

SÔBRE UM MÉTODO MICROSCÓPICO PARA CONTAGEM DE CASCAS NO CAFÉ EM PÓ

por

J. B. FERRAZ DE MENEZES JÚNIOR
do Instituto Adolfo Lutz

e

BENTO AUGUSTO DE ALMEIDA BICUDO
da Superintendência dos Serviços do Café

I N T R O D U Ç Ã O

Com a apresentação dêste método microscópico de contagem de cascas no café em pó, foi nosso único desejo contribuir para a eliminação de uma fraude, tornada, dia a dia, mais intensa, dissimulada e imperceptível, muitas vêzes, pelas condições favoráveis de semelhança dos componentes do pó e, principalmente, pela falta de um processo capaz de avaliar a proporção existente na mistura.

Pelos recursos usuais da técnica microscópica, a presença da casca, como, aliás, de toda e qualquer substância estranha juntada ao pó de café, sempre foi revelada com facilidade e precisão.

Todavia, a sua proporção, avaliada por método comparativo, como até então era feita, não satisfazia plenamente os requisitos necessários à elucidação da análise, porquanto as designações adotadas **raros, alguns, pequena e grande quantidade** de elementos da casca não forneciam meios seguros à aplicação das penalidades legais, nem tão pouco podiam marcar um limite de tolerância que, por princípio, devia existir.

Quando examinamos microscopicamente uma amostra de café em pó, devemos estar previamente orientados pelos seus caracteres organoléuticos, porque uma quantidade apreciável de elementos da casca modifica, sensivelmente, o aspecto e o aroma do café puro, permitindo, à vista desarmada, ser notada a fraude.

O mesmo não acontece quando a quantidade desses elementos é pouco elevada e o grau de torração e de moagem são idênticos aos do café.

O presente trabalho foi publicado sob forma de monografia pela Superintendência dos Serviços do Café em 1950 e entregue para publicação na Revista do Instituto Adolpho Lutz em 5 de junho de 1951, depois de revisto e ampliado.

A côr do pó, castanho-avermelhada ou pardo-escuro, e a característica principal de estar pulverizado e ser oleoso contribuem para que as partículas de cascas não sejam notadas, mesmo porque estas partículas estão sempre recobertas pela porção mais fina do pó.

Neste caso, somente pelo exame de lupa poderá ser constatada a presença das partículas maiores da casca, sabendo-se, entretanto, que, sem um tratamento especial do pó, esta operação requer muita perícia e só é adquirida depois de algum exercício e observação.

Este fato representava, de há muito, uma grande falha no resultado do exame microscópico do café torrado e moído, principalmente do ponto de vista conclusivo da análise, por não poder estimar a porcentagem de casca presente na amostra.

Foi então que, com o seu espírito disciplinado, dinâmico e empreendedor de verdadeiro cientista, o Dr. Bruno Rangel Pestana, Chefe da Sub-Divisão de Bromatologia e Química do Instituto Adolpho Lutz, solicitou, da parte do primeiro dos autores deste trabalho, a dedicação pelo estudo de um método microscópico que nos levasse à possibilidade de dar, ao menos aproximadamente, a quantidade de casca existente no café em pó.

Em 1948, iniciaram-se os ensaios, tendo-se chegado, após longos meses de tentativas, à feliz certeza de se poder alcançar a meta desejada.

Por vários motivos de ordem técnica, foram êsses trabalhos interrompidos para serem reiniciados mais tarde, em 1949, sem, entretanto, poder-se chegar à esperada conclusão, por falta de material adequado e estritamente necessário à orientação de estudos dessa natureza.

Tendo vindo estagiar, nos laboratórios do Instituto Adolfo Lutz, os funcionários da Superintendência dos Serviços do Café Bento Augusto de Almeida Bicudo, na Secção de Microscopia Alimentar, e Raul de Almeida Pereira, na Secção de Química, em janeiro do corrente ano, foi então possível, depois de alguns meses de experimentações, dar por terminado o método que ora publicamos, tão grande e geral foi o interesse despertado no sentido de sua pronta realização.

Queremos deixar aqui os mais sinceros agradecimentos a êsses funcionários amigos e a todos que, de um modo ou de outro, nos prestaram valiosa colaboração e, em particular, a Bento Augusto de Almeida Bicudo, que é também autor deste trabalho, pela gentileza da preparação de inúmeras amostras que se fizeram necessárias ao esclarecimento dos múltiplos detalhes do processo, bem como pela dedicação com que se entregou à contagem de numerosas amostras que fazem parte do quadro demonstrativo das observações que possibilitaram precisar a segurança do método por nós ideado.

À Superintendência dos Serviços do Café, na pessoa de seu muito digno gerente Dr. Pedro de Siqueira Campos, a expressão mais fiel do nosso reconhecimento, pela feliz iniciativa do intercâmbio técnico-científico com o Instituto Adolfo Lutz, que permitiu a concretização do nosso ideal, e

pela atenção e solicitude com que atendeu ao nosso apêlo, franqueando o fornecimento de vasto material de que constaram as mais intrincadas amostras que conduziram, orientaram e abreviaram nossas investigações.

Ao Dr. Bruno Rangel Pestana, o nosso cordial agradecimento pelo verdadeiro interêsse e entusiasmo com que acompanhou as várias etapas de experimentações, proporcionando-nos todos os meios ao seu alcance, para o pleno êxito desta empreitada.

O nosso sincero "muito obrigado" à distinta colega D. Ana Gomes, pela gentileza com que procedeu às rigorosas pesadas de tôdas as amostras analisadas, e ao sr. Antônio Hércules Florence, pelos vários e excelentes desenhos de quadros padrões que se tornaram indispensáveis, no decorrer de nossos ensaios.

O presente trabalho está dividido nas seguintes partes :

- 1) Morfologia do fruto e da semente do café
- 2) Estrutura microscópica
- 3) Caracteres histológicos do pó de café
- 4) Caracteres morfológicos do pó de café
- 5) Exame microscópico do pó de café
- 6) Princípio do método
- 7) Tomada da amostra e descoramento
- 8) Calibração dos retículos
- 9) Técnica para contagem
- 10) Parte experimental
- 11) Discussão
- 12) Conclusão
- 13) Resumo
- 14) Bibliografia.



MORFOLOGIA DO FRUTO E DA SEMENTE DO CAFÉ

O fruto do café é uma drupa carnosa, de forma ovóide ou oblonga, na espécie *arabica* e globosa, quase esférica, na *liberica*.

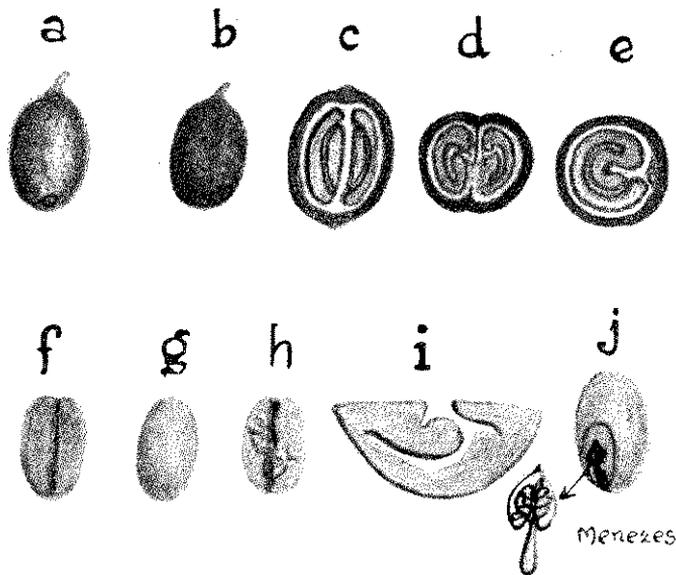


Fig. 1 — Caracteres morfológicos do café :

- a — fruto maduro (cereja) ;
- b — fruto sêco (côco) ;
- c — corte longitudinal do fruto ;
- d — corte transversal do fruto ;
- e — fruto com uma semente (corte transversal) ;
- f — semente envolta pelo endocarpo (marinheiro) ;
- g — semente desprovida dos envoltórios (face dorsal) ;
- h — semente com vestígios da película ou espermoderma (face ventral) ;
- i — corte transversal da semente aumentado (fenda e pregas) ;
- j — semente mostrando cotilédone e radícula.

Quando maduro (café em cereja, fig. 1-a), exhibe uma côr vermelha ou carmesim e possui superfície lisa e brilhante, que se torna rugosa e enegrecida quando o fruto está sêco (café em côco, fig. 1-b).

É curtamente pedunculado e apresenta, na extremidade, uma cicatriz em forma de corôa, procedente do disco epigino do ovário.

O pericarpo, carnudo, de pequena espessura, é constituído pela casca do café. Esta se separa em duas partes distintas: uma, externa, de côr pardo-negra, polpuda, que é representada pelo conjunto do epicarpo e mesocarpo, e outra, interna, levemente corada, de aspecto pergaminoso, dura e fina, recobrando as sementes. Esta camada, conhecida pelo nome de marinho, é o endocarpo (fig. 1-c-d-e-f).

Em alguns frutos, há uma única semente (café ervilha ou café moka), devido ao desenvolvimento de um só óvulo e à atrofia de uma das lojas, como se pode notar em secção transversal do fruto (fig. 1-e).

São conhecidas variedades de café cujos frutos diferem na côr (amarela, vermelha, alaranjada), no tamanho e no número de sementes, as quais podem atingir a oito (var. polisperma Burek).

Cada fruto contém, geralmente, duas sementes, convexas sôbre o dorso e planas na parte ventral por onde se unem, apresentando cada semente uma fenda longitudinal proveniente do enrolamento do grão sôbre si mesmo, ao formar as pregas (fig. 1-c-d-h-i). Quando crua, a semente possui albume córneo, de côr que varia de verde-claro a amarelo-pálido e seu odor é fraco e suave.

Submetida à torração, torna-se friável, quebradiça, de côr pardo-avermelhada e adquire odor fortemente aromático, agradável e *sui-generis*.

A semente é revestida, em tôda sua superfície, por uma película prateada, excessivamente fina e aderente, que não é encontrada externamente nos cafés beneficiados, mas persiste no interior da fenda e das pregas (fig. 1-h). Esta película é o espermoderma.

A maior parte da semente é constituída pelo endosperma, possui embrião alongado, radícula ínfera e cotilédones foliáceos e cordiformes (fig. 1-i-j).

Alguns autores, como Houck, Youngken e Winton, baseados em recentes estudos sôbre o desenvolvimento do óvulo, persistem em afirmar que a região da semente comumente chamada **endosperma**, pela maioria dos farmacognostas, não é senão o **perisperma**, por ser êste tecido formado pela nucela.

ESTRUTURA MICROSCÓPICA DO CAFÉ

Ê a parte mais importante na investigação microscópica do café em pó, porquanto a histologia, característica para cada substância examinada, conduz o analista à sua imediata identificação, podendo constatar o gráu de pureza do produto ou a presença dos elementos estranhos que constituem uma fraude.

