



**PROTOCOLO DE PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL  
DETERMINAÇÃO DE IMPUREZAS EM CAFÉ TORRADO E MOIDO  
RODADA Nº1 - Outubro/2023**

**ORGANIZAÇÃO DO PROGRAMA**

Centro de Materiais de Referência

Endereço: Avenida Doutor Arnaldo, 355  
CEP: 01246-902 Cerqueira César – São Paulo – SP  
Telefone: (11) 3068-2915  
E-mail: [provedor.ial@ial.sp.gov.br](mailto:provedor.ial@ial.sp.gov.br)

**COORDENAÇÃO DO PROGRAMA**

Centro de Alimentos – Núcleo de Morfologia e Microscopia.

Coordenador técnico: Márcia Dimov Nogueira  
Coordenador técnico substituto: Maria Aparecida Moraes Marciano

Endereço: Avenida Doutor Arnaldo, 355  
CEP: 01246-902 Cerqueira César – São Paulo – SP  
Telefone: (11) 3068-2934/2935  
E-mail: [marcia.nogueira@ial.sp.gov.br](mailto:marcia.nogueira@ial.sp.gov.br) / [maria.marciano@ial.sp.gov.br](mailto:maria.marciano@ial.sp.gov.br)

**EQUIPE TÉCNICA**

Márcia Dimov Nogueira	Pesquisador Científico
Maria Aparecida Moraes Marciano	Pesquisador Científico
Augusta Mendes da Silva	Pesquisador Científico
Lais Fernanda Pauli Yamada	Pesquisador Científico
Camila Cardoso de Oliveira	Pesquisador Científico
Emy Takemoto	Pesquisador Científico
Hilberto Matosalem de Souza	Auxiliar de Apoio à Pesquisa Científica
Antônio Roberto de Souza Ferreira	Técnico de Apoio à Pesquisa Científica

**PARCERIA**

O Programa de Comparação Interlaboratorial (PCI) de impurezas em café torrado e moído ocorre em função do acordo de Cooperação para Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação firmado com a Associação Brasileira da Indústria do Café (ABIC) e o IAL, cujas condições estão descritas no Processo SES-EXP-2022/1226, publicado no Diário Oficial de SP 133(13), Poder Executivo - Seção I, página 40 em 18 de janeiro de 2023.

**INTRODUÇÃO**

O Instituto Adolfo Lutz (IAL) é o laboratório de referência para a análise de café torrado e moído no Brasil. A metodologia de verificação e quantificação de impurezas neste produto originou-se em 1948 nesta instituição, foi modificada e aprimorada em 1974, e desde então vem sendo amplamente utilizada pelos laboratórios oficiais a título de fiscalização, e por

particulares, como forma de controle de qualidade. O IAL busca a melhoria contínua deste serviço com rigor científico e, por isso, pretende substituir o solvente desengordurante do café a fim de gerar resíduos menos tóxicos para analista/laboratório e ao ambiente. Ao alterar o solvente deve-se comprovar, através de dados, que a substituição não promoveu perda da eficiência na técnica analítica. Dessa forma, será realizado o estudo colaborativo, denominado Programa de Comparação Interlaboratorial (PCI) para determinação de impurezas em café torrado e moído, para a avaliação das características de desempenho do método analítico com os dois solventes em diferentes laboratórios. Para o seu desenvolvimento e operação serão seguidas as orientações da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 Avaliação de conformidade – requisitos gerais para ensaios de proficiência<sup>1</sup>.

## **OBJETIVOS**

O principal objetivo do PCI de determinação de impurezas em café torrado e moído é oferecer uma ferramenta metrológica para avaliação de desempenho analítico dos laboratórios participantes nas análises de cascas e paus, sedimentos e detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café torrado e moído por meio do método de Lopez, 1974 modificado<sup>2,3</sup>.

Como objetivo secundário, o provedor espera avaliar as características de desempenho das análises de cascas e pau e detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café utilizando dois solventes orgânicos como agentes desengordurantes: clorofórmio PA e álcool isopropílico PA.

