



RELATÓRIO DO PROGRAMA DE COMPARAÇÃO INTERLABORATORIAL DETERMINAÇÃO  
DE IMPUREZAS EM CAFÉ TORRADO E MOÍDO

Rodada 1 – Outubro/2023

## ORGANIZAÇÃO E COORDENAÇÃO

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)

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

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.

## AUTORIZAÇÃO PARA EMISSÃO E A SITUAÇÃO DO RELATÓRIO

Relatório: Final.

Nº ou Revisão do Relatório: 01

Responsável pela aprovação: Márcia Dimov Nogueira e Maria Aparecida Moraes Marciano

Data da emissão do relatório: 21/12/2023

Este relatório substitui e cancela o Relatório Preliminar.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO .....	3
2. OBJETIVOS .....	3
3. ESCOPO .....	3
4. SERVIÇOS SUBCONTRATADOS .....	3
5. CONFIDENCIALIDADE .....	4
6. ITENS DE ENSAIO .....	4
7. HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE .....	6
8. ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO DOS PARTICIPANTES.	6
8.1 Cálculo do valor designado e do desvio padrão para avaliação de proficiência.....	6
8.1.1 Para determinação de cascas e paus - Lotes A e B .....	6
8.1.2 Para determinação de fraude - Lotes C e D.....	8
8.1.3 Para determinação de sedimentos - Lote E .....	8
8.2 Avaliação de desempenho dos laboratórios.....	8
8.2.1 Para determinação de cascas e paus e sedimentos.....	8
8.2.2 Para determinação de fraudes .....	9
8.3 Comparação de resultados obtidos por diferentes solventes.....	9
8.3.1 Para cascas e paus.....	9
8.3.2 Para fraudes .....	9
8.4 Análise Estatística dos Resultados.....	9
8.4.1 Cascas e paus (Lote A e B) .....	9
8.4.2 Fraude (Lote C e D) .....	13
8.4.3 Sedimento (Lote E - SDM 201 a SDM 250) .....	15
9. ATENDIMENTO AO CLIENTE .....	16
10. RECLAMAÇÕES E APELAÇÕES .....	16
11. CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	16
11.1 Sobre a determinação de cascas e paus (CP).....	16
11.2 Sobre a determinação de fraudes (FRD) .....	17
11.3 Sobre a determinação de sedimentos (SDM) .....	17
11.4 Geral.....	18
12. REFERÊNCIAS.....	18

## **1. 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, foi 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 foram seguidas as orientações da norma ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011 Avaliação de conformidade – requisitos gerais para ensaios de proficiência<sup>1</sup>.

## **2. OBJETIVOS**

O principal objetivo do PCI de determinação de impurezas em café torrado e moído foi 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 pretendeu avaliar as características de desempenho das análises de cascas e paus e detecção/identificação de elementos vegetais estranhos ao café utilizando dois solventes orgânicos como agentes desengordurantes: clorofórmio PA e álcool isopropílico PA.

## **3. ESCOPO**

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

## **4. SERVIÇOS SUBCONTRATADOS**

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

## **5. 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.

## **6. ITENS DE ENSAIO**

Os laboratórios participantes receberam 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 quantitativo de cascas e paus (CP) foram enviados dois itens de ensaio cujas técnicas deveriam ser realizadas com dois solventes: uma amostra com Clorofórmio PA e outra com Álcool Isopropílico PA.

Para o ensaio qualitativo de fraudes (FRD) foram enviados dois itens de ensaio cujas técnicas deveriam ser realizadas com dois solventes: uma amostra com Clorofórmio PA e outra com Álcool Isopropílico PA.

Para o ensaio quantitativo de sedimento (SDM): foi enviado 1 único item de ensaio, que deveria ser tratado somente com Clorofórmio PA em duplicata.

Sendo assim, nesta rodada, cada participante recebeu 5 (cinco) itens de ensaio, que foram encaminhados a 25 laboratórios participantes de diferentes estados, sendo que todos os 25 laboratórios enviaram seus resultados dentro do prazo estabelecido.

Cada laboratório participante recebeu uma diferente codificação para cada item de ensaio, a fim de evitar qualquer forma de identificação dos itens entre os participantes. O provedor manteve sigilo e controle sobre a numeração dos itens, durante o andamento desta rodada do programa. Na Tabela 1 é apresentado o código do laboratório, bem como a respectiva identificação de cada um dos itens de ensaio.

Tabela 1. Código do laboratório e identificação dos itens de ensaio na 1ª Rodada.

