

PREPARAÇÃO DE LOTES PADRÃO CANDIDATOS A MATERIAL DE REFERENCIA DE CAFÉ VERDE BENEFICIADO COM TEOR DE UMIDADE NAS FAIXAS DE 10-12% (b.u).

JULIANA P. **BASSO**¹; HECTOR A. P. **CABRERA**²; RAPHAEL O. **MIGUEL**³; ALLAN **PASSARELI**⁴ MARCO R. A. **RODRIGUEZ**⁵

N° 0801024

1. BOLSISTA CNPq: Graduação em Ciências Biológicas, Pontifícia Universidade Católica campus II/CCV, Campinas-SP, ju_priscila@hotmail.com

2. ORIENTADOR: Pesquisador, Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos/ITAL, Campinas-SP, hector@ital.org.br

3. COLABORADOR: Graduação em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual do Centro- Oeste Unicentro. Gurapuava-PR.

4. COLABORADOR: Graduação em Estatística, Unicamp, Campinas-SP.

5. COLABORADOR: Graduação em Microbiologia e Parasitologia, Universidade Nacional de Trujillo, La Libertad-Peru,

RESUMO

O estudo visa a preparação de um material de referencia (padrão) de grãos de café com diferentes teores de umidade visando obter materiais homogêneos e estáveis que tenham a função de avaliar as diferentes metodologias, calibrar aparelhos e atribuir valores rastreáveis aos cafés crus beneficiados. Diversas metodologias para determinação de umidade no café cru beneficiado são aplicadas no Brasil, entre as, mas comuns as que utilizam a estufa (método do Ministério de Agricultura, 1992) e as de capacitância (diversos equipamentos nacionais e importados). Internacionalmente a metodologia que rege na atualidade para café cru é a ISO 6673 (1983). Neste estudo foram obtidos lotes padrão homogêneos e estáveis com amplitude de 0,2 pontos percentuais quando avaliado as medias no teste de homogeneidade. No teste de estabilidade foi aplicado o teste de tukey e regressão simples. Tendo resultados satisfatórios para ambos em um período de ensaio de 90 dias. Na comparação de metodologias foram obtidas duas equações de correlação.

ABSTRACT

The goal of this study was to obtain a standard reference for coffee beans with different moisture content in order to evaluate methodologies, calibrate equipment and give traceable values to raw coffee. Several methodologies are used in Brazil with the most common being “oven” (Agriculture Ministry, 1992) and “capacitance” (any Brazilian or imported equipment).

The international methodology currently used for coffee beans is ISO 6673. In this study homogenous, stable lots with an amplitude of 0.2 percentual points were obtained. In the stability trial the tukey and simple regression tests were used with good results in an study of 90 days. With comparison of methodologies, two correlation equations were obtained

1 INTRODUÇÃO

Materiais de referência são definidos, segundo os parâmetros da ABNT, 2001, como substâncias que têm um ou mais valores de propriedades suficientemente homogêneos e bem estabelecidos para serem usados na calibração de um aparelho, na avaliação de um método de medição ou atribuição a valores ou materiais. O material de referencia de café verde beneficiado com umidade estabelecida pode ser utilizado na calibração e aferição de equipamentos, validação de métodos, comparação de diferentes metodologias de determinação de umidade, garantindo desta forma a rastreabilidade com relação a um mesmo parâmetro (umidade), de equipamentos, metodologias e matéria prima. Sendo assim o objetivo deste estudo foi a obtenção de candidatos a materiais de referência nas faixas de 10-12% umidade de café verde beneficiado, seguindo a norma ISO 35 alem de realizar comparação de metodologias de determinação de umidade: métodos de estufa (Ministério de Agricultura e ISO 6673) e eletrônico (Capacitância).

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Material

A variedade de café usada no preparo do material de referencia foi do tipo arábica, sendo este separado em 2 lotes obtidos por dois diferentes procedimentos: cereja descascado e seca natural.). O trabalho de condicionamento para a obtenção dos lotes homogêneos foi realizado no Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL), no Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos.

4.2 Ensaios de temperatura alternada e temperatura constante.

Os lotes foram armazenados visando a homogeneidade à temperatura constante e alternados. Nos ensaios de temperatura constante foi utilizada a temperatura de 30°C. Para os ensaios de alternância foi alternada a temperatura de 12 em 12 horas de 10° e 30°C respectivamente.

4.3 Determinação de umidade

As metodologias utilizadas foram: estufa (método do Ministério de Agricultura, 1992 e ISO 6673 (1983) e capacitância (Gehaka G-600).