## **ESCOPO**

O provedor tem como escopo oferecer aos laboratórios participantes do PCI de determinação de impurezas em café torrado e moído, itens de ensaio para a quantificação de cascas e paus e sedimentos em café torrado e moído e detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café.

A faixa de concentração para determinação de cascas e paus e sedimentos no café torrado e moído estará entre 0,0 e 3,0%.

## **SUBCONTRATADOS**

O envio dos itens de ensaio será realizado via SEDEX pelos Correios.

## **CRITÉRIOS PARA PARTICIPAÇÃO**

- Ser laboratório legalmente constituído e ter experiência nos ensaios de determinação de impurezas em café torrado e moído;
- Realizar a inscrição durante o período de abertura;
- Atender as solicitações do provedor quanto ao fornecimento de informações, envio de resultados, e cumprimentos dos prazos estabelecidos no cronograma do PCI;
- Indicar um responsável técnico e seu substituto;
- Seguir as instruções para análise antes de conduzir o ensaio.

O provedor não pode assumir a responsabilidade sobre qualquer problema decorrente da falha em atender às instruções.

## **TAXA DE PARTICIPAÇÃO**

Não haverá cobrança de taxa de inscrição no PCI, no entanto, os custos dos ensaios ficarão sob a responsabilidade dos laboratórios participantes.

## CONFIDENCIALIDADE

Todas as informações fornecidas pelo laboratório participante à coordenação do PCI são tratadas de forma confidencial. Em circunstâncias excepcionais, por solicitação de autoridades regulamentadoras ou de acreditação, a coordenação fornece os resultados diretamente a estas autoridades. Nestes casos, esta ação é notificada por escrito aos laboratórios envolvidos. O laboratório enviará um acordo também por escrito. A coordenação do PCI pode divulgar os resultados do programa em eventos e revistas científicas, mantendo o sigilo dos laboratórios participantes.

## PREPARAÇÃO, MANUSEIO E ARMAZENAMENTO DE ITENS DE ENSAIO

Os itens de ensaio foram preparados a partir da combinação de cafés em pó torrados e moídos com concentrações conhecidas das impurezas no Núcleo de Morfologia e Microscopia do IAL (NMCA).

Os laboratórios participantes receberão itens de ensaio em tubo cônico do tipo Falcon contendo aproximadamente 5 g de café torrado e moído cada, etiquetados com as siglas **CP** para quantificação de Cascas e Paus, **FRD** para detecção/identificação de elementos vegetais estranhos (fraudes) e **SDM** para quantificação de sedimentos, juntamente com as instruções para a realização das análises.

- Para o ensaio de quantitativo de cascas e paus (CP) serão enviados dois itens de ensaio cujas técnicas deverão ser realizadas com dois solventes: uma amostra com Clorofórmio PA e outra com Álcool Isopropílico PA.
- Para o ensaio qualitativo de fraudes (FRD) serão enviados dois itens de ensaio cujas técnicas deverão ser realizadas com dois solventes: uma amostra com Clorofórmio PA e outra com Álcool Isopropílico PA.
- Para o ensaio quantitativo de sedimento (SDM): será enviado 1 único item de ensaio, que deve ser tratado somente com Clorofórmio PA em duplicata.

Após o recebimento, os itens de ensaio devem ser conservados em ambiente seco e fresco.

Durante todas as etapas dos procedimentos devem ser utilizados EPIs e EPCs adequados.

## DISTRIBUIÇÃO E RECEBIMENTO DE ITENS DE ENSAIO

O participante deverá realizar a inspeção dos itens de ensaio no ato do recebimento e preencher o Formulário de Recebimento de Itens de Ensaio, cujo link será enviado aos participantes por e-mail.

A ocorrência de problemas com os itens de ensaio que possam invalidar os resultados deve ser comunicada à coordenação que avaliará a possibilidade de novo envio.