Em corte transversal, a cereja do café apresenta as seguintes camadas, observadas na fig. 2:

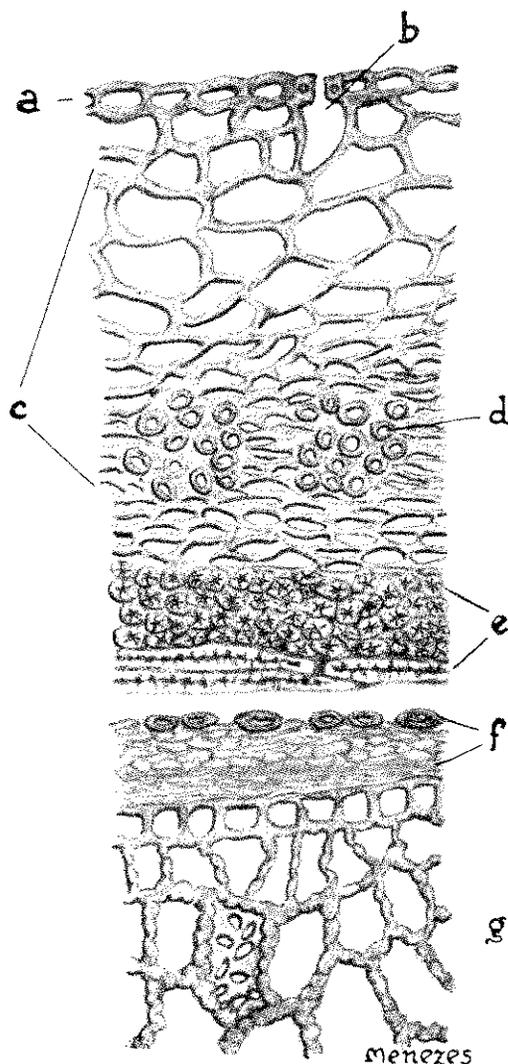


FIG. 2 — Corte transversal do fruto — 400 X (original)

Epicarpo (a) — constituído de células poligonais, pequenas, encerrando conteúdo pardo e estômatos (b).

Mesocarpo (c) — com células poligonais, grandes, irregulares, também com conteúdo pardo e que, à proporção que se aproximam da parte interna, vão se deformando, achatando e se tornando cada vez menores. Na parte mais central do mesocarpo, entre as células desordenadas, correm feixes fibro-vasculares (d).

Endocarpo (e) — apresentando duas fileiras de fibras, uma transversal e outra longitudinal, de cor acinzentada, na casca crua, e pardo-avermelhada, quando torrada. A resistência desta camada do pericarpo à trituração é devida a esta disposição original das fibras.

Espermoderma (f) — é a película prateada, aderente à semente; compõe-se de células esclerenquimáticas ou fibras características, bastante longas, na região dorsal da semente, menos longas, na parte ventral ou plana, e irregulares, largas, dispostas em várias direções, na porção enrugada que se acumula na fenda. Estas fibras estão assentadas sobre uma fina membrana, composta de um parênquima de células de paredes estreitas, alongadas longitudinalmente, de pequenas dimensões, e de uma camada de células compressadas, alongadas transversalmente, situadas mais abaixo.

Endosperma (g) — formado de um tecido elástico e córneo, constituído por células poliédricas ou isodiamétricas, cujas paredes, celulósicas, se tornam mais grossas e nodosas da periferia para a parte central da semente. Estas células são volumosas e estão constituídas, no grão cru, por numerosas gotas oleosas e por uma substância mal definida, contendo proteína, açúcares redutores, tanino, cafeína, ácido oxálico, etc. A torração não modifica, em absoluto, a estrutura microscópica do café; seus elementos histológicos continuam inalteráveis, adquirindo, excepcionalmente, uma cor pardo-avermelhada, que é mais intensa em determinados parênquimas. Transformação sensível se passa na natureza física do grão, que é córneo e elástico, quando cru, e sensivelmente quebradiço, quando torrado, e, principalmente, na composição química, em que certas substâncias presentes são consideradas como produtos da torração.

CARACTERES HISTOLÓGICOS DO PÓ DE CAFÉ

Examinado ao microscópio, com grande aumento (400 x), o pó de café não deve ser constituído senão pelos dois únicos elementos seguintes (fig. 3):

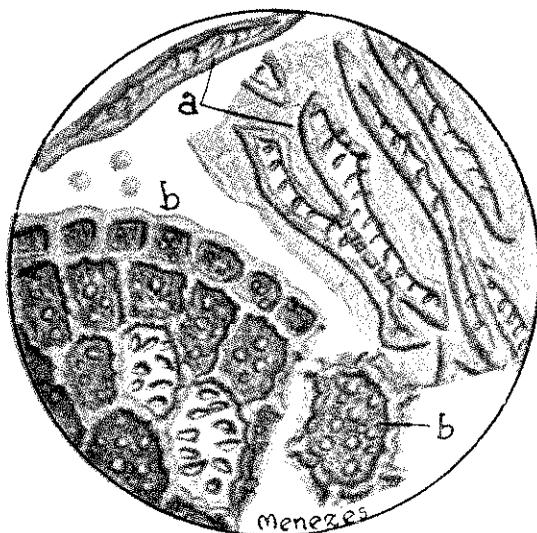


FIG. 3 — Elementos histológicos da semente — 400 X (original).

Espermoderma (a) — constituído de fibras alongadas fusiformes, de paredes grossas, levemente caniculadas, de lume bem aberto, apresentando uma cor amarelo-clara e uma série de poros oblíquos, bem distintos, no sentido de seu comprimento. Apresentam-se em grupos, deixando ver, por entre os pequenos espaços formados, a epiderme inferior, transparente, cujos detalhes da delicada estrutura sômente serão realçados pela adição de uma gota de soluto de hidróxido de potássio a 10% à preparação. As fibras mais longas atingem 300 μ de comprimento por 30 ou 40 μ de largura e as irregulares apresentam dilatações muito maiores, trazendo, sempre, os característicos poros oblíquos, de grande importância analítica.

Endosperma (b) — as células da periferia são quase cúbicas, muito menores que as da parte interna do grão, cujas paredes, grossas e nodosas, dão-lhes um contôrno poliédrico ou isodiamétrico. Estas células apresentam um conteúdo pardacento, entremeado por gôtas oleosas e, em algumas, vasias, podem ser notados poros grandes e pequenos, redondos ou estirados. Suas paredes são ligeiramente amareladas e atingem, facilmente, a espessura de 6 μ ; são de natureza celulósica, corando em azul pelo cloriodeto de zinco.

A presença de elementos da casca no café em pó é um índice de contaminação ou de fraude. A fig. 4 mostra a estrutura microscópica da casca de café, torrada e moída, decolorada pelo soluto de hipoclorito de sódio e observada de superfície, em preparação aquosa, com aumento de 400 diâmetros :

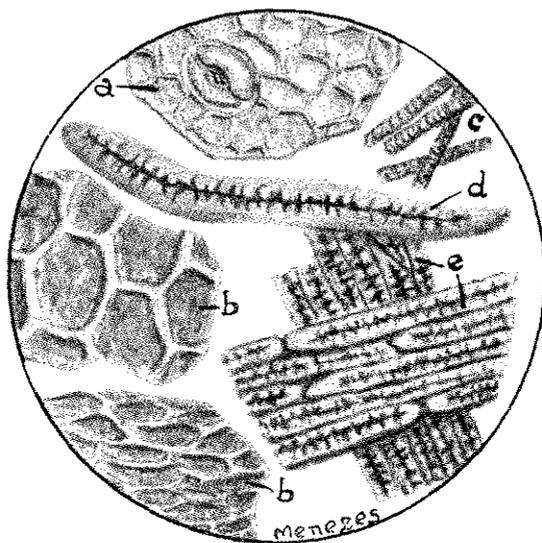


FIG. 4 — Elementos histológicos da casca — 400 \times (original)

Epicarpo (a) — constituído de células poligonais de pequenas dimensões, de cor pardo-escura, e estômatos.

Mesocarpo (b) — apresenta um parênquima de células poligonais de paredes grossas, lisas e de cor pardo-escura, menos acentuada que a do

epicarpo. A característica de possuírem estas células paredes lisas, serem pouco transparentes, de forma irregular e vários tamanhos, menores que as do endosperma, serve para diferenciá-las destas últimas, com as quais apresentam alguma semelhança. A casca é constituída, na sua maior parte, pelo mesocarpo, cujas células diminuem progressivamente de tamanho, vão se achatando, para se tornarem quase comprimidas na região divisória com o endocarpo. Na parte mediana, passam os vasos espiralóides (c) e as fibras (d) características, pertencentes ao feixe fibro-vascular. Estas fibras, vistas de superfície, são mais volumosas, mais longas e menos caniculadas que as do endocarpo. Sofrendo menos a ação direta do calor durante a torração, por estarem implantadas no mesocarpo médio, mostram-se coradas em cinza ou pardo-claro.

Endocarpo (e) — as fibras esclerenquimáticas de que consta o endocarpo, ou marinho, do café são longas, de extremidades planas ou arredondadas, de lume bem estreito, intensamente raiadas e de côr pardo-avermelhada. Apresenta típico e original entrelaçamento, cruzando-se no sentido longitudinal e transversal. Só esta característica poderá diferenciá-las das fibras do mesocarpo e do espermoderma.

CARACTERES MORFOLÓGICOS DO PÓ DE CAFÉ

No capítulo "CARACTERES HISTOLÓGICOS DO PÓ DE CAFÉ", descreveu-se a estrutura interna dos tecidos de que se compõem as diversas camadas da casca e da semente do café, a fim de que o analista esteja habilitado a reconhecê-los ou identificá-los microscòpicamente (aumento de 100 e 400 diâmetros), quando se tornar necessário.

Como, no presente método de contagem, os elementos estranhos são separados com o auxílio de uma lupa montada ou microscópio simples, em que o maior aumento nem sempre ultrapassa a 30 diâmetros, sòmente podemos observá-los morfológicamente, porque a sua estrutura histológica não é observada com êsse diminuto aumento. Dêste modo, o aspecto, a côr, a espessura e a fórmula de cada uma das partículas focalizadas no campo microscópico da lupa têm importância capital na investigação a ser feita com o fim de separá-las.

Os caracteres morfológicos do pó de café, obtidos através o aumento indicado de 20 vêzes, são os seguintes :

C A F É P U R O

Semente — quando tratado pelo clorofórmio, o pó se apresenta sob a fórmula de blocos ou fragmentos de contôrno irregular, arredondados ou facetados, de côr pardo-claro, sempre mais volumosos que os elementos da casca, (fig. 5-e), e de um pó finamente pulverizado (fig. 5-f). São inconfundíveis pela sua superfície caracteristicamente granulosa. O pó fino adere e recobre os elementos maiores.