Laboratório	Código dos Itens de Ensaio				
	Lote A (CP)	Lote B (CP)	Lote C (FRD)	Lote D (FRD)	Lote E (SDM)
1	CP-048	CP-089	FRD-124	FRD-177	SDM-225
2	CP-038	CP-068	FRD-117	FRD-163	SDM-223
3	CP-042	CP-091	FRD-126	FRD-171	SDM-228
4	CP-009	CP-098	FRD-136	FRD-195	SDM-218
5	CP-034	CP-072	FRD-139	FRD-175	SDM-220
6	CP-020	CP-051	FRD-102	FRD-176	SDM-232
7	CP-002	CP-053	FRD-115	FRD-172	SDM-245
8	CP-029	CP-083	FRD-128	FRD-198	SDM-202
9	CP-027	CP-100	FRD-125	FRD-188	SDM-216
10	CP-047	CP-069	FRD-137	FRD-164	SDM-233
11	CP-006	CP-087	FDR-123	FRD -170	SDM-240
12	CP-046	CP-086	FRD-141	FDR-186	SDM-204
13	CP-007	CP-080	FRD-111	FRD-169	SDM-201
14	CP-025	CP-061	FRD-140	FRD-160	SDM-238
15	CP-017	CP-074	FRD-121	FRD-174	SDM-214
16	CP-016	CP-055	FRD-114	FRD-185	SDM-211
17	CP-043	CP-088	FRD-149	FRD-182	SDM-227
18	CP-022	CP-097	FRD-122	FRD-178	SDM-250
19	CP-033	CP-084	FRD-131	FRD-191	SDM-222
20	CP-036	CP-099	FRD-130	FRD-173	SDM-247
21	CP-044	CP-065	FRD-109	FRD-187	SDM-236
22	CP-021	CP-082	FRD-133	FRD-162	SDM-241
23	CP-023	CP-056	FRD-113	FRD-181	SDM-246
24	CP-045	CP-095	FDR-104	FRD-190	SDM-219
25	CP-049	CP-094	FRD-138	FRD-179	SDM-203

Os itens de ensaio foram preparados no Núcleo de Morfologia e Microscopia do IAL-SP. O café livre de impurezas foi obtido pela moagem de grãos de cafés torrados. Para os Lotes A (CP 001 a CP 050) e B (CP 051 a CP 100) foi adicionado um café com percentual conhecido de CP para obtenção de um café com 2% e 1% de CP, respectivamente; para o Lote C (FRD 101 a FRD 150) foi adicionado ao café milho torrado e moído; o Lote D (FRD 151 a FRD 200) compreendeu em um café comercial e o Lote E (SDM 201 a 250) foi adicionado areia e terra previamente preparadas (tamisada, esterilizadas por 30 minutos a 121°C e colocadas em estufa até a completa secagem) numa proporção de 1% ao café livre de impurezas.

Todos os lotes foram misturados por 1 hora em homogeneizador tipo Y e acondicionado em saco plástico transparente de primeiro uso, com a retirada do oxigênio o máximo possível.

## **7. HOMOGENEIDADE E ESTABILIDADE**

Os testes de homogeneidade foram realizados nos itens de ensaio de cada lote embalados em sua forma final, conforme enviados aos laboratórios participantes e antes da sua distribuição, utilizando os métodos especificados no protocolo.

Para as análises quantitativas (CP e SDM), os resultados foram considerados homogêneos por meio da ANOVA-fator único, tendo sido verificada a normalidade e homocedasticidade.

Para as análises qualitativas (FRD), os resultados foram considerados homogêneos por comparação, verificando que permaneceram da mesma forma que foram preparados, mesmo após o envase.

Os testes de estabilidade não foram realizados nos itens de ensaio considerando que o café torrado e moído apresenta um teor de umidade em torno de 2 a 4 %, com atividade de água cerca de 0,2 a 0,3<sup>7</sup>, o que torna esse produto um pó seco, estável, desde que seja mantido em condições adequadas de armazenamento como ambiente seco, fresco, ao abrigo da luz e apresenta uma vida de prateleira de 120 a 180 dias<sup>5,7</sup>. Além disso, os analitos analisados (cascas, paus, sedimentos e elementos histológicos vegetais estranhos ao café) não sofrem degradação nestas condições.

## **8. ANÁLISE DOS RESULTADOS E AVALIAÇÃO DE DESEMPENHO DOS PARTICIPANTES**

### **8.1 Cálculo do valor designado e do desvio padrão para avaliação de proficiência**

#### **8.1.1 Para determinação de cascas e paus - Lotes A e B**

O valor designado foi obtido por meio do consenso entre os resultados dos laboratórios participantes da rodada, uma vez que este valor se situa próximo à valores obtidos por formulação, valores de referência certificados ou valores obtidos por consenso entre laboratórios especialistas, sendo uma alternativa satisfatória em termos de custo-benefício. O desvio padrão para avaliação da proficiência dos participantes também foi derivado dos resultados relatados pelos participantes da rodada em questão. Tanto o valor designado quanto o desvio padrão para avaliação da proficiência foram obtidos conforme o Algoritmo A da norma ISO 13528<sup>4</sup>, que utiliza como valor designado a média robusta e como desvio padrão para avaliação da proficiência o desvio padrão robusto dos resultados reportados pelos participantes da rodada, obtidos por procedimentos iterativos, em ciclos, de acordo com os passos descritos a seguir.

Exclusão dos dados de quaisquer valores médios dos laboratórios que tenham sido identificados como inválidos, isto é, expressos em unidades de medidas diferentes do que foi estabelecido pelo Provedor ou obtidos por métodos inapropriados, ou ainda, àqueles que não enviaram 3 resultados ou que não entregaram no prazo estabelecido pelo Provedor.

Cálculo da média dos resultados de cada um dos  $p$  laboratórios participantes ( $\bar{x}_i$ ,  $i=1, \dots, p$ ).

Classificação das médias em ordem crescente.

A média robusta inicial ( $x^*$ ) e o desvio padrão robusto inicial ( $s^*$ ), são calculados de acordo com as equações 1 e 2.

$$x^* = md(\bar{x}_i) \quad (1)$$

$$s^* = 1,483 \cdot md|\bar{x}_i - x^*| \quad (2)$$

onde  $md(\bar{x}_i)$  é a mediana dos resultados médios dos participantes e

$md|\bar{x}_i - x^*|$  é a mediana das diferenças entre os resultados médios dos participantes e a média robusta inicial.