## CRONOGRAMA DE EXECUÇÃO DAS ETAPAS DO PROGRAMA

Enviar ficha de inscrição e protocolo do PCI aos interessados e disponibilizar link no site do IAL e da ABIC	<b>25/09/2023</b>
Prazo final de inscrição no PCI	<b>03/10/2023</b>
Envio dos itens de ensaio aos participantes do PCI	<b>10/10/2023</b>
Prazo final de entrega dos resultados à coordenação	<b>07/11/2023</b>
Disponibilização do Relatório Preliminar	<b>08/12/2023</b>

Prazo para os laboratórios participantes enviarem à coordenação suas considerações, contestações ou sugestões sobre o Relatório Preliminar	<b>15/12/2023</b>
Disponibilização do Relatório Final	<b>22/12/2023</b>
Envio do certificado de avaliação de desempenho	<b>29/12/2023</b>

## MÉTODOS DE ENSAIO USADOS PELOS PARTICIPANTES

Os participantes deverão seguir os procedimentos abaixo:

### **Análise para determinação de Cascas e Paus em café torrado e moído**

Para cada item de ensaio, realizar a análise com dois solventes para o desengorduramento: clorofórmio PA e álcool isopropílico PA.

#### Homogeneização

- Transferir o conteúdo do tubo de fundo cônico para uma placa de Petri e homogeneizar bem com uma espátula.
- Espalhar o café uniformemente na placa de Petri e pesar em balança analítica duas amostras de aproximadamente 2g, uma para clorofórmio e outra para o álcool isopropílico.
- Anotar a massa exata das amostras (**M**) e seguir para a etapa de desengorduramento para cada solvente.

#### Desengorduramento

- Em capela, transferir a amostra para um cálice de sedimentação ou béquer contendo volume de 60mL de clorofórmio / álcool isopropílico.
- Agitar com bastão e deixar em repouso por 20 minutos.
- Filtrar quantitativamente a mistura em papel de filtro qualitativo.
- Deixar secar em capela de exaustão ou em estufa entre 50°C a 60°C por no mínimo 60 minutos para o desengorduramento com clorofórmio e ao menos 90 minutos no desengorduramento com álcool isopropílico, até secagem completa.
- Transferir o café seco para um tamis malha 80, abertura 180 mm, com o auxílio de um pincel.
- Tamisar sobre uma folha de papel branca, com auxílio de pincel, até não sair mais pó no papel. Para o álcool isopropílico observar a eficácia da tamisação em microscópio estereoscópico, verificando a presença de pós finos do café. Em caso positivo, tamisar novamente.
- Pesar o resíduo retido no tamis (**R**) em balança analítica e anotar o valor.

### Quantificação de cascas e paus de café

- Pesar 0,1g do resíduo retido no tamis em balança analítica e anotar o valor exato da massa da alíquota tomada do resíduo (**A**). Realizar esta etapa em triplicata.

Realizar o procedimento de contagem descrito a seguir para cada replicata:

- Colocar 1 gota de água destilada em uma lâmina de vidro.
- Ao microscópio estereoscópico em aumento de 20X, transferir todas as cascas e paus de café da placa de Petri para a gota de água, com auxílio de uma agulha.
- Levar a lâmina à lupa e separar as cascas e paus dos grânulos de café que eventualmente possam estar presentes.
- Manter a umidade sobre a lâmina, para que as cascas e paus não pulem ao contato com a agulha.
- Tarar um pesa filtro vazio (aquecer em estufa a 105°C por 1 hora e esfriar em dessecador por 1 hora, até atingir peso constante). Anotar a massa do pesa filtro vazio (**Pf<sub>vz</sub>**).
- Transferir as cascas e paus para o pesa filtro vazio previamente tarado.
- Secar o pesa filtro com as cascas e paus em estufa a 105°C por 1 hora, esfriar no dessecador por 1 hora e pesar em balança analítica. Anotar a massa do pesa filtro cheio (**Pf<sub>ch</sub>**).
- Calcular a massa de cascas e paus (**m**), pela diferença entre as massas:  
**m = Pf<sub>ch</sub>** (massa do pesa filtro cheio) - **Pf<sub>vz</sub>** (massa do pesa filtro vazio)

**Cálculo (em %) de cascas e paus por alíquota:**

$$CP\% (m/m) = \frac{R \times m \times 100}{M \times A}$$

**M** = Massa total da amostra (g)

**R** = Massa do resíduo retido no tamis (g)

**A** = Massa da alíquota tomada do resíduo (g)

**m** = Massa de Cascas e Paus retirada da alíquota (g)

- Reportar os resultados no formulário de Registros de Resultados (API-CMR-0038-002).