4.4 Verificação de homogeneidade e Estabilidade

Foi utilizada a norma ISO 35 como guia na preparação dos materiais de referencia em relação aos estudos de homogeneidade e estabilidade. No estudo de homogeneidade foram observadas as diferenças significativas das sub -amostras dentro da embalagem e entre as embalagens. Para o estudo de estabilidade, as amostras foram colocadas em 5 embalagens metalizadas (impermeáveis ao vapor de água) cada um contendo 120g de amostra, foram seladas e armazenadas à 30°C durante 3 meses, depois abertas em intervalos aproximados de 20 dias.

4.5 Comparação de Metodologia de Umidade

Após a obtenção de lotes homogêneos e estáveis se procedeu a fazer a comparação das três metodologias de determinação de umidade.

4.6 Análise estatística

Análise de Variância (ANOVA) foi usada para testar a diferença existente entre médias, dos lotes condicionados a diferentes temperaturas (10°C e 30°C). Para analisar estatisticamente a diferença mínima significativa entre as porções retirados do lote e a amplitude do valor de umidade dentro das porções (p- valor) foi utilizado o teste de Tukey. Foi utilizada na comparação de metodologia a regressão simples.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na primeira etapa do estudo (após 97 dias) foram obtidos os seguintes resultados. A figura 1 descreve como o p-valor obtido do teste de ANOVA pode descrever a tendência dos lotes a uma maior ou menor homogeneidade. O p- valor quando maior, menor é o F calculado e melhor é a homogeneidade. A amplitude máxima foi de 0,2 pontos percentuais

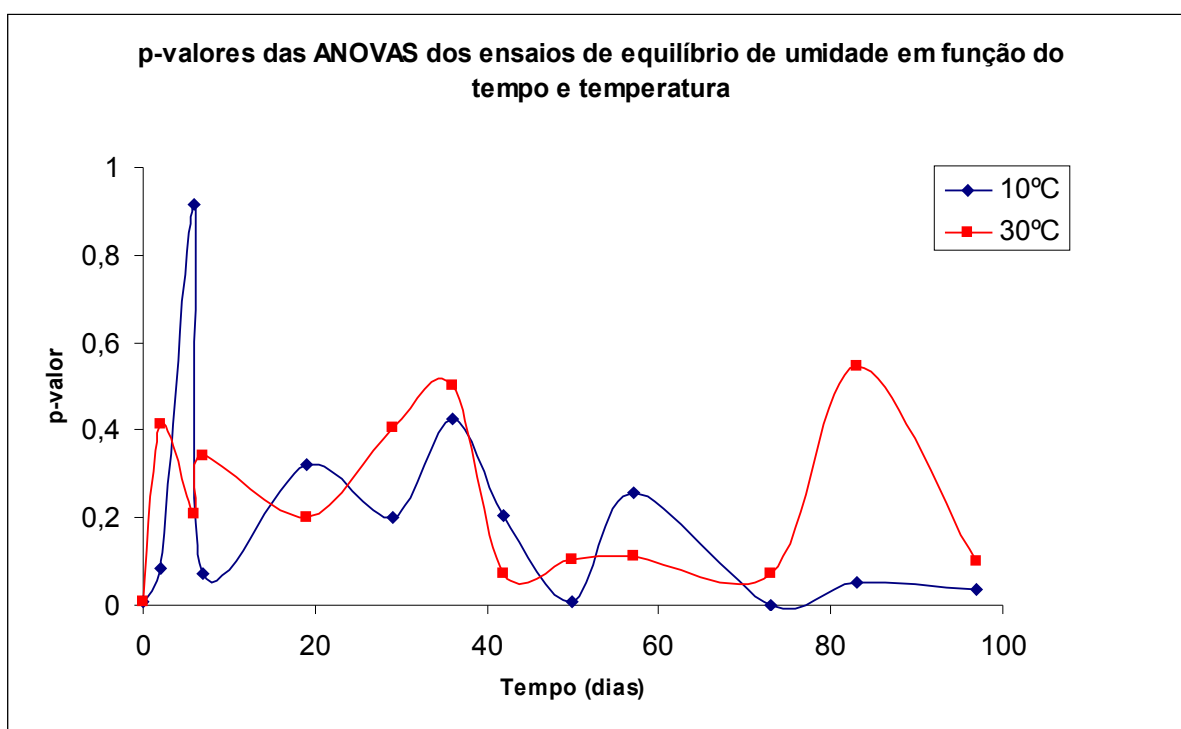


Figura 1- Homogeneidade dos lotes descritos como P-valor em função do tempo e temperatura de armazenamento