Cálculo do fator  $\phi$  de acordo com a equação 3, para determinação dos limites de aceitação de resultados de acordo com as equações 4 e 5.

$$\phi = 1,5 \cdot s^* \quad (3)$$

$$\text{valor superior} = x^* + \phi \quad (4)$$

$$\text{valor inferior} = x^* - \phi \quad (5)$$

Os valores médios dos laboratórios são comparados ao valor superior e ao inferior. Os resultados acima do valor superior ou abaixo do inferior são considerados dispersos e são corrigidos, sendo substituídos pelo valor superior ou pelo valor inferior, respectivamente. Este procedimento encerra o primeiro ciclo. Inicia-se um novo ciclo, de acordo com os passos descritos a seguir.

Cálculo da média do conjunto de resultados, incluindo os valores corrigidos, que será a nova média robusta ( $x^*$ ).

Cálculo do desvio padrão do conjunto de resultados, incluindo os valores corrigidos.

Cálculo do novo desvio padrão robusto ( $s^*$ ), usando a equação 6.

$$s^* = 1,134 \cdot s \quad (6)$$

onde  $s$  é o desvio padrão do conjunto de resultados corrigidos.

Novo cálculo de  $\phi$  do valor superior e do valor inferior, de acordo com as equações 3, 4 e 5, respectivamente, sendo os valores dispersos substituídos pelos novos limites.

Outro ciclo é iniciado e o procedimento prossegue até que dois valores consecutivos da média robusta ( $x^*$ ) e do desvio padrão robusto ( $s^*$ ) convirjam, isto é, até que não haja diferença em duas iterações consecutivas, no terceiro algarismo significativo.

Quando a convergência dos valores é alcançada, obtém-se a média robusta definitiva (valor designado) e o desvio padrão robusto definitivo (desvio padrão para avaliação de proficiência).

As estimativas da incerteza do valor designado, neste caso, foi calculada de acordo com a equação 7.

$$u_x = \frac{1,25 \cdot s^*}{\sqrt{P}} \quad (7)$$

### **8.1.2 Para determinação de fraude - Lotes C e D**

O valor designado foi obtido por meio da formulação.

Para o Lote C foi adicionado milho torrado e moído ao café livre de impurezas. Para o Lote D foi utilizado um café comercial.

### **8.1.3 Para determinação de sedimentos - Lote E**

O valor designado foi obtido por meio da formulação. Foram adicionados areia e terra numa proporção de 1% ao café livre de impurezas.

O desvio padrão para avaliação da proficiência foi estabelecido pelo provedor em 50% do valor designado, correspondente a um nível de desempenho aceitável.

## **8.2 Avaliação de desempenho dos laboratórios**

### **8.2.1 Para determinação de cascas e paus e sedimentos**

O desempenho de cada laboratório foi avaliado segundo o índice z, calculado de acordo com a equação 7.

$$z = \frac{x - X}{\hat{s}} \quad (7)$$

onde:

$x$  = média dos valores relatados pelos  $i$  participantes;  $i=1, \dots, p$

$X$  = valor designado

$\hat{s}$  = estimativa do desvio padrão para avaliação de proficiência.

Os desempenhos dos laboratórios foram classificados como.

- Satisfatório quando  $|z| \leq 2$ ;
- Questionável, se  $2 < |z| < 3$  e
- Insatisfatório quando  $|z| \geq 3$ .



## 8.2.2 Para determinação de fraudes

Os desempenhos dos laboratórios foram classificados como:

- Satisfatório quando valor designado e interpretação foram iguais aos obtidos pelo provedor;
- Insatisfatório caso contrário.

## 8.3 Comparação de resultados obtidos por diferentes solventes

### 8.3.1 Para cascas e paus

O relatório incluiu a comparação das médias dos resultados obtidos com o uso do clorofórmio e do álcool isopropílico, por meio do teste *t Student*, verificando preliminarmente se as variâncias são ou não equivalentes. Esta comparação foi realizada com os participantes que obtiveram índice  $z \leq |3|$  com o uso do clorofórmio.

### 8.3.2 Para fraudes

O relatório incluiu a comparação qualitativa entre as identificações com o uso dos diferentes solventes.

## 8.4 Análise Estatística dos Resultados

### 8.4.1 Cascas e paus (Lote A e B)

Dos 25 laboratórios participantes deste PCI, o laboratório identificado pelo código **24** foi excluído da análise estatística por não enviar corretamente o **nº do item de ensaio** e o laboratório identificado pelo código **3** foi excluído da análise estatística por não ter reportado os três resultados conforme solicitado, totalizando, assim, a participação efetiva de 23 laboratórios.

#### 8.4.1.1 Lote A (CP 001 a CP 050)

Na Tabela 2 são apresentados os resultados do Lote A para CP em % m/m registrados por 23 laboratórios para as três medições realizadas com o uso do clorofórmio, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

Tabela 2. Resultados individuais dos laboratórios para o Lote A com o uso de **clorofórmio**.