Espermoderma (película) — fig. 5-a — é de todos os elementos do pó de café o de espessura mais fina. Apresenta-se com a côr amarelo-pálida, pardo-avermelhada ou negra, conforme o gráu de calor sofrido durante a

torração e tem, na superfície, estrias retilíneas, correspondentes às numerosas fibras que possui. Seu aspecto é de uma fina membrana ondulada, algumas vezes enrugada e brilhante. Mesmo quando enegrecida e em bloco, jamais poderá ser confundida com o mesocarpo, por ser estriada, muito mais fina, friável, facilmente desfeita ao simples toque de um estilete ou agulha e por possuir brilho intenso e particular.

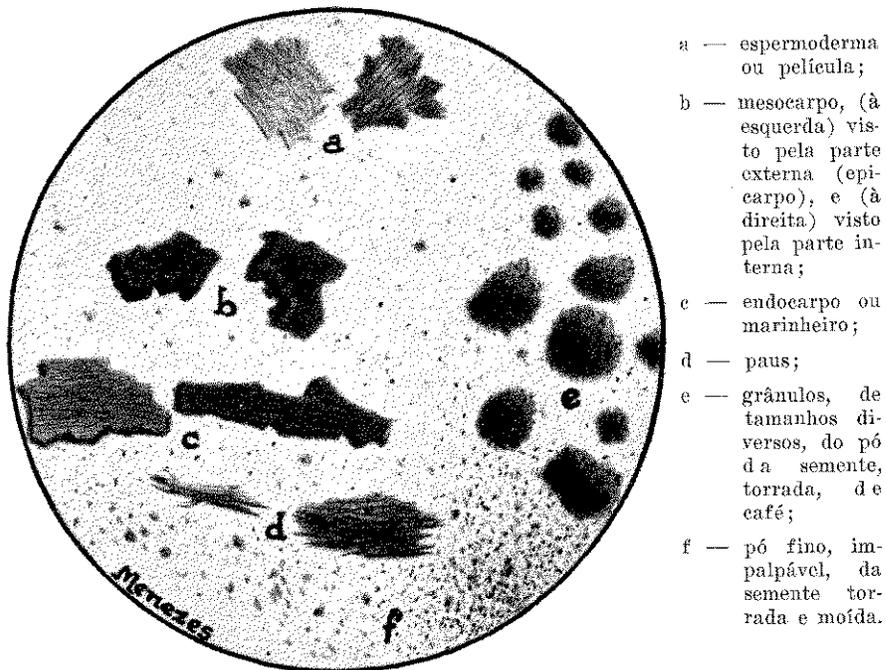


Fig. 5 — Elementos morfológicos do café em pó, descorado
— 20 X — (original).

C A S C A

Mesocarpo — fig. 5-b — possui a forma de pequenas placas espessas, irregulares, de côr pardo-negra, resistentes e de superfície nodosa e brilhante.

Endocarpo (marinheiro) — fig. 5-c — tem o aspecto de lâminas espessas, ligeiramente curvas, côr amarelo-pardacenta ou pardo-avermelhada, de superfície lisa ou ligeiramente estriada e sem brilho.

P A U S

O fragmento de madeira (fig. 5-d), torrado, quando procedente da parte mais interna, é de côr branca ou amarelada e seu aspecto é grosseiramente fibroso, sempre mais alongado do que largo. Quando provém da parte externa, notamos que a côr varia de pardo-escuro a negra e se pode ainda notar vestígios das fibras. Os fragmentos muito pequenos de paus geralmente se carbonizam parcialmente, durante a torração, e se apresentam lisos externamente, entretanto, partidos com bisturi, no sentido longitudinal, dei-

xam ver ainda suas fibras características, a não ser que estejam totalmente carbonizados.

EXAME MICROSCÓPICO DO PÓ DE CAFÉ

Logo após ter sido a amostra submetida à prova dos caracteres organoléuticos (côr, aroma e aspecto), faz-se uma observação à lupa, com aumento de 10 diâmetros, a fim de se constatar uma possível fraude, revelada por granulações de aspecto diferente ao pó de café. Procede-se, então, à "pesca" dos elementos suspeitos, por intermédio de uma agulha de platina, previamente molhada em água, montando-os entre lâmina e lamínula, em preparação aquosa, para serem identificados ao microscópio com grande aumento (400 vêzes).

Apesar de estar fraudado, o pó nem sempre apresenta vestígios da substância estranha, pelo simples fato de estar esta dissimulada por uma perfeita uniformidade de côr e de moagem. Faz-se a preparação de uma lâmina direta da amostra, que consiste em juntar-se, sôbre uma gôta d'água, pequena porção do pó, amassando-se, com o bisturi, os grãos maiores, para que tenham transparência, e cobrindo-se com lamínula.

A identificação de todos os elementos histológicos constantes da preparação deve ser feita, ao microscópio, com aumentos de 100 e 400 diâmetros, de um modo minucioso e conclusivo, para certificar-se de que a amostra está constituída por pó de café puro, por um sucedâneo ou por café fraudado com uma ou várias substâncias estranhas.

É recomendável a adição de uma gôta de lugol (soluto iodo-iodetado) para a imediata verificação de fraude por substâncias amilíferas, tais como : milho, feijão, cevada, centeio e outras, revelada pela côr violácea característica da dextrina, aí presente, pela hidrólise do amido submetido à ação do calor.

Quando a identificação de qualquer elemento se torna impraticável por apresentar pigmentação intensificada por efeito da torração, o descoramento pelo soluto de hipoclorito de sódio deve ser aplicado. Usa-se, para isso, um vidro de relógio no qual se descora, durante 2 horas, com o soluto indicado, pequena porção do pó de café, previamente sêco em estufa a 100° C, e pulverizado em gral de massa ; lava-se com água, por algumas vêzes, e faz-se uma lâmina, montada em uma gôta de soluto de hidrato de cloral. Com êste tratamento, os fragmentos menores, completamente descorados, e os mais volumosos, com os bordos inteiramente transparentes, oferecem recurso satisfatório para uma investigação microscópica minuciosa de seus elementos histológicos típicos e diferenciais.

Várias preparações devem ser feitas com a tomada de material em pontos diferentes da amostra, levando-se em conta a pequena porção da substância a ser analisada exigida na montagem de uma lâmina para exame microscópico e, ainda, a possibilidade de serem encontrados elementos estranhos, presentes, em pequena quantidade, entre os constituintes do pó.

A fig. 3 mostra os elementos histológicos do pó da semente de *Coffea arabica*, constituídos pelo espermoderma ou película e pelo endosperma, **únicos elementos que devem ser encontrados no pó de café puro**, e a fig. 4a exhibe os elementos histológicos da casca ou pericarpo, cuja presença,

em quantidade elevada, revela a intensão facciosa do torrador em fraudar o produto.

Por processos mecânicos, o espermoderma é retirado da superfície da semente, porém, como êle continua a envolver o interior das dobras e da fenda (fig. 1-h), onde não é possível sua extração pelo sistema usual de benefício, a sua presença no pó de café é considerada normal. Mesmo à vista desarmada, êstes elementos da película são notados à superfície do pó de café, sob a forma de pequeníssimas fibras ou de partículas laminares, finas, prateadas, ou amarelas e brilhantes, que, ao observador pouco experiente, podem dar a impressão de tratar-se de fragmentos da casca de café, muito embora seu aspecto e côr sejam, microscôpicamente, inconfundíveis.

Todo e qualquer elemento, com estrutura microscópica diferente da apresentada pelo espermoderma e endosperma da semente do café, será considerado um elemento estranho e a proporção encontrada no pó esclarecerá a possibilidade da existência de uma contaminação ou de uma fraude.

Conhecidos todos êstes elementos, está o analista habilitado a identificar, microscôpicamente, o café puro e diferenciá-lo do fraudado com cascas.

O reconhecimento das demais estruturas microscópicas correspondentes às substâncias suscetíveis de serem juntadas ao café requer um estudo mais demorado e minucioso, necessitando o exercício e a prática que nos levam a familiarizar com a morfologia de determinados tecidos, capazes de orientar a investigação, facilitada ainda pela aplicação de métodos especiais indispensáveis para cada caso em particular. O número dessas substâncias é infinito porque, depois de torradas e moídas, podem tornar-se mascaradas pela própria contestura do pó de café.

Sob as lentes da lupa, êstes elementos devem ser "pescados", para com êles serem feitas tantas lâminas quantos forem os aspectos apresentados, porque, provâavelmente, cada um irá exhibir, ao microscópio, morfologia distinta, capaz de orientar a identificação imediata de todos êles.

Um ensaio prévio do pó de café, de grande valor para a investigação microscópica das substâncias estranhas, consiste em tomar-se um copo de 500 ml com água fria e espalhar-se, aos poucos, à superfície do líquido, 2g da amostra; esperar por uns 5 minutos, dando-se, de quando em vez, pequenas pancadas nos lados do copo, para provocar a sedimentação das partículas suspeitas, porque estas, na sua maior parte, vão ao fundo, enquanto que as do pó verdadeiro tendem a flutuar. Decanta-se o líquido e passa-se o sedimento para uma placa de Petri, a fim de serem catados, à lupa, os elementos suspeitos que, por sua vez, serão identificados ao microscópio.

Em tôda amostra de café deve ser procedida a pesquisa de areia, terra, torrões, metais pesados, etc., cuja técnica é a mesma adotada para o prévio descaramento do pó na contagem de cascas, porém, com pequenas modificações, como segue:

Tomar 2 g de pó de café e passar para um copo cônico de 30 ou 60 ml, contendo 20 ml de clorofórmio. O pó deve ser colocado aos poucos na superfície do líquido, porque, quando há terra, areia, etc., a sedimentação é

visivelmente observada, por ser quase imediata, mesmo sem agitação. Por precaução, deve-se agitar, com um pequeno bastão de vidro, fazendo-se movimentos circulares lentos, sem se aprofundar o bastão, a fim de que a camada colorida não chegue até ao fundo, prejudicando a visibilidade do sedimento formado. Deixar repousar por 10 a 15 minutos. Retirar, com uma espátula, o pó que sobrenada no líquido, pela parede oposta ao bico do copo, de modo que, ao ser decantado, não se misture parcialmente ao sedimento. Decantar, cuidadosamente, o clorofórmio, deixando-se ficar no copo 1 a 2ml do líquido transparente e passá-lo, gôta a gôta, para uma lâmina de vidro, inclinando-se, lentamente, o copo e auxiliando a retirada do sedimento por intermédio de uma alça de platina. Espalhado o sedimento e evaporado o clorofórmio, deverá ser a lâmina observada à lupa, com aumentos de 10 a 30 diâmetros, para a avaliação da quantidade de areia, terra, torrões e metais pesados, feita por método comparativo, usando-se lâminas padrões.

PRINCÍPIO DO MÉTODO

Quando, em 1948, fazíamos, no Instituto Adolpho Lutz, os primeiros ensaios dêste método, cercados ainda por aquela atmosfera dúbia e crepuscular e, cheios de esperança e de ânimo, procurávamos vencer todos os obstáculos para encontrar o ponto de apoio necessário e desejado, um raio de luz acidental e esplendoroso veio, então, iluminar a nossa aspiração.