### Análise para detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café (Fraudes) em café torrado e moído

Para cada item de ensaio, realizar a análise com dois solventes para o desengorduramento: clorofórmio PA e álcool isopropílico PA.

#### Homogeneização

- Transferir o conteúdo do tubo de fundo cônico para uma placa de Petri e homogeneizar bem com uma espátula.

- Espalhar o café uniformemente na placa de Petri e pesar em balança analítica duas amostras de aproximadamente 2g, uma para clorofórmio e outra para o álcool isopropílico.
- Anotar a massa exata das amostras (**M**) e seguir para a etapa de desengorduramento para cada solvente.

#### Desengorduramento

- Em capela, transferir a amostra para um cálice de sedimentação ou béquer contendo volume de 60mL de clorofórmio / álcool isopropílico.
- Agitar com bastão e deixar em repouso por 20 minutos.
- Filtrar quantitativamente a mistura em papel de filtro qualitativo.
- Deixar secar em capela de exaustão ou em estufa entre 50°C a 60°C por no mínimo 60 minutos para o desengorduramento com clorofórmio e ao menos 90 minutos no desengorduramento com álcool isopropílico, até secagem completa.
- Transferir o café seco para um tamis malha 80, abertura 180 mm, com o auxílio de um pincel.
- Tamisar sobre uma folha de papel branca, com auxílio de pincel, até não sair mais pó no papel. Para o álcool isopropílico observar a eficácia da tamisação em microscópio estereoscópico, verificando a presença de pós finos do café. Em caso positivo, tamisar novamente.

#### Identificação da fraude

- Transferir o resíduo para placa de Petri, examinar ao microscópio estereoscópico em aumento de 20X e verificar a ocorrência de fraudes. Se necessário, retirar alíquotas menores para auxiliar na visualização. Podem ser confeccionadas lâminas para confirmação da fraude em Microscopia de Campo Claro.
- Reportar os resultados no formulário de Registros de Resultados (API-CMR-0038-002).

#### **Análise de Sedimento**

O item de ensaio deverá ser analisado com clorofórmio PA em duplicata, utilizando o método de rotina do seu laboratório, ou conforme descrição abaixo.

#### Homogeneização

- Transferir o conteúdo do tubo de fundo cônico para uma placa de Petri e homogeneizar bem com uma espátula.
- Espalhar o café uniformemente na placa de Petri e pesar em balança analítica duas amostras de aproximadamente 2g, ambas serão analisadas com clorofórmio.
- Anotar a massa exata das amostras (**M**) para cada replicata.

### Determinação do sedimento

- Em um cálice de sedimentação colocar de 60 mL de clorofórmio.
- Transferir espalhando levemente a amostra na superfície do clorofórmio sem quebrar a tensão superficial.
- Revolver suavemente com bastão de vidro a camada da amostra até não haver mais precipitação do sedimento.
- Retirar a camada de café sobrenadante utilizando vácuo/Kitassato.
- Deixar aproximadamente 5mL de clorofórmio sem arrastar o sedimento.
- Com pipeta Pasteur plástica capturar o sedimento e o clorofórmio do fundo do cálice de sedimentação.
- Tarar um pesa filtro vazio (aquecer em estufa a 50°C por 1 hora e esfriar em dessecador por 1 hora, até atingir peso constante). Anotar a massa do pesa filtro vazio (**Pf<sub>vz</sub>**).
- Transferir o sedimento para o pesa filtro vazio previamente tarado.
- Secar o pesa filtro com o sedimento em estufa a 50°C por 1 hora, esfriar no dessecador por 1 hora e pesar em balança analítica. Anotar a massa do pesa filtro cheio (**Pf<sub>ch</sub>**).
- Calcular a massa do sedimento (**N**), pela diferença entre as massas:  
**N = Pf<sub>ch</sub>** (massa do pesa filtro cheio) - **Pf<sub>vz</sub>** (massa do pesa filtro vazio)