Código do laboratório	Resultados (% m/m)			Média (% m/m)	DP (% m/m)	CV (%)	Índice z	Desempenho
1	1,6	2,0	1,6	1,7	0,23	13	-0,3	Satisfatório
2	2,2	2,0	2,2	2,1	0,12	5	0,2	Satisfatório
4	0,6	0,4	0,3	0,4	0,15	35	-2,1	Questionável
5	1,4	1,4	1,4	1,4	0,00	0	-0,8	Satisfatório
6	2,0	2,3	2,1	2,1	0,15	7	0,2	Satisfatório
7	1,5	1,7	1,9	1,7	0,20	12	-0,4	Satisfatório
8	2,1	2,1	2,0	2,1	0,06	3	0,1	Satisfatório
9	3,3	2,8	3,1	3,1	0,25	8	1,5	Satisfatório
10	2,9	2,9	2,9	2,9	0,00	0	1,2	Satisfatório
11	2,1	2,2	1,9	2,1	0,15	7	0,1	Satisfatório

12	0,8	1,1	1,4	1,1	0,30	27	-1,2	Satisfatório
13	4,9	5,3	3,9	4,7	0,72	15	3,6	<b>Insatisfatório</b>
14	2,0	1,9	2,1	2,0	0,10	5	0,0	Satisfatório
15	2,5	2,5	2,5	2,5	0,00	0	0,7	Satisfatório
16	1,5	2,1	2,0	1,9	0,32	17	-0,2	Satisfatório
17	2,2	2,8	3,4	2,8	0,60	21	1,1	Satisfatório
18	1,2	2,1	2,8	2,0	0,80	39	0,1	Satisfatório
19	1,9	2,5	2,1	2,2	0,31	14	0,3	Satisfatório
20	1,3	1,3	1,3	1,3	0,00	0	-0,9	Satisfatório
21	2,7	2,5	2,5	2,6	0,12	4	0,8	Satisfatório
22	1,34	0,84	1,34	1,2	0,29	25	-1,1	Satisfatório
23	1,9	2,0	2,1	2,0	0,10	5	0,0	Satisfatório
25	0,6	0,2	0,8	0,5	0,31	57	-1,9	Satisfatório

Na Tabela 3 são apresentadas as medidas estatísticas que caracterizam o Lote A com o uso de clorofórmio. O valor designado calculado, representado pela média robusta, foi 2,0 % m/m, com desvio robusto de 0,7 % m/m. Portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação foi igual a 1,4 % m/m. Desta forma, o intervalo de aceitação foi de 0,6 a 3,4 % m/m.

Tabela 3. Resumo da avaliação estatística e dos resultados reportados pelos participantes referentes ao Lote A com o uso de clorofórmio.

Valor designado (% m/m)	2,0
Incerteza do valor designado (% m/m)	0,2
Desvio padrão para avaliação da proficiência (% m/m)	0,7
Coefficiente de variação (%)	38
Número de laboratórios*	23

\*Número de laboratórios com resultados válidos para a avaliação estatística.

Na sequência, é apresentada a análise gráfica para estes resultados. Por meio de análise da Figura 1 pode-se avaliar a posição do laboratório frente ao valor designado e ao intervalo de aceitação.

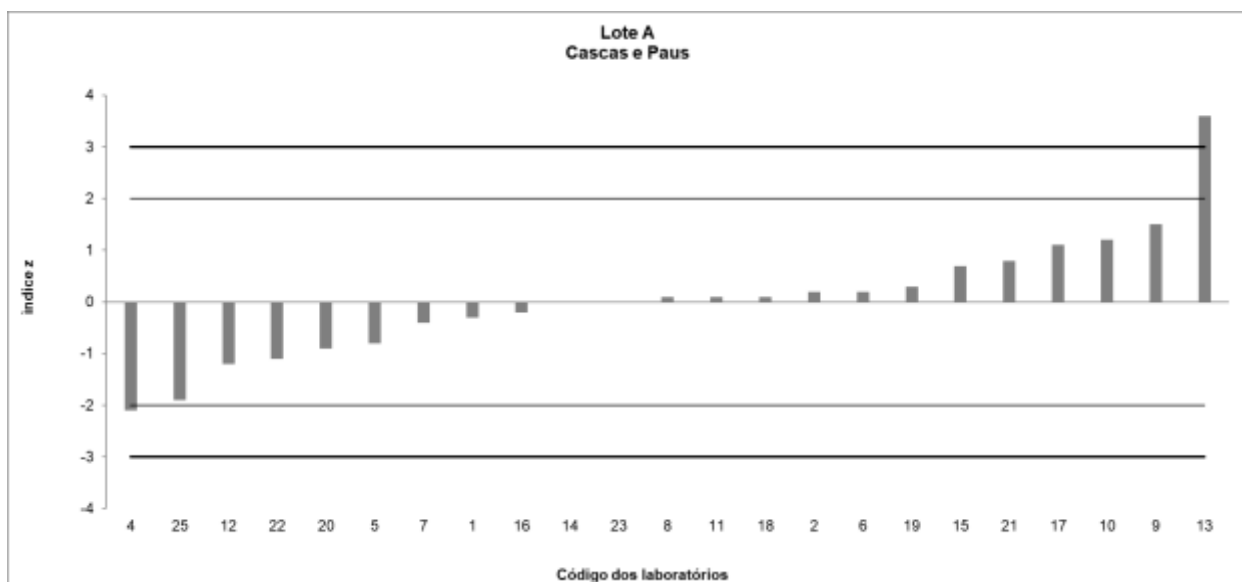


Figura 1: Avaliação de desempenho pelo índice z para os resultados obtidos para o Lote A com o uso do clorofórmio.