Ao examinarmos, à lupa, um pó de cascas de café, finamente triturado em geral, notamos a grande quantidade de partículas fibrosas nêle presente. Tentamos pulverizá-lo ainda mais, porém só de uma parte foi possível obter pó impalpável; a outra, constituída pelas fibras, não se modificou, apesar da torração elevada da casca, continuando estas partículas intactas sob as lentes da lupa. Notamos que a proporção das partículas fibrosas, para a de pó impalpável, era de 1 : 3.

Procurar separá-las de uma quantidade conhecida de pó de café e, com elas, preencher um retículo calibrado, foi um princípio básico que norteou nosso trabalho, desde as primeiras experiências, até os testes finais que permitiram a conclusão satisfatória do método.

Portanto, as bases dêste método microscópico de contagem se assentam na avaliação da quantidade de partículas fibrosas da casca contidas em 0,10 g de pó de café, previamente tratado pelo clorofórmio.

Com o auxílio da lupa e por meio de uma agulha, tais partículas são separadas e colocadas sobre uma lâmina de vidro e dispostas, uma ao lado da outra, num arranjo capaz de formar um perfeito quadrado que irá preencher determinado retículo constante de um Quadro-Padrão, correspondendo à porcentagem de casca encontrada.

As partículas separadas pertencem às regiões fibrosas do mesocarpo e do endocarpo da casca, perfeitamente resistentes à moagem, quando não carbonizadas, o que não acontece com as células achatadas da porção central e as camadas vizinhas do epicarpo, facilmente pulverizáveis por serem de constituição muito delicada. De finura quase impalpável, o pó proveniente dessas camadas só poderá ser identificado com o grande aumento do

microscópio (400 X), não oferecendo meios para ser reconhecido através às lentes da lupa, que é o instrumento ótico empregado e cujo aumento não ultrapassa, no método, a 20 diâmetros. Por esta razão, procurou-se fundamentar o método exclusivamente na avaliação da quantidade destas partículas fibrosas presentes na amostra. Verificou-se, mais tarde, que as primeiras camadas do mesocarpo externo também podiam ser computadas na contagem por apresentarem, quando trituradas, granulações mais ou menos resistentes e não descoráveis pelo clorofórmio.

O fato de serem utilizados somente estes elementos da casca no preenchimento das áreas padronizadas não altera, em absoluto, a precisão do método, como à primeira vista pode fazer crer, em primeiro lugar, porque a quantidade do pó impalpável guarda uma relação geralmente constante com a das partículas fibrosas contáveis e, em segundo, porque o retículo é calibrado exclusivamente com estas partículas fibrosas, facilmente identificáveis à lupa; caso contrário, seria preciso utilizar-se um retículo muito maior para comportar também o pó impalpável, se fôsse possível a sua separação de acôrdo com a técnica.

Dissemos que o pó impalpável guarda uma relação "geralmente constante" com as partículas fibrosas, pelo fato de ser maior a sua pulverização quando a casca sofre uma torração mais intensa. Neste caso, as porções do mesocarpo externo também se tornam pulverizáveis. Como nossos experimentos se fundamentaram sobre cafés de torração média, a pequena diferença encontrada a menos na contagem da casca de cafés queimados ou de torração elevada ou apertada deverá ser considerada como tolerância, por preencher o retículo imediatamente inferior do Quadro-Padrão.

Temos certeza de que esta tolerância não irá estimular o torrador a "apertar" a torração com o intuito de encobrir a fraude, pois, quanto mais torrado for o café, mais a casca se queima, sendo, neste caso, perfeitamente notada, até mesmo à vista desarmada. Nestas condições, a casca toma um aspecto brilhante, negro metálico, muito semelhante ao do milho queimado e facilmente identificável ao microscópio, após descoramento.

TOMADA DE AMOSTRA E DESCORAMENTO

Quanto à tomada de amostra para exame, preferimos usar a quantidade de 0,10 g, não só por facilitar e tornar mais rápida a separação da casca, como por ser ainda a menor porção capaz de preencher, com as referidas partículas, um retículo visível com área inicial de 1 mm².

Nem mesmo com o auxílio da lupa seria possível a separação total e perfeita das partículas da casca se a amostra não fôsse submetida a um prévio tratamento. Notamos que, quando o grau de torração da casca e do pó estava equilibrado por uma tonalidade de cor uniforme e pouco acentuada, os fragmentos da casca mantinham-se mascarados e encobertos, dificultando sua separação. Para isso, se fazia necessário estabelecer, entre os dois componentes do pó de café fraudado, um contraste perfeito, de forma a permitir a retirada da casca com plena segurança.

Procedeu-se, então, a uma série de ensaios, visando a escolha de um solvente ou descorante que nos proporcionasse visão clara e distinta desses



FIG. 6 — Fotografia do pó de café contendo 15% de cascas e sem tratamento pelo clorofórmio.

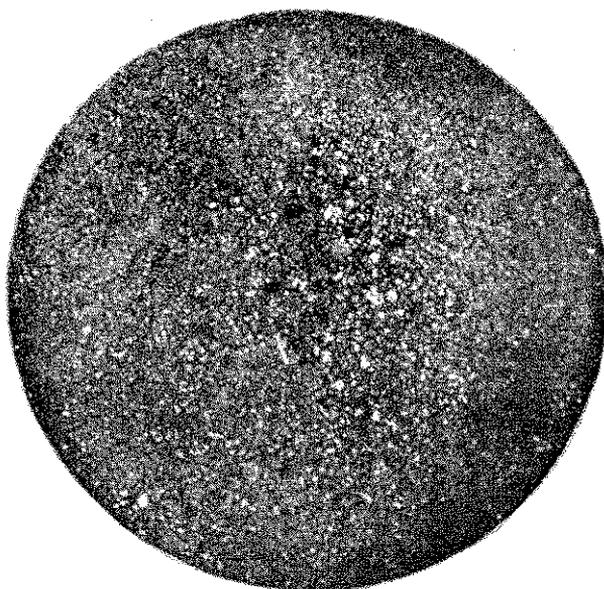


FIG. 7 — Fotografia do pó de café contendo 15% de cascas — tratado pelo clorofórmio.

elementos. Chegou-se, afinal, à conclusão de que o clorofórmio era o preferido e indicado para o caso, por permitir, ao mesmo tempo, o descoramento e a eliminação do óleo do café, deixando as partículas da casca perfeitamente visíveis e em condições de serem separadas com facilidade e rapidez. Com este tratamento, o pó, descorado, perde o aspecto oleoso e aderente, para se tornar inteiramente desintegrado e seco, mantendo o necessário contraste com os fragmentos da casca que permanecem ainda fortemente corados, por não sofrerem nenhuma alteração em presença do clorofórmio.

Nas figs. 6 e 7, vemos duas placas de Petri com o mesmo café, contendo 15% de cascas. Na primeira placa, o pó, de aspecto untuoso e bastante escuro, não permite o reconhecimento das partículas de casca, perfeitamente visíveis na segunda, devido o contraste de cor oferecido pelo pó descorado.

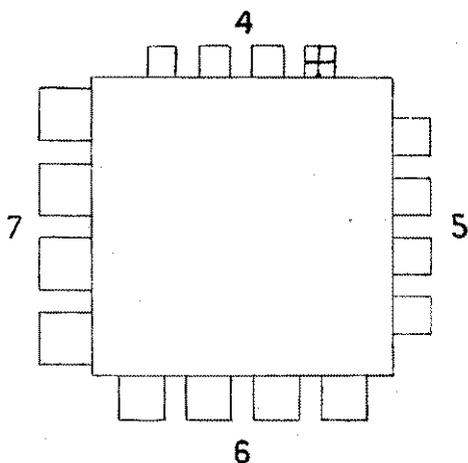
Submetida à torração em presença do café, a casca adquire, logo, cor escura característica, chegando mesmo a se queimar, muito antes do café ter atingido um grau de torração elevado, isto porque a quantidade de óleo presente em seus tecidos não vai além de traços levíssimos.

A tonalidade de cor apresentada pelo pó de café puro, depois de descorado, não é sempre a mesma; uns descoram pouco, chegando outros a adquirir uma leve coloração amarelo-parda, sem com isso indicarem presença de substâncias estranhas nem estarem esgotados.

É aconselhado repetir o descoramento, quando, após o primeiro tratamento, o pó não se descorou de modo conveniente.

A intensidade do descoramento do café moído é função da qualidade, do grau de torração e de sua composição química.

CALIBRAÇÃO DOS RETÍCULOS



O número indica o lado do retículo em mm

FIG. 8 — Modelo do primitivo Quadro-Padrão.

estava equilibrado por uma tonalidade de cor uniforme e pouco acentuada.

Nas primeiras experimentações, efetuadas em 1948 e 1949, adotávamos, como Quadro-Padrão, um pequeno número de retículos desenhados ao redor de uma grande área quadrangular ou circular, dentro da qual se depositava um peso conhecido da amostra, para a separação das partículas da casca.

Na fig. 8, que representa um desses Quadros, vemos, em cada face do quadrado, quatro retículos iguais, crescendo suas áreas progressivamente de tamanho, com o aumento de 1 mm de lado: 16 mm², 25 mm², 36 mm², e 49 mm². Os números 4, 5, 6 e 7, colocados ao lado de cada série de retículos, correspondem a seus respectivos lados, comportando suas áreas 4, 5, 10 e 15%.

Porcentagens maiores eram adquiridas com o preenchimento de outros retículos do Quadro-Padrão e, menores de 4%, pelas frações representadas num dos retículos do n.º 4.

Estas proporções não podiam, às vêzes, deixar de ser bastante relativas, tendo-se em vista muitos fatores desfavoráveis que impediam a precisão dos resultados.

Estávamos no caminho certo sem, entretanto, podermos esclarecer e justificar nossas convicções.

Nas atuais experimentações, tomamos tôdas as precauções possíveis, dentro dos amplos recursos que nos foram oferecidos, para que pudessem ser eficientes nossos ensaios e observações, revistos em todos os seu estágios anteriores.

Para a calibração dos retículos, foram feitas várias séries de amostras com porcentagens crescentes de 1 a 50% de cascas torradas, adicionadas a café torrado, em grão, cuidadosamente escolhido, isento de impurezas e moídos juntos, uma amostra de cada vez, partindo sempre da de menor para a de maior porcentagem. As primeiras porções de cada moagem foram desprezadas, como medida de precaução, para evitar possíveis erros, ocasionados pela mistura com restos da amostra anterior, permanecidos nas engrenagens do moinho. As cascas e o café usados foram sempre os mesmos em cada série, variando de torração e de procedência nas demais séries.

