi considerado adequado para análise destas impurezas do café torrado e moído, e tem potencial para ser indicado nos procedimentos de fiscalização.