Na Tabela 4 têm-se os resultados estatísticos obtidos para Lote A com o uso de clorofórmio e com o uso de álcool isopropílico.

Tabela 4. Resumo estatístico do Lote A em relação aos solventes utilizados.

Estatística	Clorofórmio	Álcool isopropílico
Média (% m/m)	1,9	1,9
Desvio padrão (% m/m)	0,7	0,6
CV%	37	33
Número de participantes*	22	22

\*Número de laboratórios com índice  $z \leq |3|$  com o uso de clorofórmio.

Avaliando estatisticamente os resultados obtidos pelos laboratórios com índice  $z \leq |3|$ , utilizando os solventes clorofórmio e álcool isopropílico, para 95% de confiança, há evidências de que as variâncias das técnicas foram equivalentes (teste de *Levene*;  $p = 0,574$ ). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste *t Student* ( $p = 1,0$ ).

#### 8.4.1.2 Lote B (CP 051 a CP 100)

Na Tabela 5 são apresentados os resultados do Lote B para CP em % m/m registrados por 23 para as três medições realizadas com o uso do clorofórmio, suas médias, desvios padrões, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

Tabela 5. Resultados individuais dos laboratórios para o Lote B com o uso do clorofórmio.

Código do laboratório	Resultados (% m/m)			Média (% m/m)	DP (% m/m)	CV (%)	Índice z	Desempenho
1	0,1	0,2	0,1	0,1	0,06	43	-1,8	Satisfatório
2	1,0	1	0,9	1,0	0,06	6	-0,4	Satisfatório
4	0,5	0,1	0,2	0,3	0,21	78	-1,6	Satisfatório
5	1,8	1,9	2,3	2,0	0,26	13	1,4	Satisfatório
6	0,9	1,1	1,2	1,1	0,15	14	-0,2	Satisfatório
7	1,2	1,1	1,1	1,1	0,06	5	-0,1	Satisfatório
8	1,1	1,2	1	1,1	0,10	9	-0,2	Satisfatório
9	2,6	2,3	2,5	2,5	0,15	6	2,2	Questionável
10	1,6	1,6	1,5	1,6	0,06	4	0,6	Satisfatório
11	1,0	0,9	0,9	0,9	0,06	6	-0,4	Satisfatório
12	0,8	1,1	1,5	1,1	0,35	31	-0,1	Satisfatório
13	3,8	4,1	3,4	3,8	0,35	9	4,4	Insatisfatório
14	1,0	1	0,9	1,0	0,06	6	-0,4	Satisfatório
15	0,7	1,2	1,4	1,1	0,36	33	-0,2	Satisfatório
16	1,1	0,9	1,2	1,1	0,15	14	-0,2	Satisfatório
17	1,6	1,7	1,4	1,6	0,15	10	0,6	Satisfatório
18	1,1	0,6	0,9	0,9	0,25	29	-0,6	Satisfatório

19	1,2	1,4	1,2	1,3	0,12	9	0,1	Satisfatório
20	1,4	1,8	1,4	1,5	0,23	15	0,6	Satisfatório
21	1,0	0,9	0,9	0,9	0,06	6	-0,4	Satisfatório
22	0,40	0,49	0,89	0,6	0,26	44	-1,0	Satisfatório
23	2,5	2,5	2,2	2,4	0,17	7	2,1	Questionável
25	1,1	0,6	0,6	0,8	0,29	38	-0,7	Satisfatório

Na Tabela 6 são apresentadas as medidas estatísticas que caracterizam o Lote B com o uso do clorofórmio. O valor designado calculado, representado pela média robusta, foi 1,2 % m/m, com desvio robusto de 0,6 % m/m. Portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação foi igual a 1,2 % m/m. Desta forma, o intervalo de aceitação foi de 0 a 2,4 % m/m.

Tabela 6. Resumo da avaliação estatística e dos resultados reportados pelos participantes referentes ao Lote B com o uso do clorofórmio.

Valor designado (% m/m)	1,2
Incerteza do valor designado (% m/m)	0,2
Desvio padrão para avaliação da proficiência (% m/m)	0,6
Coefficiente de variação (%)	49
Número de laboratórios*	23

\*Número de laboratórios com resultados válidos para a avaliação estatística.

Na sequência, é apresentada a análise gráfica para estes resultados. Por meio de análise da Figura 2 pode-se avaliar a posição do laboratório frente ao valor designado e ao intervalo de aceitação.