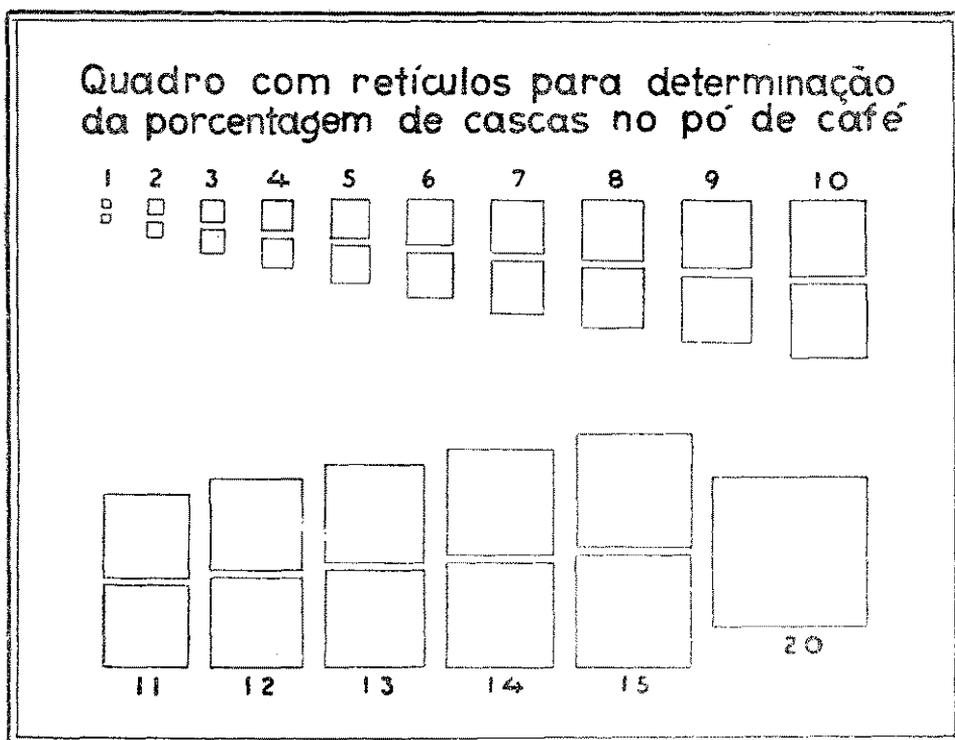
Além das várias séries de amostras produzidas com a casca e o café moídos juntos, em moinhos da Superintendência dos Serviços do Café, outras tantas foram preparadas no Laboratório de Microscopia Alimentar do Instituto Adolfo Lutz, partindo-se de cascas e de café em pó, moídos separadamente. As primeiras, feitas em maior quantidade, foram pesadas em balança tipo Roberval, a fim de se obter produto semelhante ao que é encontrado no comércio, e as últimas, obtidas em porções menores, com pesadas rigorosas de cada um dos componentes, previamente pulverizados.

No primeiro teste desta segunda fase de experimentações, efetuado para a avaliação das áreas dos retículos, utilizaram-se amostras de café contendo 1, 2, 3, 4, 5, 10, 15 e 20% de cascas e o resultado obtido foi a série de quadrados que nos apresenta a fig. 9 :



Fig. 9 — Fotografia da série de quadrados formados pelas cascas das amostras do 1.º teste.

Notamos que era visível a progressão dos quadrados formados pelas cascas e que a área ocupada pela amostra de 1% muito se aproximava à de 1 mm². A forma quadrangular pareceu-nos ainda a mais lógica, estética e prática, motivo porque foi desenhado um Quadro-Padrão com um número maior de retículos, tendo cada qual 1 mm de lado a mais que o anterior, como vemos na fig. 10 :



Os números indicam o lado do retículo em mm

FIG. 10 — Primeiro Quadro-Padrão.

As amostras de 1 a 20% correspondentes ao primeiro teste preencheram, aproximadamente, as áreas apontadas no quadro demonstrativo abaixo:

Lados	Retículos Área	Porcentagem Aproximada
1 mm	1 mm ²	1 %
2 mm	4 mm ²	2 %
3 mm	9 mm ²	3 %
4 mm	16 mm ²	4 %
5 mm	25 mm ²	5 %
6 mm	36 mm ²	10 %
7 mm	49 mm ²	15 %
8 mm	64 mm ²	20 %

Observamos que se tornavam também necessários quadrados com $\frac{1}{2}$ milímetro de lado a mais, pelo fato de um determinado retículo não comportar certa porção de casca e o seguinte ser demasiado grande, como foi notado,

de início, com a porção de 1%, cujo retículo de 1 mm² era insuficiente e o imediato, de 4 mm², apresentava sobra de espaço.

Construiu-se nova série de retículos, constando de 12 áreas progressivas, correspondentes a porcentagens de cascas de 1 a 50%, sendo alguns dêles acrescidos de ½ mm de lado, de acôrdo com observações feitas em resultados anteriores.

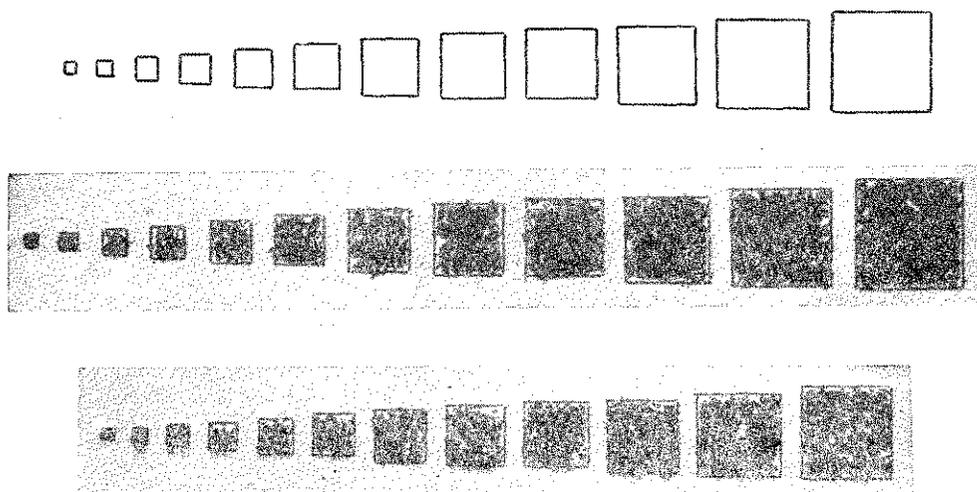


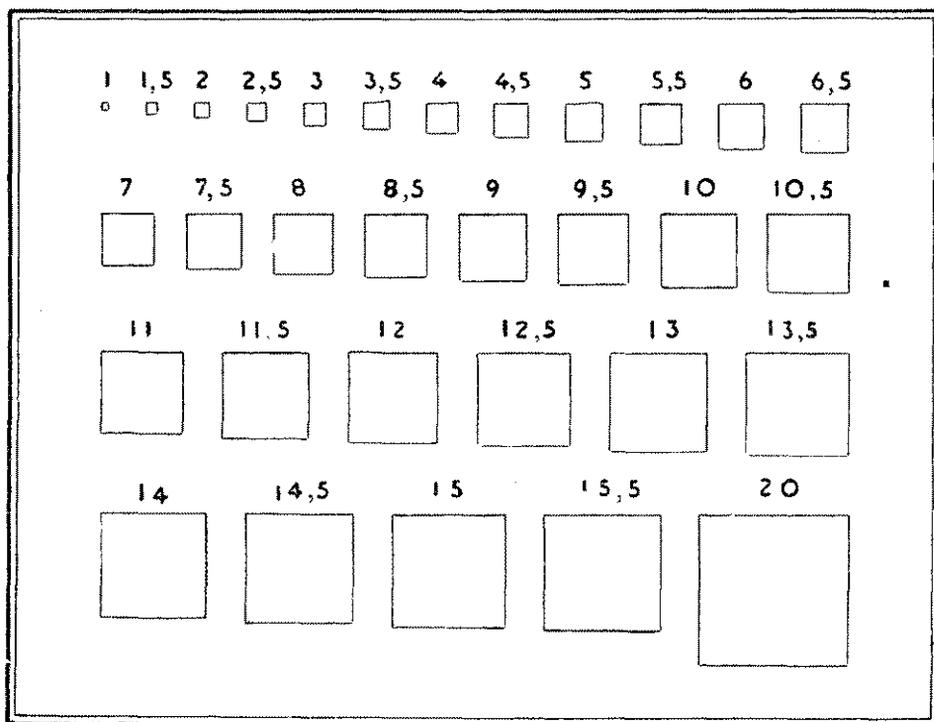
Fig. 11 — Desenho do segundo Quadro-Padrão e fotografias de 2 séries de amostras.

A figura 11 mostra o desenho do Quadro-Padrão e, logo abaixo, fotografias de duas séries de amostras, tiradas sôbre o desenho do mesmo Quadro-Padrão, e contendo de 1 a 50% de cascas, com diferentes graus de torração e que apresentaram idênticas proporções no preenchimento das respectivas áreas, como se pode notar pelo quadro demonstrativo seguinte:

Lados	Retículos Área	Porcentagem Aproximada
1½ mm	2,25 mm ²	1 %
2 mm	4 mm ²	2 %
3 mm	9 mm ²	3 %
4 mm	16 mm ²	4 %
5 mm	25 mm ²	5 %
6 mm	36 mm ²	10 %
7½ mm	56,25 mm ²	15 %
8½ mm	72,25 mm ²	20 %
9½ mm	90,25 mm ²	25 %
10½ mm	110,25 mm ²	30 %
12 mm	144 mm ²	40 %
13½ mm	182,25 mm ²	50 %

Muitas outras séries de amostras foram feitas com a utilização destes retículos, notando-se, porém, alguma diferença nos resultados obtidos, principalmente com porcentagens superiores a 15%, cujas áreas necessitavam de um novo ajustamento. Construiu-se, então, um novo Quadro-Padrão que, aliás, ainda não foi completamente satisfatório pelo fato de, continuando a apresentar os retículos uma figura retangular de lados iguais, as suas superfícies não corresponderem exatamente a múltiplos e sub-múltiplos de 36 mm², superfície média principal, ainda mesmo que se utilizassem, para a formação das áreas intermediárias, aumentos de $\frac{1}{2}$ milímetro de lado, considerados praticamente a menor fração de uma régua, em condições de dar pontos de referência para se traçarem as linhas de que se compõem tais quadrados.

Quadro com retículos para determinação da porcentagem de cascas no pó de café



Os números indicam o lado do retículo em mm

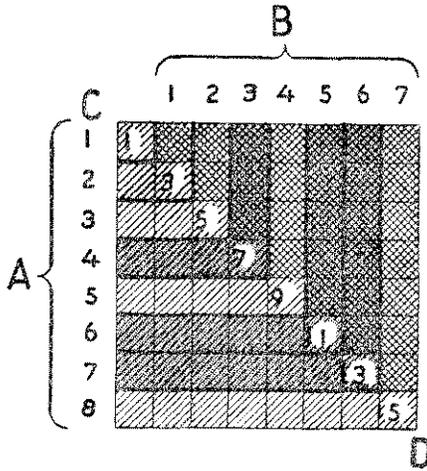
FIG. 12 — Terceiro Quadro-Padrão.