O lote armazenado a 30°C tem um p-valor nas últimas três semanas de ensaio com muita melhor performance que o lote armazenado a 10°C, Na segunda etapa deste estudo com relação ao estudo de homogeneidade utilizamos cinco condições diferentes visando diminuir a amplitude de teor de umidade de 0,2 a 0,1 pontos percentuais. Os resultados apresentados nesta etapa apresentada na tabela 1 foram positivos considerando que todos os lotes tem características de homogeneidade, porém a amplitude abaixo de 0,1 pontos percentuais do teor de umidade não conseguimos atingir, muito provavelmente pela falta de condicionamento adequado das amostras e falta de salas com umidade relativa controlada.

Tabela 1 - Homogeneidade dos lotes armazenados em diferentes condições

Ensaio / Frequência	Ensaio 1		Ensaio 2		Ensaio 3		Ensaio 4		Ensaio 5	
	I	F	I	F	I	F	I	F	I	F
Teor	11.013	11.466	11.033	11.043	11.033	10.903	10.153	9.8966	10.856	10.656
	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
de	10.966	11.376	10.876	10.970	10.876	10.903	10.146	9.8966	10.843	10.630
	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
Umidade	10.923	11.330	10.776	10.940	10.776	10.886	10.133	9.8933	10.833	10.603
	A	A	BA	A	BA	A	A	A	A	A
	10.916	11.216	10.533	10.880	10.533	10.826	10.096	9.8333	10.810	10.596
	A	A	BA	A	BA	A	A	A	A	A
	10.796	11.113	10.283	10.863	10.283	10.730	10.073	9.7366	10.793	10.580
	A	A	B	A	B	A	A	A	A	A
	d.m.s	d.m.s	d.m.s	d.m.s	d.m.s	d.m.s	d.m.s	d.m.s	d.m.s	d.m.s
	0,305	0,495	0,540	0,192	0,540	0,190	0,208	0,247	0,169	0,189

Ensaio- 1) temperatura de armazenamento alternada (10°C e 30°C em períodos de 12 horas em 12 horas), 2) temperatura de armazenamento constante de 10°C 3) temperatura de armazenamento constante a 30°C 4) temperatura de armazenamento constante a 30°C (com matéria prima obtido por processo de seca natural) 5) temperatura de armazenamento constante a 30°C com matéria prima obtido por via úmida - cereja descascado. Médias com as mesmas letras na coluna não tem diferença significativa. Teste de Tukey. I- Início do ensaio; F- Fim do ensaio.

Considerando que em análise de rotina de umidade são aceitos valores com precisão de 0,5 pontos percentuais e algumas vezes até de 1 ponto percentual, os padrões produzidos pelos diferentes procedimentos são bons, principalmente os obtido pelo ensaio 5.

5.2 Verificação de Estabilidade

Os resultados de umidade em função de tempo (3 meses aproximadamente) e tipo de embalagem (laminado) durante o estudo de estabilidade foram avaliados pelo teste de tukey e por regressão. A amostra não teve mudança significativa para nenhum dos 2 testes realizados.

5.3 Comparação de Metodologias

Tabela 2- Equações de regressão linear e coeficientes de correlação entre o teor de umidade (Y) determinado pelo método de estufa do Ministério de Agricultura, e o teor de umidade (X) determinada pelas outras metodologias.

Parâmetros	A*	B*
Estatística/Metodologia		
Equação de regressão	$Y = 0,8089 x + 1,4864$	$Y = 1,6068 x - 8,1231$
Coefficiente de correlação	0,97	0,91

* A) Método da estufa da ISO 6673; B) Método eletrônico de capacitância- Gehaka G-600).

6 CONCLUSÃO

Foram obtidos dois lotes com características de homogeneidade similares a candidatos a materiais de referencia a partir da terceira semana de estudo. O condicionamento da matriz em embalagem metálica foi eficiente no estudo de estabilidade, não houve mudança significativa do teor de umidade no período de três meses. Foram obtidas duas equações de correlação.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR/ISO GUIA 30: Temos e Definições Relacionados com Materiais de Referência, Rio de Janeiro, 2001.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO Guide 35: Certification of reference materials – General and Statistical Principles, Switzerland, 1989.

MINISTÉRIO DE AGRICULTURA E REFORMA AGRÁRIA: Regras para análise de sementes Coordenação de Laboratório Vegetal, Brasília, 1992, 365p.

NORM INTERNATIONAL ISO 6673/1983. Green coffee determination of moisture content.