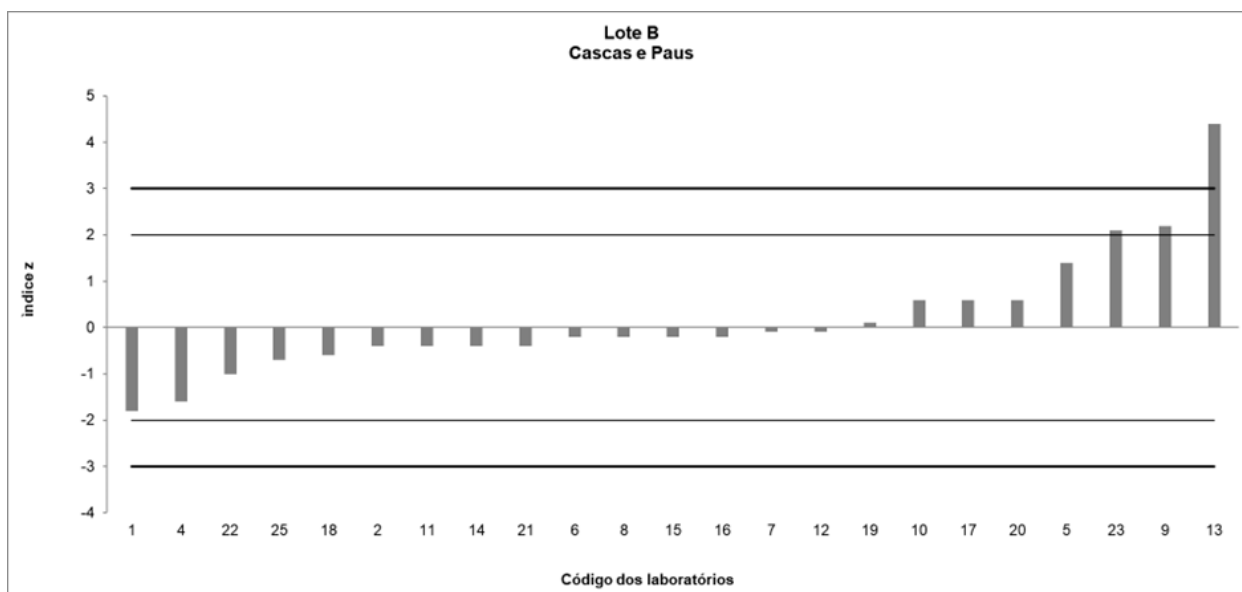


Figura 2: Avaliação de desempenho pelo índice z para os resultados obtidos para Lote B para CP com o uso do clorofórmio.

Na Tabela 7 têm-se os resultados estatísticos obtidos para o Lote B com o uso de clorofórmio e com o uso de álcool isopropílico.

Tabela 7. Resumo estatístico do Lote B em relação aos solventes utilizados.

Estatística	Clorofórmio	Álcool isopropílico
Média geral (% m/m)	1,2	1,2
Desvio padrão (% m/m)	0,6	0,6
CV%	49	55
Número de participantes*	22	22

\*Número de laboratórios com índice  $z \leq |3|$  com o uso de clorofórmio.

Avaliando estatisticamente os resultados obtidos pelos laboratórios com índice  $z \leq |3|$ , utilizando os solventes clorofórmio e álcool isopropílico, para 95% de confiança, há evidências de que as variâncias das técnicas foram equivalentes (teste de *Levene*;  $p = 0,845$ ). Presumindo, portanto, variâncias equivalentes, a diferença entre as médias das técnicas não apresentou significância estatística, segundo o teste *t Student* ( $p = 0,863$ ).

#### 8.4.2 Fraude (Lote C e D)

Dos 25 laboratórios participantes deste PCI, o laboratório identificado pelo código **20** não efetuou este ensaio, totalizando, assim, a participação efetiva de 24 laboratórios.

##### 8.4.2.1 Lote C (FRD 101 a FRD 150)

Na Tabela 8 são apresentados os resultados do Lote C para FRD registrados por 24 participantes com o uso do clorofórmio.

Tabela 8. Resultados individuais dos laboratórios para Lote C com o uso do clorofórmio.

Código do laboratório	Resultado	Identificação	Desempenho
1	Ausência de fraude	Não se aplica	<u>Insatisfatório</u>
2	Presença de fraude	Presença de milho ( <i>Zea mays</i> ).	Satisfatório
3	Presença de fraude	Fragmentos de semente e palhas de milho	Satisfatório
4	Ausência de fraude	Não se aplica	<u>Insatisfatório</u>
5	Presença de fraude	Presença de elementos histológicos de <i>Zea mays</i> L. (amido de milho)	Satisfatório
6	Presença de fraude	Pequena quantidade de milho ( <i>Zea mays</i> ).	Satisfatório
7	Presença de fraude	Milho ( <i>Zea mays</i> L.)	Satisfatório
8	Presença de fraude	Milho	Satisfatório
9	Presença de fraude	Presença de elementos histológicos de <i>Zea mays</i>	Satisfatório
10	Ausência de fraude	Apenas elementos de <i>Coffea arabica</i> e <i>Coffea canephora</i> .	<u>Insatisfatório</u>
11	Ausência de	Não se aplica	<u>Insatisfatório</u>

	fraude		
12	Presença de fraude	Milho	Satisfatório
13	Ausência de fraude	Não se aplica	<u>Insatisfatório</u>
14	Presença de fraude	Presença de milho	Satisfatório
15	Presença de fraude	Presença de estruturas de milho.	Satisfatório
16	Presença de fraude	Presença de trigo.	<u>Insatisfatório</u>
17	Presença de fraude	Detectado Milho	Satisfatório
18	Presença de fraude	Fragmentos de casca de milho torrada.	Satisfatório
19	Presença de fraude	Presença de elementos histológicos característicos de Phaseolus vulgaris (feijão) e de Zea mays (milho).	<u>Insatisfatório</u>
21	Ausência de fraude	Não se aplica	<u>Insatisfatório</u>
22	Presença de fraude	Casca de Milho Torrada / Caramelo / Feijão / Milho	<u>Insatisfatório</u>
23	Presença de fraude	Elementos estranhos casca de sementes, folhas e paus	<u>Insatisfatório</u>
24	Presença de fraude	Presença de grãos de arroz	<u>Insatisfatório</u>
25	Ausência de fraude	Ausência	<u>Insatisfatório</u>

Em relação ao uso do álcool isopropílico, 3 laboratórios obtiveram respostas discordantes, conforme apresentado na Tabela 9.