O novo Quadro-Padrão é o que exhibe a fig. 12 e o quadro demonstrativo de suas áreas é o seguinte :

Reticulos		Porcentagem Aproximada
Lados	Área	mm ² = 0,30 g
1 mm	1 mm ²	0,30 %
1½ mm	2,25 mm ²	0,67 %
2 mm	4 mm ²	1,20 %
2½ mm	6,25 mm ²	1,87 %
3 mm	9 mm ²	2,70 %
3½ mm	12,25 mm ²	3,67 %
4 mm	16 mm ²	4,80 %
4½ mm	20,25 mm ²	6,07 %
5 mm	25 mm ²	7,50 %
5½ mm	30,25 mm ²	9,07 %
6 mm	36 mm ²	10,80 %
6½ mm	42,25 mm ²	12,67 %
7 mm	49 mm ²	14,70 %
7½ mm	56,25 mm ²	16,87 %
8 mm	64 mm ²	19,20 %
8½ mm	72,25 mm ²	21,67 %
9 mm	81 mm ²	24,30 %
9½ mm	90,25 mm ²	27,07 %
10 mm	100 mm ²	30,00 %
10½ mm	110,25 mm ²	33,07 %
11 mm	121 mm ²	36,30 %
11½ mm	132,25 mm ²	39,67 %
12 mm	144 mm ²	43,20 %
12½ mm	156,25 mm ²	46,87 %
13 mm	169 mm ²	50,70 %
13½ mm	182,25 mm ²	54,67 %
14 mm	196 mm ²	58,80 %

Desta forma, quanto maiores forem as áreas dos retículos comparadas a um déles, tanto maior será a diferença de um para outro, pela simples razão de crescerem estas áreas em dois sentidos ao mesmo tempo.

A fig. 13, bastante ampliada, representa o aumento gradativo das áreas dos retículos, por milímetro de lado, notando-se que êsse aumento corresponde à soma do número de mm^2 de que se compõe o lado do retículo



A - Lado acrecido (vertical)
B - Lado anterior (horizontal)
CD - Progressão do aumento da área

Fig. 13

entre estas áreas, os resultados mantinham-se proporcionais e as oscilações encontradas giravam em torno de números muito próximos do real, conforme se pode observar pelo respectivo quadro demonstrativo.

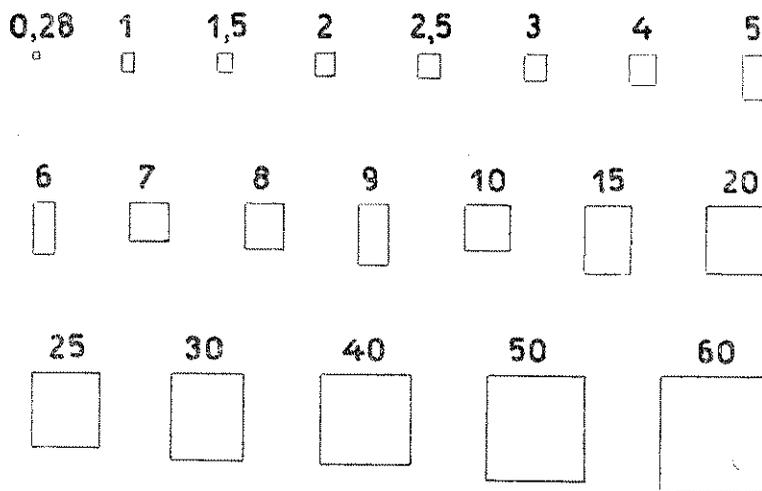
Como em tôdas as experiências procedidas, as amostras preparadas com 10% de cascas deram sempre, como resultado, o preenchimento do retículo de 36mm^2 , decidimos tomar esta área como ponto de partida para a avaliação dos demais retículos do Quadro-Padrão definitivo, não mais se levando em conta a uniformidade geométrica dos retículos, mas sim a obtenção de áreas as mais exatas possíveis, ainda mesmo que representadas por figuras irregulares.

Com o auxílio de uma lente e de uma régua de cálculo, poder-se-ia construir, com precisão, as figuras dos retículos em forma quadrangular correspondentes às áreas desejadas, mas a sua reprodução, se necessária, por parte de interessados, seria trabalhosa e praticamente desnecessária, por apresentarem os retículos de contornos irregulares obtidos por intermédio de uma régua, com frações de $\frac{1}{2}$ mm, superfícies que satisfazem plenamente as exigências do método, pois a diferença existente entre a área do retículo construído e a área considerada certa oscila de 0,0001 a $0,0012\text{mm}^2$, como vemos no quadro demonstrativo colocado logo abaixo do Quadro-Padrão definitivo :

anterior (vertical) com o número de mm^2 do lado acrecido (horizontal), ou sejam, aumentos progressivos de 1, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15, etc. mm^2 em cada retículo da série. Como exemplo, podemos citar as áreas correspondentes a 5%, 10% e 15%, respectivamente de 16mm^2 , 36mm^2 e 49mm^2 , utilizando-se êste Quadro - Padrão, quando, logicamente, deveriam ser de 18mm^2 , 36mm^2 e 54mm^2 , comparadas às porcentagens citadas.

Apesar das diferenças existentes

Quadro com retículos para determinação da porcentagem de casca no pó de café



O número indica a porcentagem

Fig. 14 — Quadro-Padrão definitivo.

Porcentagem %	Lado do Retículo em mm	Área do Retículo em mm ²	Área Certa em mm ²	Diferença de Área em mm ²
0,28	1 x 1	1	1	0
1	1,5 x 2,5	3,7	3,6	0,0001
1,5	2 x 2,5	5	5,4	0,0004
2	2,5 x 3	7,5	7,2	0,0003
2,5	3 x 3	9	9	0
3	3 x 3,5	10,5	10,8	0,0003
4	3,5 x 4	14	14,4	0,0004
5	3 x 6	18	18	0
6	3 x 7	21	21,6	0,0006
7	5 x 5	25	25,2	0,0002
8	6 x 5	30	28,8	0,0012
9	4 x 8	32	32,4	0,0004
10	6 x 6	36	36	0
15	9 x 6	54	54	0
20	8 x 9	72	72	0
25	9 x 10	90	90	0
30	9,5 x 11,5	109,2	108	0,0012
40	12 x 12	144	144	0
50	13 x 14	182	180	0,0002
60	14 x 15,5	217	216	0,0010

Com a calibração dos retículos por essa forma, ficou definitivamente resolvido adotar-se este quadro como Quadro-Padrão para a determinação das porcentagens de casca no café em pó, depois da realização de uma série de testes que lograram perfeitamente satisfatórios.

TÉCNICA PARA CONTAGEM

Material necessário :

Lupa
Balança centesimal
Cálice graduado, cônico, de 60 ml
Bastão de vidro
Espátula de metal
Placas de Petri (10 cm de diâmetro)
Funil e papel de filtro
Tiras de papel de filtro
Agulha de platina
Pincel de pêlo de marta
Lâmina de vidro (76 x 26 mm)
Clorofórmio
Água destilada
Quadro-Padrão de retículos.

MÉTODO OPERATÓRIO

Sobre uma folha de papel grosso, homogeneizar, previamente, a amostra, com o auxílio de uma espátula de metal ; passar, por meio de concha calibrada, 2 g de pó de café, para um cálice cônico, de 60 ml, contendo 25 ml de clorofórmio ; agitar, com um bastão de vidro, por várias vezes, durante 20 minutos ; filtrar, sobre papel de filtro sem pregas, e levar este a estufa, a 45.°C, por 10 minutos, para secar ; remover o pó para placa de Petri, com o auxílio de uma espátula e, para ela, passar também, com a ajuda de um pincel, o resíduo de pó aderente às paredes do cálice ; misturar bem, desfazendo os grumos, até perfeita homogeneização. Esta mistura deve ser feita com espátula, juntando, separando e amassando, levemente, o pó, procurando-se evitar a agitação provocada por movimentos circulares e bruscos dados à placa, a fim de que as partículas da casca não venham se reunir à superfície do pó, contribuindo para uma pesada defeituosa ao se fazer a

tomada de amostra para contagem. Pesar 0,10 g do pó, transportar para placa de Petri. A separação dos elementos estranhos ao café será facilitada, usando-se a técnica seguinte : com um pequeno movimento dado à placa de Petri, faz-se acumular o pó, na parte superior ; em seguida, mantendo-a ligeiramente inclinada para baixo, bate-se, com a ponta dos dedos, no fundo da mesma, para que as partículas da casca e os grãos mais volumosos do café se destaquem do pó fino. Este permanece, ainda, na parte superior da placa. Levar à lupa (aumento de 10 a 20 diâmetros) ; colhêr, com uma agulha de platina, os elementos da casca e transferi-los para uma gota de água destilada colocada sôbre uma lâmina de vidro. Esta operação é feita tocando-se com a ponta da agulha a gota d'água e, em seguida, a superfície da partícula de casca, para provocar a sua aderência e ser removida para a gota d'água. A separação direta e a séco destas partículas, como se fazia anteriormente, tornava-se lenta e penosa, pelo fato de serem as mesmas bastante duras e irregulares, saltando ou se perdendo ao primeiro contacto da agulha ; daí o adotar-se a colheita com o auxílio da gota d'água que, evitando êste inconveniente, não provoca o aumento de volume a estas partículas de natureza fibrosa, principalmente por ser curto o tempo necessário à sua separação.

Finda a colheita ou pesca dos elementos da casca, retirar o excesso d'água de sôbre a lâmina, com os lados planos de um pedaço de papel de filtro cortado com tesoura, procurando, com êle, ajustar as partículas na formação de um quadrado. Levar a lâmina à lupa para a separação dos grânulos de café puro, possivelmente aderentes à casca, colocando-se, então, sob a lâmina, o Quadro-Padrão, com o fim de ser encontrado o retículo de área correspondente. Renovar a acomodação das partículas no preenchimento total do retículo, utilizando-se agulha de platina e uma tira de papel de filtro. É necessário que estas partículas se justaponham uma ao lado da outra, sem, entretanto, se sobreponem.

Se o quadrado formado pelas cascas não preenche totalmente um determinado retículo e excede o tamanho do anterior, retira-se, então, a parte excedente de cascas para, com ela, formar um novo quadrado que irá cobrir um dos primeiros retículos do Quadro-Padrão, porque a diferença existente entre uma área e outra é sempre muito pequena. A soma dos teores oferecidos por êstes dois retículos será a porcentagem de cascas encontrada na amostra do pó de café examinado.

Há casos em que uma partícula observada à lupa pode, pelo seu aspecto e côr anormais, estabelecer dúvida ao iniciante, entre um fragmento da casca ou da semente de café. Nesta hipótese, a remoção da partícula suspeita para uma lâmina e seu exame ao microscópio, com a aplicação da técnica já descrita, darão os meios para a necessária identificação. Estas partículas pertencem às camadas do mesocarpo externo, próximas ao epicarpo, possuem células de membranas grossas, porém lisas, de tamanhos gradativamente menores em suas camadas e que diferem claramente das células do endosperma, quase sempre uniformes, de paredes porosas e marcadamente nodosas (figs. 3 e 4). Como já fizemos referência anteriormente, as granulações oferecidas por estas camadas são observadas sômente quando a casca sofreu torração leve ou média, não sendo encontradas na de torração elevada, por se tornarem pulverizáveis.

PARTE EXPERIMENTAL

Sendo a casca do café o elemento básico do método, o seu conhecimento, sob todos os aspectos, foi motivo de especial interesse de nossa parte. De início, procurando estudar o seu comportamento frente aos processos de torração e moagem, utilizamos um mesmo tipo de casca torrada na obtenção de duas espécies de amostras : uma em que a casca foi moída juntamente com o café em grão e outra em que, moída separadamente, foi posteriormente adicionada a pó de café puro. Diferentes graus de torração foram aplicados a êstes tipos de amostras, tendo-se, entretanto, dado preferência aos de torração média, pela semelhança na totalidade de côr apresentada pela maioria dos cafés em pó entregues ao consumo.

Quando moídas ao mesmo tempo que as sementes, produzem as cascas um pó de granulação mais ou menos uniforme, por não sofrerem diretamente a ação compressora das engrenagens do moinho. Ao contrário, quando trituradas separadamente, apresentam um pó sensivelmente irregular, devido à pulverização acentuada das porções friáveis da casca e a resistência oferecida pelas regiões fibrosas do mesocarpo e do endocarpo ou marinheiro, que se apresentam então sob a forma de grandes lâminas ou placas duras, brilhantes e enegrecidas, cujo tamanho pode atingir, muitas vêzes, até 25 mm².

A maior ou menor resistência da casca à trituração varia com a sua natureza, por ser fator dependente das condições climatéricas, do solo, do trato e da espécie ou variedade da planta de que procedeu, haja visto a casca dos cafés da Alta Mogiana e das zonas noroeste do Estado ; aquela, caracteristicamente úmida ou "melada", e esta, visivelmente seca.

Submetidas à moagem, estas cascas dão pós de aspecto diferente, porém uniformes no preenchimento da série de retículos, quando usado um mesmo tipo de casca, conforme se pôde concluir pelos testes levados a efeito com os mais variados tipos de cascas procedentes de diversas regiões cafeeiras do nosso Estado.

Dependendo do tipo de casca o preenchimento do retículo, a calibração dêste motivou a realização de muitos testes, dada a natural oscilação que acompanhava, algumas vêzes, os resultados. Diversos Quadros-Padrões foram desenhados, até que uma acomodação perfeita das partículas de casca fôsse obtida e a construção do Quadro-Padrão definitivo realizada.

Com o fim de poder orientar nossas observações e chegarmos a resultados lógicos e concludentes, adotou-se, desde o início, pesar, sistematicamente, tôdas as porções de casca contidas nas áreas de cada retículo preenchido. Notou-se que o pêso de cascas encontrado em 0,10 g de determinada amostra guardava sempre uma proporção, relacionada com a respectiva porcentagem, de antemão conhecida. Para confirmar a veracidade dêste fato, prepararam-se três séries de amostras, contendo cada série um tipo de cascas com torração leve, média e elevada, proporcionando-nos os resultados obtidos a relação aludida, conforme indica o quadro seguinte :

Porcen- tagens	AMOSTRAS			MÉDIA	
	A	B	C	De pe- sadas	Por 100 Pêso x 3000
1 %	0,0005	0,0003	0,0003	0,00037	1,1 %
2 %	0,0009	0,0008	0,0005	0,0007	2,1 %
3 %	0,0013	0,0012	0,0009	0,0011	3,3 %
4 %	0,0017	0,0016	0,0013	0,0015	4,5 %
5 %	0,0024	0,0023	0,0021	0,0022	6,6 %
10 %	0,0042	0,0034	0,0032	0,0036	10,8 %
15 %	0,0064	0,0060	0,0056	0,0060	18,0 %
20 %	0,0085	0,0082	0,0077	0,0081	24,3 %
25 %	0,0112	0,0101	0,0095	0,0102	30,6 %
30 %	0,0140	0,0122	0,0117	0,0126	37,8 %
40 %	0,0190	0,0153	0,0131	0,0158	47,4 %
50 %	0,0234	0,0215	0,0154	0,0201	60,3 %

Amostra A — torração leve

Amostra B — torração média

Amostra C — torração elevada

Média de pesadas — pêso da casca de 0,10 de amostra

Média por 100 — média da pesada x 3 x 1000.

A proporcionalidade dos números é evidente neste quadro, guardando entre si as amostras A, B e C uma relação constante, muito embora a estimativa de suas porcentagens apresente resultados acrescidos de 10% e de 20% na maioria das amostras. Isto não representaria inconveniente, caso se pretendesse determinar, por método ponderal, a proporção de cascas, bastando, para tanto, fazer-se os respectivos descontos, de 10 ou 20%, nos resultados obtidos.

A fim de se obter a porcentagem da amostra analisada por êste meio, faz-se a multiplicação da pesada primeiramente por 3, pela simples razão de estarem presentes na casca os elementos fibrosos contáveis na proporção de 1/3 e, depois, por 1000, para a obtenção do resultado de 100 g, sabendo-se que a contagem é procedida em 0,10 g de amostra.

Para se chegar à conclusão de que êstes elementos se mantinham, aproximadamente, na proporção de 1/3 dos demais pulverizáveis e não computados na contagem, realizou-se o seguinte teste, bastante significativo :

De duas porções de 0,10 g de pó de cascas de café, uma de torração média e outra de torração elevada, foram separadas as partículas fibrosas, as quais ocuparam as áreas de dois retículos perfeitamente iguais. Em seguida, de uma amostra contendo 0,10 g de cascas de torração média e 0,10 g de pó de café puro, foram separadas também as mesmas partículas, com o fim de ser constatada a possibilidade, não só de ficarem de permeio com o pó de café alguns dêstes elementos sem ser catados, como ainda de poder a sua falta interferir na pesada, prejudicando a precisão do resultado. A

separação de tais partículas se fez diretamente do pó para os retículos, sem auxílio da gota d'água, para que a umidade não participasse da pesada como causa de erro, obtendo-se um retículo de área precisamente igual à dos dois anteriores. A pesada dos elementos da casca separados dessas 3 amostras veio confirmar nossas observações, por ser lógica e manter-se inteiramente proporcional para com a porção restante do pó, como vemos no seguinte quadro :

AMOSTRAS	1	2	3
ÁREA DO RETÍCULO	361 mm ²	361 mm ²	361 mm ²
LADOS DO RETÍCULO	19 x 19	19 x 19	19 x 19
<hr/>			
PÊSO DE :			
Parte contável	0,0342 g	0,0325 g	0,0336 g
Pó impalpável	0,0658 g	0,0675 g	0,0664 g
Pó de café	—	—	0,1000 g
<hr/>			
Totais	0,1000 g	0,1000 g	0,2000 g
<hr/>			

- Amostra 1 — 0,10 g de casca de torração média
 Amostra 2 — 0,10 g de casca de torração elevada
 — 0,10 g de casca de torração média
 Amostra 3
 — 0,10 g de pó de café puro.

Já que, por êsse meio (determinação ponderal), poderíamos chegar à possibilidade de revelar, embora aproximadamente, a proporção de cascas existente no pó de café, caso não tivéssemos um processo mais exato como o dos retículos calibrados, muito nos anima poder indicar o presente método microscópico para contagem, certos de que, pelas razões expostas, as diferenças mínimas e irremovíveis apontadas não irão prejudicar a conclusão do resultado analítico, pela margem de tolerância prevista nas áreas dos retículos do Quadro-Padrão definitivo.

DISCUSSÃO

Foi possível chegar-se a conclusões satisfatórias, depois da realização de mais de 300 testes procedidos em amostras, as mais variadas possíveis. Destinaram-se umas ao estudo das modalidades da casca do café e seu descoramento, outras à calibração dos retículos, uma grande parte delas, no conhecimento da qualidade do café em pó entregue ao consumo pelas torrações existentes no interior do Estado e na Capital paulista e algumas de Estados vizinhos.

Damos, a seguir, o QUADRO DEMONSTRATIVO DAS EXPERIMENTAÇÕES, que esclarece, de um modo sucinto, as operações que se fizeram necessárias à conclusão dêste método :

QUADRO DEMONSTRATIVO DAS EXPERIMENTAÇÕES

N.º DE AMOSTRAS	ESPÉCIE	PORCENTAGENS									SUBSTÂNCIAS ESTRANHAS	OBSERVAÇÕES	
		CASCAS			PAUS		CINZA TOTAL		CAFEÍNA				
		1 a 5%	10 a 20%	25 a 60%	1 a 5%	10 a 20%	Até 5 g %	+ de 5 g %	Até 1%	+ de 1%			
145	Testes	62	41	18	15	9							descoramento do pó e calibração dos retículos
61	Capital	56	5	0	2	0	21	2	17	10	13		15% de cascas foi a maior quantidade encontrada
15	Capital	0	0	0	0	0							ausência de cascas e paus
53	Interior	40	8	5	4	0	92	9	49	38	28		40% de cascas foi a maior quantidade encontrada
33	Interior	0	0	0	0	0							ausência de cascas e paus
307													Total das análises

Em 162 amostras de produtos comerciais analisadas, foram encontradas 114 contendo substâncias estranhas :

Cascas	114
Paus	6
Areia, terra, pedras e torrões	32
Milho	3
Trigo	1
Colza	1
Cevada	1
Caramelo	3

e 48 constituídas de café puro, numa porcentagem bem pequena de 29%.

Não foi encontrado café fraudado somente com paus ou com uma das substâncias estranhas apontadas ; em todos êles a presença da casca foi verificada.

As porcentagens maiores de cascas foram observadas em cafés moídos procedentes do interior do Estado, tendo, em algumas amostras, atingido a cifra bastante elevada de 40%. Nas amostras de cafés entregues ao consumo público pelas torrefações da Capital, muito embora nenhuma delas alcançasse tal cifra, um grande número apresentou porcentagem de 2 a 15%.

De acôrdo com o que tivemos oportunidade de verificar, cafés em pó com teores altos de cafeína, acima do limite permitido pelo Código Sanitário (0,700 g %), continham cascas em grande proporção, chegando a ultrapassar 10% em muitos casos.

Verificamos, também, que o acréscimo de casca no café não aumenta o seu resíduo mineral fixo, pois, em 124 amostras examinadas, 113 apresentaram resultados inferiores a 5 g%, limite máximo tolerado pelo regulamento em vigor, muito embora contivessem algumas amostras 15% dos elementos da casca.

Desta forma, o exame microscópico parece ser ainda o mais indicado para o caso do café, desde que se tenha por mira a questão da fraude, pois, além de poder indicá-la com segurança, é rápido e permite dar, em certos casos, como o da casca de café, a proporção da substância adicionada.