#### **Cálculo % de sedimento**

$$\text{Sedimento\% (m/m)} = \frac{N \times 100}{M}$$

**N** = massa do sedimento (g)

**M** = Massa total da amostra (g)

- Reportar os resultados no formulário de Registros de Resultados (API-CMR-0038-002).

### **REGISTRO DOS RESULTADOS**

Os resultados e outras informações pertinentes devem ser reportados no Formulário de Registro de Resultados e enviados à coordenação do PCI até **07/11/2023**. A coordenação do PCI enviará o link para preenchimento dos resultados aos participantes por e-mail. Em caso de dúvidas quanto ao preenchimento do formulário ou envio, o participante poderá entrar em contato com a coordenação.

**Para serem incluídos na avaliação, os participantes devem enviar os resultados dentro do prazo e seguir todas as instruções.**

Para os ensaios quantitativos de CP e SDM os resultados deverão ser expressos em porcentagem e registrados com no mínimo uma casa decimal.

Para o ensaio qualitativo de FRD os resultados deverão ser registrados como presença ou ausência. No caso da presença de fraude, reportá-la no campo designado.

## **HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE DOS ITENS DE ENSAIO**

O Provedor realiza os testes de homogeneidade antes do envio dos itens de ensaio e também efetua os testes de estabilidade durante o transporte e ao longo da rodada. A coordenação poderá adiar ou cancelar a rodada caso os itens de ensaio não se apresentem suficientemente homogêneos ou estáveis. Neste caso, os participantes serão informados por escrito.

## **ANÁLISE DOS RESULTADOS**

O desempenho dos participantes nas análises de quantificação de cascas e paus e sedimentos em café torrado e moído serão avaliados de acordo com o índice z, em que o valor designado, sua incerteza associada e o desvio padrão para avaliação da proficiência serão obtidos por consenso entre os resultados considerados adequados dos participantes. Serão considerados inadequados para avaliação estatística os resultados

- Entregues fora do prazo estabelecido;
- Reportados no formato semi-quantitativo, por exemplo, < 0,2 % g/g ou < LQ;

O tratamento estatístico adotado para determinar o valor designado, sua incerteza associada e o desvio padrão para avaliação da proficiência será por meio de estimativas clássicas ou robustas de acordo com o Algoritmo A, norma ISO 13528<sup>4</sup>.

O desempenho dos participantes na análise de detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café (fraudes) será avaliado comparando-se os resultados da detecção e da identificação dos itens de ensaio formulados no NMCA do IAL e os reportados pelos laboratórios participantes.

*Nota: Caso haja um número insuficiente de participantes no PCI, a avaliação de desempenho não poderá ser realizada. Neste caso, a coordenação fornecerá apenas uma estatística descritiva dos dados; os laboratórios serão previamente informados sobre esta possibilidade por meio do protocolo do PCI.*

### Comparação dos resultados obtidos com o uso do clorofórmio PA e do álcool isopropílico PA na quantificação de cascas e paus:

Avaliar a reprodutibilidade do método com a substituição do solvente desengordurante e verificar se o método original e o método com a substituição do agente desengordurante por álcool isopropílico podem ser considerados estatisticamente equivalentes para uma determinada concentração por meio de testes estatísticos e gráficos.

### Comparação dos resultados obtidos com o uso do clorofórmio PA e do álcool isopropílico PA na detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café (fraudes):

Avaliar a reprodutibilidade do método com a substituição do solvente desengordurante e verificar se o uso do álcool isopropílico interfere na detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café (fraudes), por meio da verificação de resultados divergentes para o mesmo item de ensaio.