Tabela 9: Resumo dos resultados discordantes reportados pelos participantes referentes ao Lote C (FRD) com o uso de clorofórmio e álcool isopropílico.

Código do laboratório	Solventes	
	Clorofórmio	Álcool Isopropílico
18	Presença de milho	Presença de milho e caramelo de açúcar
22	Presença de milho, caramelo e feijão	Presença de milho e feijão
24	Presença de arroz	Ausência

#### 8.4.2.2 Lote D (FRD 151 a FRD 200)

Não foi realizada a avaliação dos resultados obtidos pelos participantes para o Lote D por motivos técnicos.

### 8.4.3 Sedimento (Lote E - SDM 201 a SDM 250)

Na Tabela 10 são apresentados os resultados do Lote E para SDM em % m/m registrados por todos os 25 laboratórios para as duas medições realizadas, suas médias, desvios padrão, coeficientes de variação, índices z e as avaliações de desempenho.

O valor designado obtido por formulação foi 1,0 % m/m, com desvio robusto prescrito de 0,5 % m/m, portanto, a semi-amplitude do intervalo de aceitação foi igual a 1,0 % m/m. Desta forma, o intervalo de aceitação foi de 0 a 2,0 % m/m.

Tabela 10. Resultados individuais dos laboratórios para o Lote E (SDM) com o uso de clorofórmio.

Código do laboratório	Resultados (% m/m)		Média (% m/m)	DP (% m/m)	CV (%)	Índice z	
1	3,4	3,6	3,5	0,14	4	5.0	<u>Insatisfatório</u>
2	1,1	1,3	1,2	0,14	12	0.4	Satisfatório
3	1,1	1,4	1,3	0,21	17	0.5	Satisfatório
4	2,7	2,6	2,7	0,07	3	3.3	<u>Insatisfatório</u>
5	1,5	1,5	1,5	0,00	0	1.0	Satisfatório
6	1,7	3,4	2,6	1,20	47	3.1	<u>Insatisfatório</u>
7	0,8	0,8	0,8	0,00	0	-0.4	Satisfatório
8	0,7	0,7	0,7	0,00	0	-0.6	Satisfatório
9	1,1	0,9	1,0	0,14	14	0.0	Satisfatório
10	1,0	1,1	1,1	0,07	7	0.1	Satisfatório
11	3,7	4	3,9	0,21	6	5.7	<u>Insatisfatório</u>
12	3,2	3,2	3,2	0,00	0	4.4	<u>Insatisfatório</u>
13	1,3	2,3	1,8	0,71	39	1.6	Satisfatório
14	0,7	0,7	0,7	0,00	0	-0.6	Satisfatório
15	1,0	1	1,0	0,00	0	0.0	Satisfatório
16	1,5	1,8	1,7	0,21	13	1.3	Satisfatório
17	1,0	0,9	1,0	0,07	7	-0.1	Satisfatório
18	13,3	21,1	17,2	5,52	32	32.4	<u>Insatisfatório</u>
19	0,8	0,8	0,8	0,00	0	-0.4	Satisfatório
20	2,0	2	2,0	0,00	0	2.0	Satisfatório
21	1,10	1	1,1	0,07	7	0.1	Satisfatório
22	2,4	2,76	2,6	0,26	10	3.2	<u>Insatisfatório</u>
23	2,3	2,2	2,3	0,07	3	2.5	<u>Questionável</u>
24	2,3	2,28	2,3	0,01	1	2.6	<u>Questionável</u>
25	1,6	1,5	1,6	0,07	5	1.1	Satisfatório

Na sequência, é apresentada a análise gráfica para estes resultados. Por meio de análise da Figura 3 pode-se avaliar a posição do laboratório frente ao valor designado e ao intervalo de aceitação.

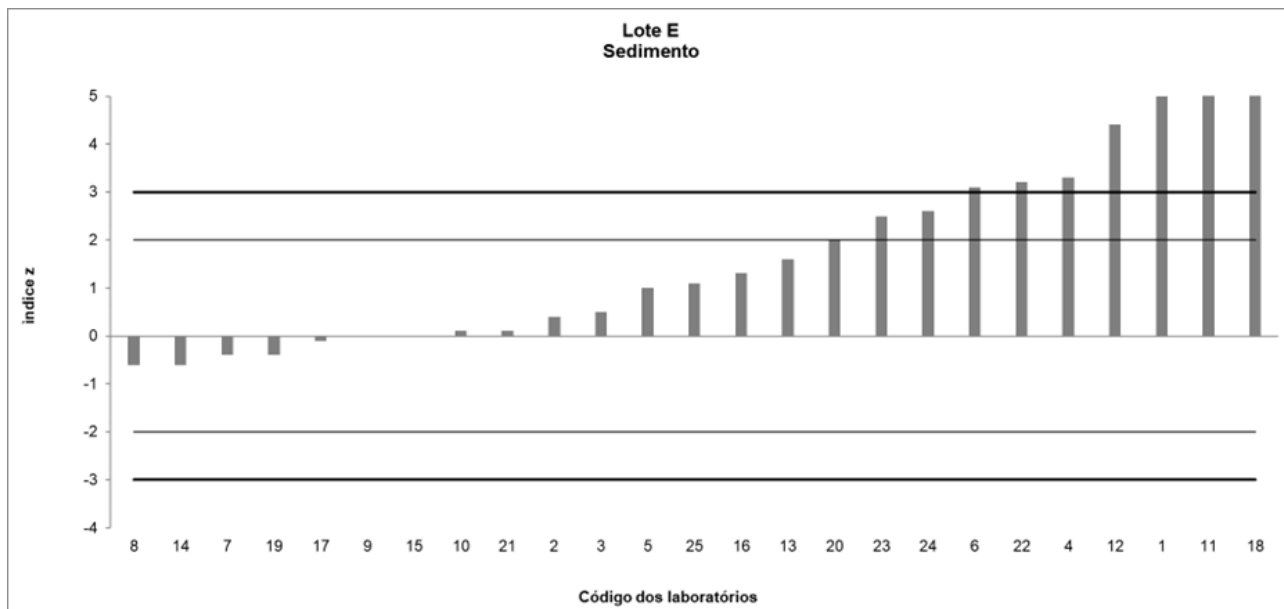


Figura 3: Avaliação de desempenho pelo índice z para os resultados obtidos para o Lote E para SDM com uso do clorofórmio.

## 9. 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.

## 10. 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 avaliadas como pertinentes serão incluídas no Relatório Final.

## 11. CONSIDERAÇÕES FINAIS

### 11.1 Sobre a determinação de cascas e paus (CP)

Dos 25 laboratórios inscritos, 23 enviaram os resultados das três medições para cada item de ensaio com o uso do clorofórmio. Destes, 19 apresentaram desempenho satisfatório (83%) para os dois itens de ensaio enviados.



Para o Lote A (CP), um laboratório (4) apresentou resultados questionáveis e um laboratório (13) apresentou resultados insatisfatórios. Para o Lote B (CP), dois laboratórios (9 e 23) apresentaram resultados questionáveis e um laboratório (13) apresentou resultados insatisfatórios.

Ressalta-se ainda que é importante que laboratórios de ensaio estabeleçam critérios de aceitação para o coeficiente de variação obtido sob condições de repetibilidade. Como o CV% sob condições de reprodutibilidade para o Lote A foi de 38% e para o Lote B foi de 49% e considerando que o CV% obtido em termos de repetibilidade deva ser inferior ao de reprodutibilidade, sugere-se que os laboratórios verifiquem a questão da repetibilidade em seu laboratório.

Os dados obtidos com o uso do álcool isopropílico na determinação de cascas e paus mostram que a substituição do solvente não afetou o desempenho do método.

### **11.2 Sobre a determinação de fraudes (FRD)**

Dos 25 laboratórios inscritos, 24 enviaram os resultados (presença/ausência) com a identificação de fraudes para cada item de ensaio com o uso do clorofórmio. 50% apresentaram desempenho satisfatório e 50% insatisfatório, destes 29% não reconheceram os elementos histológicos de milho (ausência) e os 21% restantes identificaram elementos estranhos como trigo, arroz, feijão, casca de sementes, folhas e paus, que não estavam presentes no lote C.

Na comparação dos resultados entre os solventes: clorofórmio e o álcool isopropílico, houve 87,5% de concordância, mesmo com identificações errôneas, indicando que o solvente não interferiu no diagnóstico.

Os dados revelam a necessidade de treinamento contínuo do analista com a construção de padrões de procedência conhecida, para melhor reconhecimento dos elementos vegetais.

### **11.3 Sobre a determinação de sedimentos (SDM)**

Dos 25 laboratórios inscritos, todos enviaram os resultados das duas medições para o Lote E (SDM). Destes, 16 apresentaram desempenho satisfatório (64 %). Dois laboratórios (23 e 24) apresentaram resultados questionáveis e sete laboratórios (1, 4, 6, 11, 12, 18 e 22) apresentaram resultados insatisfatórios, obtendo mais que o dobro da formulação (1%).

Ressalta-se ainda que o CV% sob condições de reprodutibilidade para o Lote E foi estabelecido em 50%. Considerando que o CV% obtido sob condições de repetibilidade deva ser inferior ao de reprodutibilidade, sugere-se que os laboratórios verifiquem a questão da repetibilidade em seu laboratório.

## 11.4 Geral

O provedor propõe que cada laboratório participante realize a análise crítica do seu desempenho, podendo:

- ✓ comparar seus resultados com os demais participantes;
- ✓ identificar possíveis causas de resultados insatisfatórios;
- ✓ identificar a necessidade de treinamento contínuo dos analistas;
- ✓ verificação de equipamentos;

## 12. 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.
5. ALVES, R. M. V., MORI, E. E., MILANEZ, C. R., PADULA, M. Café torrado e moído em embalagens inertizadas, **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, 23(supl): 22-27, dez., 2003.
6. SEGGES, J. H. **Focalizando o café e a qualidade**. Ed . Universidade Rural. Seropédica, RJ; 2001 p.45 – 47.
7. ANJOS, Valéria Delgado de Almeida. **Estudo do acondicionamento de café torrado e moído em sistemas unitizados**. Tese doutorado. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. Campinas, SP: [171p.], 2005.