O resultado reproduzido no Quadro Demonstrativo referente a cafés em que se constatou ausência de cascas e demais impurezas indica, de um modo evidente, a necessidade urgente de melhorar a qualidade dêste precioso produto, pois, das 162 amostras procedentes das torrefações da Capital e do Interior, somente 48 eram puras, correspondendo à porcentagem mínima de 29%.

Em nossas investigações, a presença de fragmentos de madeira não foi encontrada em proporções maiores que 3%. Consideramos tal fato como

uma prova da impraticabilidade do aproveitamento de paus na fraude do café, cujo aspecto se modifica de modo a permitir, fãcilmente, o seu reconhecimento, pelas inúmeras fibras típicas presentes.

A aplicação dêste método pode estender-se à contagem de qualquer outra substância empregada em diferentes modalidades de fraude, desde que, para isso, se utilize um Quadro-Padrão prèviamente ajustado.

É imprescindível, para os efeitos do método, que o analista conheça perfeitamente os elementos histológicos do café, os caracteres morfológicos do pó, as alterações macroscópicas por que passa, nas várias fazes do processo, a fim de que tenha pleno desembaraço na separação das partículas da casca e na sua conseqüente acomodação nos retículos.

CONCLUSÃO

Baseados em resultados que confirmaram, integralmente, nossas observações, no decorrer das experimentações para a concretização das bases dêste método, chegamos às seguintes conclusões :

1.º) — Êste método satisfaz, plenamente, as exigências do momento, pelas possibilidades de determinar as porcentagens de impurezas contidas no café em pó, principalmente de cascas, cuja proporção poderá ser estimada a partir de 0,28%.

2.º) — É de fácil interpretação, por não apresentar ao analista nenhuma dificuldade de ordem técnica e científica.

3.º) — Sua aplicação pode estender-se à contagem de qualquer substância adulterante, desde que se utilize um Quadro-Padrão apropriado.

4.º) — É de utilidade prática indiscutível, podendo, certamente, influir no espírito de contumazes fraudadores, para que sejam mais sóbrios em suas desmedidas ambições.

5.º) — Possibilita a eliminação de uma fraude, permitindo às Repartições fiscalizadoras estenderem sua ação ao café em pó, como é realmente entregue ao consumo público.

6.º) — Permite o estudo de medidas que visem determinar a porcentagem mínima de impurezas a ser tolerada no peor café em pó permitido para o consumo público.

Confiantes na realidade das afirmativas que acabamos de explanar, sentimo-nos bastante seguros para indicar a aplicação dêste método e solicitar a sua oficialização.

R E S U M O

Os autores apresentam um método microscópico inédito para a avaliação da porcentagem de cascas contidas no café em pó, desejando contribuir para a eliminação desta modalidade de fraude, cuja freqüência se acentua, últimamente, pelo elevado preço atingido pelo produto.

Fazem um estudo morfo-histológico do fruto e da semente do café, ilustrando-o com desenhos originais coloridos.

Descrevem os processos utilizados no exame microscópico do café e os meios para identificação de substâncias estranhas comumente adicionadas ao produto em pó.

Todos os ensaios foram efetuados na Sub-Secção de Microscopia Alimentar do Instituto Adolpho Lutz, tendo sido grande parte das amostras gentilmente fornecida pela Superintendência dos Serviços do Café.

Expõem, detalhadamente, o princípio do método e a técnica para contagem que, em síntese, é a seguinte :

Pesar 2 g de pó de café, passar para um cálice cônico contendo 20 ml de clorofórmio, agitar, por várias vêzes, durante 20 minutos, para descorar e desengordurar o pó; filtrar e secar o resíduo em estufa, a 45.º C, pesar 0,10 g do mesmo, transportar para placa de Petri, levar à lupa (aumento de 10 a 20 X), colher, com agulha de platina molhada, os elementos da casca (que não se descoram pelo clorofórmio) e transferi-los para uma gota d'água colocada sobre lâmina de vidro. Retirar o excesso d'água por meio de papel de filtro, procurando ajustar as partículas da casca na formação de um quadrado. Colocar a lâmina sobre o Quadro-Padrão e procurar o retículo de área correspondente.

Esclarecem como chegaram à calibração dos retículos do Quadro-Padrão, que permite a determinação de porcentagens de impurezas, a partir de 0,28%.

Várias fotografias e quadros demonstrativos são apresentados para maior clareza na interpretação dos resultados.

Baseados nos resultados das experimentações procedidas, os autores chegaram às seguintes conclusões :

Este método microscópico de contagem vem preencher, satisfatoriamente, uma lacuna permanecida, de há muito, no campo da Bromatologia.

Permite determinar porcentagens de impurezas, principalmente de cascas, contidas no café em pó, sendo de fácil interpretação, por não apresentar dificuldades de ordem técnica e científica.

Sua aplicação pode estender-se à contagem de qualquer substância adulterante, contanto que se faça uma calibração especial de retículos.

Confiantes na segurança do método, os autores solicitam a sua oficialização.

SUMMARY

The authors present an unpublished microscopic method to value the percentage of hull contained in ground coffee, in order to contribute for the elimination of this kind of fraud, the frequency of which has been increasing lately because of the high price of the product.

A morpho-histological study of the fruit and seed is made, illustrated with original coloured drawings.

They describe the processes used in the microscopic examination of coffee and the means for the identification of foreign substances commonly added to the ground product.

All the experiments were made at the "Sub-Secção de Microscopia do Instituto Adolpho Lutz", a great part of the samples having been kindly furnished by the "Superintendência dos Serviços do Café".

A detailed exposition of the principles of the method for the counting is made, which, in synthesis, is the following :

Weigh 2 g of ground coffee and pass it through a conical cup containing 20 ml of chloroform, shake it many times, during 20 minutes, to discolour and take away the fat of the powder; filter and dry the remainder in a stove at 45.° C ; weigh 0,10 g of it and pass the same to a Petri dish, and look through a lens (increase of 10 — 20), gather with a wet platinum needle the peel elements (wich did not discolour by the chloroform), and transfer them to a water drop placed on a slide.

Take away the water excess with a filter paper, trying to adapt the hull particles to a square formation.

Adjust the thin plate to a pattern picture and look for the corresponding surface reticule.

The explanation is given as to how the calibration of the pattern picture reticules is obtained, which permits the determination of the percentage from 0,28 to 60% of coffee hull.

Several photos and pictures are presented, in order to help the interpretation of the results.

Based on the results obtained from the tests, the authors came to the following conclusions :

This microscopic method comes to fill, in a satisfactory way, an old blank which existed for a long time in bromatology.

It permits the determination of the impurity percentages contained in ground coffee, starting from 0,28%, being of an easy interpretation because it does not present difficulties of technical or scientific order.

Its application may be extended to the count of any adulterating substance, as long as a special calibration of the reticules is made.

It makes possible the elimination of certain frauds, favouring the fiscalization of ground coffee as it is given for sale, and permits the study of a toleration limit to be adopted for inferior types of coffees.

Trusting in the security of this method, the authors are looking forward for its officialization.

R É S U M É

Les auteurs présentent une méthode microscopique inédite pour évaluer le pourcentage des écorces contenues dans la poudre de café, désirant contribuer à l'élimination de ce genre de fraude, dont l'habitude s'accroît chaque jour, à cause du prix élevé de ce produit.

Ils ont fait une étude morpho-histologique du fruit et de la graine du café, illustrée de dessins originaux coloriés.

Ils décrivent les procédés utilisés à l'examen microscopique du café, et les moyens d'identifier les substances étrangères communément additionnées au produit moulu.

Tous les essais ont été effectués à la "Sub-Secção de Microscopia Alimentar do Instituto Adolpho Lutz". Une grande partie des échantillons ont été gentiment fournis par la "Superintendência dos Serviços do Café".

Ils exposent, d'une manière détaillée, le principe de la méthode employée et la technique de comptage qui, en synthèse, est la suivante :

On doit peser 2 g de poudre de café, que l'on met ensuite dans un verre à expérience gradué contenant 20 ml de chloroforme, agiter plusieurs fois, pendant 20 minutes, pour décolorer et dégraisser la poudre; filtrer et sécher le résidu en étuve à 45.° C, peser 0,10 g de ce résidu, le poser sur une plaque de Petri; regarder avec une loupe (augmentation de 10 à 20 X) prendre, avec une aiguille de platine mouillée, les éléments d'écorce (qui ne se décolorent pas par le chloroforme) et les mettre dans une goutte d'eau sur une lamelle. Retirer l'excès d'eau au moyen d'un papier filtre et former un carré en rapprochant les particules d'écorce. Poser la lamelle sur le Cadre Modèle et chercher le réticule de la surface correspondante.

Ils expliquent comment ils sont parvenus au calibrage des réticules du Cadre Modèle, qui permet de déterminer le pourcentage d'impuretés à partir de 0,28%.

De nombreuses photographies et cadres démonstratifs sont présentés pour indiquer l'interprétation des résultats.

Basés sur les résultats des expériences acquises, les auteurs sont parvenus aux conclusions suivantes :

Cette méthode microscopique de comptage vient remplir avec satisfaction une lacune qui dure depuis fort longtemps dans le champ de la Bromatologie.

Elle permet de déterminer le pourcentage d'impuretés, principalement des écorces contenues dans le café en poudre, étant de facile interprétation parce qu'elle ne présente pas de difficultés d'ordre technique ou scientifique.

Son application peut s'étendre au comptage de n'importe quelle substance adultérante, à la condition que l'on fasse un calibrage spécial de réticules.

Confiants dans l'efficacité de cette méthode, les auteurs sollicitent l'officialisation du même.

BIBLIOGRAFIA

- BAILLON, M. H. — Dictionaire de botanique. Paris, Librairie Hachette et Cie., 1876 ;
1 : 544.
- CULBRETH, D. M. R. — A manual of materia medica and pharmacology. New York,
Lea & Febiger, 6. ed., 1917 ; p. 547-551.
- HAGER-MEZ — El microscopio y sus aplicaciones. Barcelona, Gustavo Gili Editor,
1922 ; p. 104-112.
- HERAIL, J. — Traité de matière médicale, pharmacographie. Paris, Librairie J. B.
Baillièrre et Fils, 1927 ; p. 626-638.
- MACÉ, E. — Les substances alimentaires. Paris, Librairie J. B. Baillièrre et Fils, 1891 ;
363-379.
- MENEZES JR., J. B. F. — 1950 — Do exame microscópico nas fraudes do café. S.
Paulo, Boletim da S. S. C., Secr. Fazenda 25 (275):5-7.
- MOELLER, J. — Guia para ensayos micro-farmacognósticos. Barcelona, Editorial
Labor S. A., 1927 ; p. 130-131.
- UKERS, W. H. — All about Coffee, New York, The Tea & Coffee Trade Journal Com-
pany, 2. ed. ; 1935.
- WINTON, A. L. e K. B. WINTON, — The Structure and Composition of Foods. New
York, John Wiley & Sons. Inc., 1932 ; 4 : 140-162.
- YOUNGKEN, H. W. — Tex-book of pharmacognosy. Philadelphia, The Blakiston
Company, 5. ed., 1943 ; p. 828-833.