## **AValiação DO DESEMPENHO DOS PARTICIPANTES**

O desempenho de cada laboratório em relação às análises de cascas e paus e sedimentos em café torrado e moído sedimentos será avaliado segundo o índice z, calculado de acordo com a equação:



$$z = \frac{\bar{x}_i - x^*}{s^*}$$

Em que:

$\bar{x}_i$  = média dos resultados relatados pelo participante i;  $i=1,\dots,p$ .

$x^*$  = valor designado do conjunto de resultados aceitos para análise de dados.

$s^*$  = desvio padrão para avaliação de proficiência do conjunto de resultados aceitos para análise de dados.

Os desempenhos dos laboratórios serão classificados como descrito a seguir.

$ z  \leq 2$	desempenho satisfatório
$2 <  z  < 3$	desempenho questionável
$ z  \geq 3$	desempenho insatisfatório

As estimativas da incerteza do valor designado para cada item de ensaio serão calculadas de acordo com a equação.

$$u_x = \frac{1,25 \cdot s^*}{\sqrt{p}} \quad \text{em que:}$$

$p$  = número de laboratórios com resultados válidos participantes da rodada.

O desempenho de cada laboratório em relação à análise de detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café (fraudes) será considerado:

- SATISFATÓRIO quando o resultado reportado pelo participante for igual ao formulado no NMCA do IAL.
- INSATISFATÓRIO, caso contrário.

## RELATÓRIO

Os participantes receberão por e-mail o Relatório Preliminar do PCI Determinação de impurezas em café torrado e moído até **08/12/2023** e terão até **15/12/2023** para enviarem por e-mail suas considerações e contestações da avaliação de desempenho à coordenação.

O Relatório Final será enviado aos participantes por e-mail até **22/12/2023**.

Os relatórios também serão divulgados na página do IAL em <http://www.ial.sp.gov.br>, clicando em Serviços → Ensaio de Proficiência → Alimentos → PCI Determinação de impurezas em café torrado e moído.

## CERTIFICADOS

Ao final da rodada será fornecido um certificado de proficiência aos participantes que obtiverem desempenho satisfatório para **cada análise** realizada com uso do clorofórmio: quantificação de cascas e paus (CP), detecção/identificação de elementos vegetais estranhos (FRD) e quantificação de sedimentos (SDM).

Os certificados serão enviados aos participantes por e-mail até **29/12/2023**.

## **ATENDIMENTO AO CLIENTE**

O provedor busca a avaliação dos participantes, tanto positiva quanto negativa, com o objetivo de aperfeiçoar o sistema de gestão do programa e os serviços prestados aos clientes enviando por e-mail, juntamente com o relatório da rodada, o formulário de satisfação de clientes.

Para esclarecer qualquer questão referente ao programa, solicitações, contestações, reclamações, dúvidas e sugestões, entrar em contato por e-mail: [provedor.ial@ial.sp.gov.br](mailto:provedor.ial@ial.sp.gov.br) ou por telefone (11) 3068-2915.

## **RECLAMAÇÕES E APELAÇÕES**

O provedor tem políticas e procedimentos que permitem tratamento e soluções das contestações da avaliação de desempenho do programa e compromete-se a corrigir prontamente qualquer equívoco que tenha cometido. Se o laboratório tiver alguma dúvida sobre o PCI Determinação de impurezas em café torrado e moído, deve entrar em contato com a coordenação: [provedor.ial@ial.sp.gov.br](mailto:provedor.ial@ial.sp.gov.br).

As reclamações e contestações serão avaliadas e, quando pertinentes, incluídas no Relatório Final.

## **REFERÊNCIAS**

1. Norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 Versão Corrigida: 2017 Avaliação de conformidade – requisitos gerais para ensaios de proficiência.
2. LOPEZ, F. C. Determinação do sedimento, cascas e paus no café torrado e moído. Revista do Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, v. 34, p. 29-34, 1974.
3. Métodos de Análise Microscópica em Alimentos - Isolamento de elementos histológicos, Instituto Adolfo Lutz. Ed. Letras e Letras, Vol.1, 1999.
4. Norma ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons.