



Telma Andreia Eusébio Carapito

Licenciada em Nutrição Humana e Qualidade Alimentar

**Estudo da dimensão das partículas de café
encapsulado através de difração a laser: Caraterização
físico-química e organolética dos produtos finais**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Tecnologias de Produção e Transformação Agroindustrial

Orientador: Doutor Fernando Henrique da Silva Reboredo, Professor Auxiliar Agregado, Faculdade de Ciências e Tecnologia da Universidade Nova de Lisboa

Coorientadora: Mestre Engenheira Ana Maria Aço Monteiro Pintão, Docente no Instituto Universitário Egas Moniz e consultora na empresa Galvão & Noronha, Lda.

Júri:

Presidente: [Nome do presidente do júri]

Arguentes: [Nome do arguente 1]
[Nome do arguente 2]

Vgais: [Nome do vogal 1]
[Nome do vogal 2]
[Nome do vogal 3]
[Nome do vogal 4]



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Março, 2018

Copyright © Telma Andreia Eusébio Carapito, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

“Estudo da dimensão das partículas de café encapsulado através da difração a laser: Caracterização físico-química e organoléptica dos produtos finais”

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

A presente dissertação foi escrita ao abrigo do Acordo Ortográfico da Língua Portuguesa (2009).

Agradecimentos

A presente dissertação foi realizada com base no estágio curricular desenvolvido na empresa Galvão & Noronha, Lda à qual quero agradecer a oportunidade, toda amabilidade e total disponibilização de meios e recursos para a realização deste trabalho. Muito obrigada.

Ao Professor Fernando Lidon, coordenador do mestrado, pelo apoio prestado durante o ciclo de estudos.

Ao meu orientador professor Doutor Fernando Reboredo, muito obrigada por todo o apoio, confiança e valorização do meu trabalho.

À minha coorientadora Mestre Engenheira Ana Maria Pintão por todo o conhecimento científico transmitido, ensinamentos sobre café e controlo de qualidade. Obrigada pela paciência, persistência, dedicação, pelas preciosas sugestões de melhoria, experiências e motivação partilhadas, preponderantes na realização da presente dissertação. Muito grata por tudo.

Ao Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz pela possibilidade de utilizar o espectrofotómetro aquando da determinação dos compostos fenólicos e atividade antioxidante.

À Professora Margarida Cabral de Moncada do Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz, pela simpatia e colaboração no laboratório de Farmacognosia do instituto.

À Professora Sofia Barbosa da Faculdade Ciências e Tecnologias da Universidade Nova de Lisboa pela paciência e simpatia, fundamentais para ultrapassar as dificuldades encontradas no tratamento estatístico dos dados.

À gerência e aos meus colegas da empresa AaZ do Café, Torrefação de café Lda por todo o carinho, apoio e compreensão nestes últimos meses. É um privilégio trabalhar convosco.

Aos meus amigos, em especial ao João Granja e à Liliana Moreira, por compreenderem a minha ausência e constante indisponibilidade nos últimos tempos, pela amizade e carinho com que sempre me tratam.

Aos meus pais, irmão, melhor amiga Cristiana Jorge e melhor namorado Nuno Soares, que me apoiaram incondicionalmente ao longo de todo o meu percurso, académico e pessoal e a quem dedico este trabalho. Não há certamente palavras que traduzam o amor e a gratidão que eu sinto por todos vós. Obrigada por tudo, do fundo do coração.

Resumo

O café expresso é uma bebida amplamente apreciada em todo o mundo, resultado das suas propriedades físico-químicas e sensoriais, nomeadamente o seu sabor, aroma, cor e creme característicos bem como pela presença de compostos antioxidantes e estimulantes. O avanço tecnológico e científico tem potenciado o desenvolvimento de novas formas de consumo de café. O consumo de café em cápsulas está em crescimento, consequência das alterações socioeconómicas das últimas décadas.

A produção de café em cápsulas inclui três etapas fundamentais: a torra, a moagem e o encapsulamento. A moagem é uma operação crucial que visa reduzir os grãos torrados a um pó fino com o objetivo de aumentar a superfície de contacto entre a água e o café moído, de forma a facilitar a transferência de substâncias solúveis e emulsionáveis na bebida.

O estudo da moagem por análise da dimensão das partículas de café moído por difração a laser é uma metodologia recente e pouco explorada na indústria alimentar, nomeadamente em café. Neste trabalho foi otimizada a sua aplicação ao produto café permitindo a caracterização e comparação de três blends de café torrado e moído com diferentes moagens, produzidos em diferentes linhas de encapsulamento e com diferentes cápsulas, com o objetivo de verificar a influência da distribuição e dimensão das partículas nos parâmetros físico-químicos e organoléticos da bebida.

Os *blends* estudados constituídos por diferentes proporções de café robusta e arábica, foram comparados quanto à sua granulometria através de dois sistemas, o tradicional por peneiração e a difração a laser e foram analisados vários parâmetros físico-químicos (humidade, pH, extrato aquoso) e sensoriais. Foi ainda determinada a concentração de fenóis e a atividade antioxidante destes produtos.

A técnica de difração a laser revelou-se particularmente eficaz, sobretudo nas moagens mais finas, permitindo separar as partículas de dimensão inferior a 250 μm , que ficam compactadas nos crivos, e obter curvas de distribuição de partículas detalhadas, entre 0 a 1000 μm , com reprodutibilidade, para uma definição mais rigorosa das especificações técnicas dos produtos.

A influência da moagem e conhecimento da consequente distribuição de partículas influencia a extração dos compostos do café, o que foi determinado pelas diferentes características organoléticas e físico-químicas, diferentes concentrações de compostos ativos e capacidade antioxidante das bebidas obtidas. Pretende-se relacionar este conhecimento com o estudo da atividade antioxidante dos vários *blends* e estimar os benefícios para a saúde.

Palavras-chave: Café moído, Moagem, Difração a laser, Dimensão de partículas.

Abstract

Espresso coffee is a beverage widely enjoyed all over the world, as a result of its physic-chemical and sensory properties, namely its flavor, aroma, color, cream as well as the presence of antioxidant and stimulant compounds. Advancement and technological development has boosted the development of new forms of coffee consumption. Coffee consumption in capsules is growing due to socioeconomic changes of the last decades.

The production of coffee in capsules includes three key stages: roasting, milling and encapsulation. Milling is a crucial operation that aims to reduce the roasted beans to a fine powder in order to increase the contact surface between the water and the ground coffee to facilitate the transfer of soluble and emulsifiable substances into the beverage. The particle size analysis of ground coffee by laser diffraction is a recent parameter and still little explored in the food industry, namely in coffee.

In this work, it was optimized its application to the coffee product, allowing the characterization and comparison of three blends of roasted and ground coffee with different grindings, produced in different encapsulation lines with different capsules, to verify the influence of particles size and distribution in the physical-chemical and organoleptic parameters of the beverage.

The studied blends composed by different proportions of robust and arabic coffee were compared in terms of their granulometry through two systems, the traditional one by sieving and the laser diffraction. Several physic-chemical parameters (humidity, pH, aqueous extract) and sensorial parameters were also analyzed, as well as the phenol concentration and the antioxidant activity of these products.

The laser diffraction technique proved to be particularly effective, especially in the finer grinding, allowing not only to separate the particles smaller than 250 μm , which are compacted in the sieves, but also to obtain detailed particle distribution curves between 0 to 1000 μm with reproducibility, for a more precise definition of the products technical specifications.

It was verified that the knowledge about particles distribution of encapsulated coffee allowed to investigate the influence of the grinding on the physical-chemical, organoleptic and antioxidant capacity of the beverages of the different coffee drinks. Most fine grindings gave a longer extraction time, leading to a higher concentration of soluble and emulsifiable compounds. It is intended to relate this knowledge to the antioxidant activity study of different blends and estimate which are the health advantages.

Keywords: Ground coffee, Grinding, Laser diffraction, Particle size.

ÍNDICE

Agradecimentos.....	i
Resumo.....	iii
Abstract.....	v
ÍNDICE.....	vii
ÍNDICE FIGURAS.....	ix
ÍNDICE TABELAS.....	xii
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS.....	1
1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	3
2. ENQUADRAMENTO TEÓRICO.....	5
2.1. História do café.....	5
2.2. Caracterização dos cafés Arábica e Robusta.....	5
2.3. A importância mundial do Café.....	9
2.3.1. Consumo mundial de café.....	9
2.3.2. Consumo mundial de café expresso.....	10
2.4. A empresa Galvão & Noronha, Lda.....	11
2.5. Produção de café torrado moído encapsulado.....	12
2.5.1. Torra.....	13
2.5.2. Moagem.....	14
2.5.3. Encapsulamento.....	16
2.6. Avaliação da dimensão de partículas de café encapsulado.....	17
2.6.1. Peneiração.....	18
2.6.2. Difração a laser.....	18
2.7. Café expresso.....	21
2.7.1. Parâmetros de avaliação físico-químicos e organoléticos.....	21
2.7.2. Atividade antioxidante.....	23
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	24
3.1. Matéria-prima.....	24
3.2. Sistema de encapsulamento.....	24
3.2.1. Linhas de produção.....	25
3.2.2. Moinhos.....	26
3.2.3. Grau de moagem.....	27
3.3. Avaliação da distribuição e dimensão das partículas do café moído.....	28
3.3.1. Torre de crivos.....	28
3.3.2. Analisador de partículas por difração a laser.....	29
3.3.2.1. Otimização do procedimento.....	32
3.3.2.2. Procedimento definido.....	33
3.3.2.3. Tratamento de dados.....	34
3.4. Avaliação de características físico-químicas e sensoriais.....	35
3.4.1. Café moído encapsulado.....	35
3.4.1.1. Concentração de oxigénio.....	35

3.4.1.2.	Perda de massa por secagem	35
3.4.1.3.	Determinação da Cor	36
3.4.1.4.	Extrato aquoso	36
3.4.2.	Café expresso	37
3.4.2.1.	Tempo de extração	37
3.4.2.2.	Determinação de pH	38
3.4.2.3.	Análise sensorial.....	38
3.5.	Determinação de fenóis totais e atividade antioxidante do café	40
3.5.1.	Concentração de fenóis totais	40
3.5.2.	Avaliação da atividade antioxidante.....	40
3.5.2.1.	ABTS	40
3.5.2.2.	FRAP	41
4.	APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DE RESULTADOS	42
4.1.	Avaliação da distribuição e dimensão das partículas de café moído em diferentes sistemas analíticos	42
4.1.1.	Estudo da pré-moagem	42
4.1.2.	Comparação dos sistemas de análise de partículas após moagem	44
4.2.	Aplicabilidade da técnica de difração a laser.....	47
4.3.	Estudo da distribuição e dimensão das partículas de café encapsulado por difração a laser	50
4.3.1.	Caraterização da distribuição de partículas nos produtos finais	50
4.3.2.	Comparação entre linhas de encapsulamento	57
4.3.3.	Influência do grau de moagem na distribuição das partículas.....	59
4.4.	Influência da distribuição das partículas de café moído encapsulado	64
4.4.1.	Parâmetros físico-químicos.....	64
4.4.1.1.	Concentração de oxigénio	64
4.4.1.2.	Humidade.....	66
4.4.1.3.	Cor	67
4.4.1.4.	Tempo de extração	69
4.4.1.5.	pH.....	72
4.4.1.6.	Extrato aquoso	74
4.4.2.	Parâmetros sensoriais da bebida	77
4.4.3.	Concentração fenóis e atividade antioxidante	80
4.4.3.1.	Fenóis totais	80
4.4.3.2.	Atividade antioxidante	83
5.	CONCLUSÕES	85
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	87

ÍNDICE FIGURAS

Figura 1. Cafeeiro e fruto em estado maduro (Fonte: http://revistacafeicultura.com.br).	5
Figura 2. Principais regiões produtoras de café arábica (a), robusta (r) e ambas as espécies (m) (Fonte: http://cafe.esp.br/diferencas-entre-robusta-e-arabica/).	6
Figura 3. Corte transversal e longitudinal de um grão de café (Fonte: http://www.scaa.org/?page=resources&d=a-botanists-guide-to-specialty-coffee).	6
Figura 4. Morfologia dos grãos de café da espécie <i>C. arabica</i> L. (A) e <i>C. canephora</i> Pierre ex A. Froehner (B) (Fonte: www.salabar.it/node/318)	8
Figura 5. Produção de café em cinco países 2013-2017. Fonte: ICO (2017).	9
Figura 6. Logotipo da empresa Galvão & Noronha, Lda (Fonte: Kaffa, 2018).	12
Figura 7. Certificações da empresa Galvão & Noronha, Lda nas áreas da qualidade, segurança alimentar e sustentabilidade (Fonte: http://www.kaffa.pt).	12
Figura 8. Fluxograma do processo produtivo de café torrado moído em cápsulas (adaptado de Fluxograma do processo produtivo SIG Kaffa, 2017).	13
Figura 9. Principais tipos de moinhos: i) Rolos, ii) Cone, iii) Discos (Illy e Viani, 2004).	15
Figura 10. Exemplos de cápsulas constituídas por diferentes materiais: i) papel; ii) plástico; iii) alumínio. (Fonte: http://saboralia.blogspot.pt ; http://www.kaffa.pt/store/Kaffacompatibles/ ; http://paladar.adao.com.br/).	16
Figura 11. Detecção e análise da dimensão de partículas por difração a laser (adaptado Pan et al., 2017).	19
Figura 12. Variação angular do laser incidente em partículas esféricas de maiores e menores dimensões (adaptado Fritsch, 2014)	19
Figura 13. Esquema de funcionamento de um analisador de partículas por difração a laser (adaptado Zhenhua et al, 2000).	20
Figura 14. Apresentação de distribuição e dimensão de partículas de café moído após medição no analisador de partículas por difração a laser A22 (Fonte: autor, 2017).	20
Figura 15. Proporção de café robusta e arábica para os blends M, R e L.	24
Figura 16. Cápsulas de plástico de diferentes dimensões, películas e peso de café torrado moído (Fonte: Kaffa, 2017)	25
Figura 17. Moinho Colombini (à esquerda) e controlador digital (à direita) (Fonte: Kaffa, 2017).	26
Figura 18. Identificação dos constituintes do moinho Colombini 250/400 (Fonte: Colombini, 2016).	26
Figura 19. Exemplo de um conjunto de discos constituintes dos moinhos Colombini 250/400 (Fonte: Kaffa, 2017).	27
Figura 20. Diagrama de regulação do grau de moagem nos moinhos Colombini (Colombini, 2016).	27
Figura 21. Torre de crivos Analysette 3 Spartan Pluverisette, Fritsch (Fonte: Kaffa, 2017).	28
Figura 22. Analisador de partículas por via húmida, Analysette 22 MicroTec Plus Fritsch (Fonte: Kaffa, 2017).	29
Figura 23. Esquema de medição da tecnologia dual-laser do A22 (Fonte: Fritsch, 2015).	29
Figura 24. Forma de cálculo do feixe de obscurecimento da célula de medição do A22 (Fonte: Fritsch, 2014).	30
Figura 25. Janela de medição do A22 (adaptado de Fritsch, 2012).	30
Figura 26. Layout do software MaS Control na área Files, subdivida em quatro zonas de trabalho (Fonte: Fritsch, 2014).	31
Figura 27. Alimentador Vibratory Feeder Laborette 24 Fritsch (i) e divisor de amostras Rotary Cone Laborette 27 Fritsch (ii) (Fonte: http://www.gerhardtuk.com/sample-dividing-feeding.html).	33
Figura 28. Fases de colocação da amostra de café moído ($86,0 \pm 0,5$ mg) na câmara de admissão do A22 (Fonte: Kaffa, 2017).	33
Figura 29. Medidor de gases OXYBABY® 6.0 Witt (Fonte: Witt, 2018)	35
Figura 30. Exsiccador e estufa utilizados na determinação da perda de massa por secagem de café torrado moído (Fonte: Kaffa, 2017).	35
Figura 31. Colorímetro RoAmi ROAST ANALYSER TRA-3000 (à esquerda) e escala de discos SCAA/Agtron (à direita) (Fonte: Kaffa, 2017).	36

Figura 32. Determinação do extrato aquoso em banho de água (à esquerda) e placa de Aquecimento (à direita) (Fonte: Kaffa, 2017).	37
Figura 33. Exemplo de extração em máquina de cápsulas de café expresso (Fonte: Kaffa, 2017).	38
Figura 34. Potenciômetro Metter-Toledo (Fonte: Kaffa, 2017).	38
Figura 35. Cabine de prova para análise sensorial de café expresso (Fonte: Kaffa, 2017).	39
Figura 36. Modelo de registo do perfil sensorial de café expresso (Pintão, 2014).	39
Figura 37. Distribuição das partículas de café torrado pré-moído, em moinho de rolos, com diferentes distâncias entre rolos (0,5; 1; 2 e > 2 mm) (n=2).	42
Figura 38. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L por torre de crivos e por difração a laser (n=30).	44
Figura 39. Distribuição e dimensão média das partículas dos blends M, R e L (n=238).	50
Figura 40. Distribuição e dimensão média das partículas dos blends M, R e L em 3 diferentes sistemas de cápsulas (α , β , γ).	51
Figura 41. Diferenças entre os blends M, R e L na gama de partículas 500-710 μm , produzidos na linha 4. (Tukey HSD ($p < 0,05$)).	53
Figura 42. Diferenças entre os blends M, R e L na gama de partículas 500-710 μm , produzidos na linha 6. (Tukey HSD ($p < 0,05$)).	54
Figura 43. Diferenças entre os blends M, R e L na gama de partículas 500-710 μm , produzidos na linha 9. (Tukey HSD ($p < 0,05$)).	55
Figura 44. Representação gráfica dos resultados do teste Tukey HSD ($p < 0,05$) na gama partículas 125-250, 500-710, 710-1000 μm , >1000 μm , nos blends M, R e L produzidos na linha 9, grau de moagem 22.	56
Figura 45. Distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L, produzidos nas linhas 4 e 9.	57
Figura 46. Influência do grau de moagem na distribuição das partículas (μm) do blend M produzido na linha 4, 6 e 9. (n= 96).	59
Figura 47. Influência do grau de moagem na distribuição das partículas (μm) do blend R produzido nas linhas 4, 6 e 9. (n=67).	60
Figura 48. Influência do grau de moagem na distribuição das partículas (μm) do blend L produzido nas linhas 4, 6 e 9. (n=75).	61
Figura 49. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L e a concentração de oxigénio (%) nas cápsulas α , β e γ . (n=165).	65
Figura 50. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L com a percentagem de humidade. (n=165).	66
Figura 51. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L com a cor. (n=165).	68
Figura 52. Comparação do tempo de extração com a distribuição e dimensão das partículas (μm) dos blends M, R e L em diferentes cápsulas (n=165).	69
Figura 53. Comparação do tempo de extração (s) com a distribuição e dimensão das partículas (μm) dos blends M, R e L com diferentes graus de moagem na linha 4. (n=75).	70
Figura 54. Comparação do tempo de extração (s) com a distribuição e dimensão das partículas (μm) dos blends M, R e L com diferentes graus de moagem na linha 9. (n=60).	71
Figura 55. Comparação da distribuição e dimensão das partículas (μm) dos blends M, R e L com os valores de pH. (n=165).	72
Figura 56. Influência do grau de moagem nos valores de pH dos blends M, R e L (n=115).	73
Figura 57. Influência do grau de moagem na percentagem de extrato aquoso nos blends M, R e L (n=21).	74
Figura 58. Comparação da distribuição de partículas do blend M com o extrato aquoso (%) (n=9).	75
Figura 59. Comparação da distribuição de partículas do blend R com o extrato aquoso (%) (n=6).	75
Figura 60. Comparação da distribuição de partículas do blend L com o extrato aquoso (%) (n=6).	76
Figura 61. Influência do grau de moagem nos parâmetros sensoriais do blend M (n=3-5).	77
Figura 62. Influência da distribuição das partículas e nos parâmetros sensoriais do blend M (n=3-5).	78
Figura 63. Influência do grau de moagem nos parâmetros sensoriais do blend R (n=3-5).	78
Figura 64. Influência do grau de moagem nos parâmetros sensoriais do blend L (n=3-5).	79

Figura 65. Influência do grau de moagem, no blend M, na concentração de fenóis totais (g/l de ácido gálico) (n=3).	80
Figura 66. Influência do grau de moagem na concentração de fenóis totais (g/l de ácido gálico) em diferentes blends (n=3).....	81
Figura 67. Concentração de flavonoides (mg/l de ácido gálico) no blend M e R com grau de moagem 23 (n=3).....	82
Figura 68. Atividade antioxidante dos blends M, R e L pelo método ABTS em diferentes diluições (n=3).....	83
Figura 69. Influência do grau de moagem na atividade antioxidante pelo método FRAP na bebida de café (blends M, R e L) (n=3).	84

ÍNDICE TABELAS

Tabela 1. Condições edafoclimáticas favoráveis ao desenvolvimento dos grãos de café das espécies de café <i>C. arabica</i> e <i>C. canephora</i> *.....	7
Tabela 2. Características das espécies de café verde*.....	7
Tabela 3. Composição química de café verde (% matéria seca) *	8
Tabela 4. Importações e exportações em Portugal de café verde, torrado e extratos de café em 1990, 2000 e 2014. Fonte: FAO (2016).....	10
Tabela 5. Identificação do sistema de encapsulamento, número de linha, diâmetro dos discos do moinho (mm) e peso de café moído (g).....	25
Tabela 6. Curva de calibração: absorvância a 765 nm em função da concentração de ácido gálico (g/L).....	40
Tabela 7. Curvas de calibração: absorvância da percentagem de inibição a 734 nm e 593 nm em função da concentração de trolox.....	41
Tabela 8. Avaliação da distribuição das partículas de café pré-moído com diferentes distâncias entre rolos (0,5; 1; 2 e > 2 mm).....	42
Tabela 9. Evolução do estudo de reprodutibilidade do analisador de partículas por difração a laser (A22) e consequente variabilidade de resultados (CV %).	47
Tabela 10. Análise de variância e dimensão das partículas (μm) dos blends M, R e L por difração a laser (n=238).	52
Tabela 11. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 500-710 μm dos blends M, R e L, produzidos na linha 4. Teste Tukey HSD ($p < 0,05$).	53
Tabela 12. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 500-710 μm dos blends M, R e L, produzidos na linha 6. Teste Tukey HSD ($p < 0,05$).	54
Tabela 13. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 500-710 μm , dos blends M, R e L, produzidos na linha 9. Teste Tukey HSD ($p < 0,05$).	54
Tabela 14. Análise de variância e dimensão das partículas (μm) dos blends M, R e L linha 9, grau de moagem 22 e 23 (n=46).	55
Tabela 15. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 125-250 μm nos blends M, R e L, linha 9, grau de moagem 22. Teste Tukey HSD ($p < 0,05$).	56
Tabela 16. Influência da linha de encapsulamento na dimensão das partículas dos blends M, R e L (n=65).	58
Tabela 17. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (μm) do blend M, linha 4. (n=48)	62
Tabela 18. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (μm) do blend M, linha 9. (n=34)	62
Tabela 19. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (μm) do blend R, linha 4 (n=29).	63
Tabela 20. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (μm) do blend L, linha 9. (n=28)	63
Tabela 21. Influência do sistema de encapsulamento nos parâmetros físico-químicos dos blends M, R e L (n=825).....	64
Tabela 22. Classificação de cor SCAA/Agtron.	67
Tabela 23. Valores médios de extrato aquoso dos três blends (M, R e L) com diferentes graus de moagem.	74
Tabela 24. Capacidade antioxidante avaliada pelos métodos ABTS e FRAP nos blends M, R e L com diferentes graus de moagem.	83

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABTS – Ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolina-6- ácido sulfónico)

AICC – Associação Industrial Comercial Café

A22 – Analysette 22 Microtec Plus, Fritsch

A3 – Analysette 3 Spartan Pluversette, Fritsch

CV – Coeficiente de variação

DL – Decreto-lei

σ – Desvio padrão

FAO – Food and Agriculture Organization of United Nations

FRAP – Poder antioxidante redutor do ferro

GAE - Equivalentes ácido gálico

ICO – International Coffee Organization

ISO – International Standardization Organization

L – *Blend* de café (100% arábica)

M – Blend de café (90% robusta, 10% arábica)

R – Blend de café (60% robusta, 40% arábica)

SCAA – Specialty Coffee Association of America

1. INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

Atualmente a população encontra-se cada vez mais consciencializada a respeito da promoção da saúde e da importância de uma dieta saudável para o seu bem-estar. As bebidas são um elemento muito importante da nossa alimentação (Butt e Sultan, 2011).

O café ocupa o segundo lugar das bebidas mais consumidas a nível mundial, com um consumo de aproximadamente de 500 mil milhões de copos de café por ano (Clarke e Vitzthum, 2001) e em média o seu comércio excede os 10 mil milhões de dólares em todo o mundo (Butt e Sultan, 2011).

O café é uma matéria-prima integrante da cultura portuguesa desde há centenas de anos e o seu consumo tradicional tem sido feito essencialmente por café expresso em vários estabelecimentos como restaurantes, cafés e hotéis (conjuntamente designados como segmento Horeca).

Atualmente as empresas deparam-se com um consumidor mais exigente e necessitam de desenvolver constantemente produtos com qualidade (Carrêlo, 2014). Define-se qualidade como a totalidade de propriedades e características de um produto ou serviço que lhe confere aptidão para satisfazer às necessidades implícitas dos clientes (ISO 9000:2000).

Com as constantes mudanças socioeconómicas e tecnológicas também o mercado de café em Portugal sofreu alterações nos últimos anos. Em 2011, 46,9 % do consumo de café em Portugal foi feito no lar, em contraste com 35,6 % em 1997 (Martins, 2013). A quota de mercado em cápsulas aumentou rapidamente, passando de 0,2 % em 2004 para 11,7 % em 2011 (ICO, 2012). Os consumidores, limitados financeiramente pela crise económica, e aproveitando o crescimento da oferta das máquinas de café em cápsulas, bebem mais café em casa (Carrêlo, 2014; Dotti, 2015).

Define-se como cápsula de café a porção de café torrado moído, encapsulado num recipiente (metal, plástico ou papel), usadas em máquinas de baixa pressão para produzir monodoses (ICO, 2012).

A obtenção de um café expresso é resultado da extração de um complexo conjunto de moléculas orgânicas resultantes dos grãos de cafés torrados e moídos ($6,5 \pm 1,5$ g) por meio de água quente (90 ± 5 °C) e sob pressão (9 ± 2 bar) aplicada durante um curto período de percolação (30 ± 5 s) obtendo uma bebida de 40 ml (Petracco, 2001).

O café tem sido alvo de vários estudos e investigações, tanto na área da saúde como na área do consumo.

A indústria alimentar é um dos maiores sectores económicos do mundo, com um volume de negócios anual de aproximadamente 4 triliões de dólares (Paolino e Cosco, 2014), tornando-se essencial o contínuo investimento na inovação e desenvolvimento de metodologias analíticas melhorando a qualidade e otimizando os lucros.

Uma das áreas de pesquisa atual diz respeito ao estudo da dimensão das partículas que é de extrema importância em muitas áreas da tecnologia, visto que, a maioria dos materiais sólidos utilizados no fabrico de produtos estão em algum momento em pó ou granulado (Washington,

2005). A caracterização da dimensão das partículas é uma componente essencial para o desenvolvimento de produtos, seu fabrico e controlo de qualidade dos materiais (Xu, 2002).

A distribuição de dimensão das partículas de café influencia várias características que estão ligadas diretamente à qualidade e constância da bebida expresso.

A utilização do método de análise de partículas por difração a laser para caracterizar a dimensão das partículas do café torrado moído é uma técnica inovadora e recente (Uman *et al.*, 2016) tendo sido ainda pouco explorada e desenvolvida e que vem substituir a técnica tradicional de peneiração ou crivagem. Por este motivo, foi proposto no decorrer do estágio curricular desenvolvido na empresa Galvão & Noronha, Lda e apresentada nesta tese, e efetuar o estudo da granulometria de café encapsulado recorrendo ao analisador de partículas a laser Analysette 22 Microtec Plus Fritsch e da sua influência em várias características da bebida.

Este trabalho teve como finalidade estudar a distribuição e dimensão das partículas de três diferentes “blends” (futuramente designados blends referindo as diferentes proporções de várias origens) de café torrado moído, encapsulado em várias linhas de produção e diferentes sistemas de encapsulamento, e verificar a influência da distribuição e dimensão das partículas nos parâmetros físico químicos, organoléticos e sensoriais da bebida. Para conseguir alcançar o objetivo principal foram definidos os seguintes objetivos específicos:

- Comparar a distribuição da dimensão das partículas de café torrado moído encapsulado na torre de crivos e no analisador de partículas por difração a laser;
- Estudar a aplicabilidade e reprodutibilidade do analisador de partículas por difração a laser ao produto café moído;
- Otimizar o procedimento do analisador de partículas por difração a laser;
- Distinguir os padrões de distribuição das partículas (granulometria) de produtos iguais e diferentes em diversos sistemas de encapsulamento e cápsulas;
- Comparar a distribuição das partículas em produtos iguais e/ou diferentes, produzidos em diferentes linhas e com diferentes graus de moagem;
- Avaliar e correlacionar com a distribuição das partículas as características físico-químicas e sensoriais dos produtos finais;
- Analisar a atividade antioxidante das bebidas expresso obtidas com o café torrado moído com diferentes granulometrias.

2. ENQUADRAMENTO TEÓRICO

2.1. História do café

A descoberta da planta do café, o cafeeiro, e posteriormente a sua evolução como bebida nunca foi comprovada cientificamente e assenta fundamentalmente em lendas (Correia, 1995). Segundo alguns autores, a origem do café terá ocorrido no século IX nas regiões montanhosas do sul da Abissínia, localizada no continente Africano. (Hattox, 1985; Dicum *et al.*, 1999; Ferrão, 2009).

Vários historiadores defendem que os árabes adquiriram as sementes de café provenientes da Etiópia e iniciaram o seu cultivo no século XI (Hattox, 1985). O café era consumido como alimento ou bebida, ainda que de forma bastante diferente da que é consumida atualmente.

No início do século XVIII, um cafeeiro, proveniente de Java e plantado no Jardim Botânico de Amsterdão originou mudas que, que posteriormente, foram oferecidas aos principais jardins botânicos da Europa. Esse cafeeiro terá propiciado o início da dispersão mundial da cultura do café arábica pelos holandeses, franceses, portugueses e ingleses (Bicho *et al.*, 2011).

O incremento da cultura da segunda espécie mais cultivada na atualidade, o café robusta, apenas teve início no final do século XIX (Bicho *et al.*, 2011).

Em Portugal, o primeiro estabelecimento de venda de café, o Nicola surgiu em 1712, em Lisboa no Rossio. Estes estabelecimentos que se passaram a denominar cafés, presentes por toda a Europa, constituíram importantes locais de discussão política e de encontro de estudiosos, pintores, artistas e estudantes (Bicho *et al.*, 2011).

2.2. Caracterização dos cafés Arábica e Robusta

A palavra café deriva do nome em latim do género *Coffea L.*, um membro da família *Rubiaceae*. Estima-se que existam pelo menos 103 espécies descritas neste género, contudo apenas duas espécies assumem maior importância e reconhecimento comercial em todo o mundo, a *Coffea arabica L.*, vulgarmente designado café arábica, e a *Coffea canephora Pierre ex. A. Froehner* conhecida como café robusta (Bicho *et al.*, 2011; Esquível e Jiménez, 2012).



Figura 1. Cafeeiro e fruto em estado maduro (Fonte: <http://revistacafeicultura.com.br>).

O café é cultivado nas regiões tropicais (figura 2), onde os países da América Central e do Sul produzem maioritariamente café arábica, enquanto que os países africanos e do sudoeste asiático são os maiores produtores de robusta.

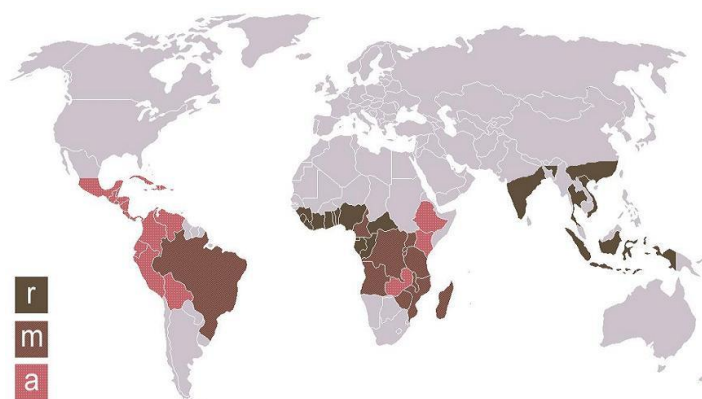


Figura 2. Principais regiões produtoras de café arábica (a), robusta (r) e ambas as espécies (m) (Fonte: <http://cafe.esp.br/diferencas-entre-robusta-e-arabica/>).

As sementes do cafeeiro são vulgarmente chamadas de grãos de café e integram um fruto denominado de drupe ou cereja do café e é constituído por três camadas: exocarpo, mesocarpo e endocarpo (figura 3).

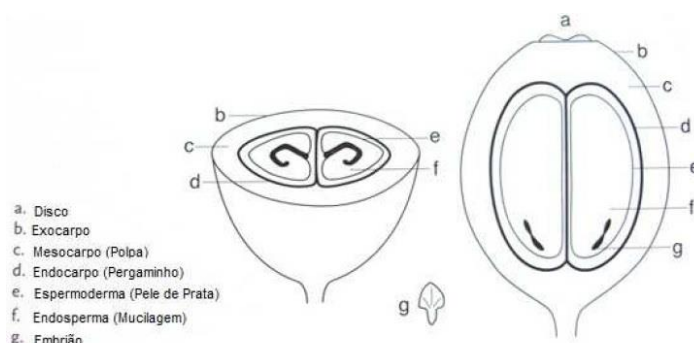


Figura 3. Corte transversal e longitudinal de um grão de café (Fonte: <http://www.scaa.org/?page=resources&d=a-botanists-guide-to-specialty-coffee>).

O exocarpo, que corresponde a casca propriamente dita, inicialmente é de cor verde que se torna amarela e depois vermelha quando amadurece. O mesocarpo é constituído superiormente por uma polpa amarelada, fibrosa e doce e inferiormente por uma camada translúcida, incolor, fina e muito hidratada de mucilagem (Esquivel & Jiménez, 2012). O endocarpo é fino e amarelado e envolve duas sementes constituídas por endosperma, embrião e tegumento ou pele de prata (Esquivel & Jiménez, 2012). O tegumento é a camada mais externa da semente na forma de uma película prateada, que envolve o endosperma e o embrião (Bicho *et al.*, 2011) e normalmente é libertada após o processo de torra (Berbet *et al.*, 2001; Belitz *et al.*, 2009).

No interior do endocarpo existem geralmente duas sementes, os grãos de café propriamente ditos, que podem variar em tamanho, tonalidade, forma e densidade de acordo com as condições de crescimento e o genótipo (Bicho *et al.*, 2011).

A espécie *C. arabica* é originária das zonas montanhosas da Abissínia, a atual Etiópia, e é resultado do cruzamento entre duas espécies selvagens de café, seguido de uma duplicação cromossômica espontânea. Esta espécie possui características únicas dentro do gênero *Coffea*, porque se apresenta alotetraplóide e autogâmica enquanto todas as outras são diploides e heterogâmicas (Casal, 2004).

A espécie *C. canephora*, conhecido como café robusta, é originária da África tropical, onde surgiu espontaneamente nas florestas. Hoje é mundialmente conhecido devido à sua ampla distribuição nos continentes Africano e Asiático e à sua capacidade adaptativa a elevadas temperaturas, fortes precipitações e a resistência a algumas pragas/doenças (Bicho *et al.*, 2011).

Os cafés arábica e robusta possuem características distintas, nomeadamente de natureza botânica, agronômica e morfológica (tabela 1 e 2).

Tabela 1. Condições edafoclimáticas favoráveis ao desenvolvimento dos grãos de café das espécies de café *C. arabica* e *C. canephora**.

Condições edafoclimáticas	Arábica	Robusta
Clima	temperado	húmido e quente
Altitude (m)	1000-2000	0-1200
Temperatura (°C)	17-22,5	24-26
Humidade Relativa (%)	70-90	80-90
Pluviosidade (mm/ano)	1200-2000	1250-1500

*Adaptado Bicho *et al.*,2011

Tabela 2. Características das espécies de café verde*.

Parâmetro	Arábica	Robusta
Cromossomas	44	22
Folha	pequena, oval	grande, larga
Flor (de branca a rosa)	pequena	grande
Forma do fruto	elipsoidal oblongo, 15 mm	elipsoidal, 12 mm
Maturação (meses)	7-9	9-11
Dimensão da semente (mm)	5-13	4-8
Forma da semente	oval convexa	arredondada

*Adaptado Illy,1995

Existem diferenças visuais entre os grãos de café arábica e robusta (figura 4). O cafeeiro *Coffea arabica* L. é caracterizado por possuir sementes mais compridas, de forma achatada, com nervura linear e tonalidade azul-esverdeado, enquanto as sementes de *Coffea canephora* Pierre ex A.Froehner têm forma oval, com nervura central encurvada e uma tonalidade amarelada. A espécie *C. canephora* é muito produtiva, contudo as suas sementes são normalmente mais pequenas do que o *C. arabica* e possuem uma pele de prata acastanhada muito aderente, desfavorecendo a apresentação do grão (Bicho *et al.*, 2011).

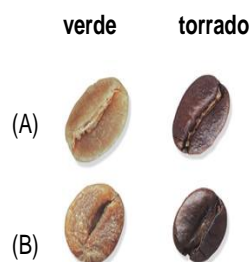


Figura 4. Morfologia dos grãos de café da espécie *C. arabica* L. (A) e *C. canephora* Pierre ex A. Froehner (B) (Fonte: www.salabar.it/node/318)

A constituição química e a composição nutricional do café variam de acordo com a espécie, o local de cultivo, o método de colheita, o processo de transformação, o grau de torrefação e moagem, o método de preparação, a quantidade de café, o tipo de água utilizada e o volume da bebida. Todos estes fatores têm um grande impacto na sua composição e qualidade (EUFIC, 2010). A qualidade dos grãos de café está ligada à percentagem de humidade, número de defeitos e granulometria (Leroy *et al.*, 2006).

Para além das diferenças visuais que caracterizam cada espécie, o café arábica distingue-se por ser mais ácido, menos amargo e por ter um menor teor de cafeína comparativamente com o obtido com a espécie robusta (tabela 3).

Tabela 3. Composição química de café verde (% matéria seca) *

Constituinte	Arábica	Robusta
Cafeína	1,2	2,2
Glícidos	53,1	54,4
Proteína	11,0	11,0
Lípidos totais	16,0	10,0
Ácidos clorogénicos totais	6,5	10,0
Minerais	4,2	4,4
Lenhina	3,0	3,0
Pectinas	2,0	2,0
Compostos orgânicos voláteis	< 0,1	< 0,1

*Adaptado de Clarke (2003).

O café arábica dá origem a cerca de 65-70% da produção mundial dos cafés comerciais (Cardoso, 1994; Ferrão, 2009).

O desenvolvimento de um *blend* é um processo de mistura das espécies de café, em diferentes proporções. Nessa mistura podem ser adicionadas diferentes origens das duas espécies e/ou da mesma espécie, diferentes colheitas, tendo como objetivo padronizar a qualidade do café (Carvalho, 1997).

2.3. A importância mundial do Café

O cultivo do café, seu processamento, torrefação, comércio, transporte e marketing, emprega milhões de pessoas em todo o mundo. A sua importância é essencial para as economias e políticas de muitos países em desenvolvimento, representando cerca de 80% do volume total das suas exportações.

De acordo com a Organização Internacional do Café (ICO), em 2017 a produção mundial de café excedeu 158 930 milhões de sacas de 60 kg. Existem mais de 70 países produtores de café no mundo, mas os cinco principais são o Brasil, o Vietname, a Colômbia, a Indonésia e a Etiópia (ICO, 2017).

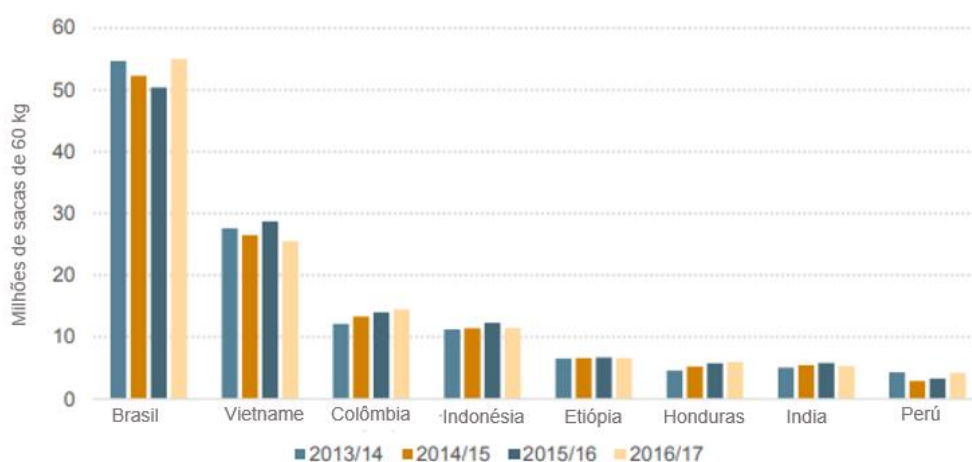


Figura 5. Produção de café em cinco países 2013-2017. Fonte: ICO (2017)

Dados estatísticos recentes (2017) indicam que a nível mundial as importações de café rondaram os 21 698 milhões de sacas. A União Europeia (UE) é o maior importador mundial de café, tendo importado em 2017 cerca de 14 464 milhões de sacas, um aumento de 3,4 % face ao ano anterior. No mesmo ano, o segundo maior importador foi os Estados Unidos da América (USA) com 4 392 milhões de sacas e seguido pelo Japão com 1 159 milhões de sacas de café verde (ICO, 2017).

2.3.1. Consumo mundial de café

O café é o produto tropical com maior relevância comercial em todo o mundo, representando quase metade do total de exportações dos produtos vindos dos trópicos (FAO, 2009).

A importância económica do café decorre, principalmente da bebida de café, a infusão preparada a partir dos grãos torrados e moídos (Esquível e Jiménez, 2012).

Nos últimos 50 anos, tanto a produção como o consumo de café aumentaram consideravelmente. Com o aumento do poder de compra da classe média, o consumo de café é cada vez maior em vários países. Esta tendência tem proporcionado uma variedade de produtos de café, com mais qualidade a preços mais reduzidos.

O café tornou-se um contribuinte importante para a economia gerando rendimento para muitos pequenos produtores, gerando novas oportunidades de negócio. Na última década a produção anual de café alcançou cerca de 9 milhões de toneladas, um milhão a mais do que na década anterior (FAO, 2015).

O café robusta africano é tradicionalmente incorporado em blends de café, constituindo o componente dominante dos cafés comercializados na Bélgica, Luxemburgo, França, Reino Unido e Portugal, enquanto a maioria dos disponíveis na Escandinávia, Áustria, Suíça, Alemanha, Itália e Espanha têm incorporado uma maior proporção de café arábica (FAO, 2009). Entre 1971 e 2011, Portugal consumiu aproximadamente 700 mil sacas por ano. O café torrado correspondeu a 85,3 % e o café solúvel 14,7 % no total de consumo nacional (ICO, 2012).

Segundo o Instituto Nacional de Estatística (INE), em 2016, o consumo diário de café e seus derivados foi de 11,8 g por habitante por dia. Dados estatísticos recentes indicam que, em 2015 Portugal, consumiu um total de 824 000 sacas, dos quais 814 535 sacas foram de café verde, 160 972 de café torrado e de 82 237 de café solúvel (ICO, 2016).

Tabela 4. Importações e exportações em Portugal de café verde, torrado e extratos de café em 1990, 2000 e 2014. Fonte: FAO (2016).

	Importações			Exportações		
	1990	2000	2014	1990	2000	2014
Verde (1 000 US \$)	48 482	81 856	160 131	169	465	4 264
Torrado (1 000 US \$)	5 990	14 086	114 288	7 167	22 223	65 551
Extratos (1 000 US \$)	2 125	11 523	33 641	1 758	6 098	13 260

2.3.2. Consumo mundial de café expresso

O café expresso é uma bebida largamente popular pelas suas características físico-químicas e organolépticas. Em 2011 mais de 50 milhões de cafés expresso eram consumidos diariamente em todo o mundo (Illy e Navarini, 2011). Para além das variedades utilizadas, processamento, transformação e da proporção das espécies arábica e robusta nos lotes de café, a forma de obtenção da bebida origina diferenças significativas no sabor, aroma e composição. Nos vários países europeus do norte da Europa tal como nos Estados Unidos utiliza-se mais café arábica extraído por percolação ou por filtração (Illy, 2014). Já nos países do sul da Europa o café é produzido e consumido na forma expresso mais ou menos concentrado misturando proporções de arábica e robusta ou só robusta (Bank *et al.*, 2000).

A Alemanha, Itália e França são mercados de café em franco crescimento. Em 2016, na Europa foram transacionadas 2,2 milhões de toneladas de cafés, 31,2 milhões de unidades de máquinas de café vendidas e 7 mil milhões de euros gastos em lojas especializadas em café.

Em Portugal, o consumo médio anual estima-se entre 4,7 a 5 quilos por pessoa (Euromonitor, 2017). Portugal é um dos países do mundo onde o consumo de café expresso é mais acentuado (Dotti, 2015). O café expresso português é a bebida obtida numa máquina expresso, a partir de

um *blend* de café torrado maioritariamente robusta, com um volume médio entre 35 ± 5 ml e com creme cor de avelã, denso e persistente. Caracteriza-se por uma enorme complexidade aromática e bebida aveludada e equilibrada, com corpo acentuado (AICC, 2016).

Os estabelecimentos comerciais são os locais mais importantes no consumo da bebida, com maiores participações não só em Portugal como em vários países europeus, nomeadamente a Alemanha, Bélgica, Dinamarca, França, Polónia e Suíça (ICO, 2012). Todavia, o exigente e tradicional mercado do café tem sofrido alterações, potenciadas pela crise económica e aproveitando o crescimento das máquinas de café para cápsulas, os consumidores bebem mais café em casa (Dotti, 2015).

O estudo realizado pela Euromonitor, em 2016, denominado “Tendências Internacionais do Consumo de Café” refere que 84 % das vendas de máquinas de café foram máquinas de cápsulas, com uma penetração no mercado português de 59 %. O mesmo estudo prevê o contínuo aumento da venda de cápsulas como resultado de estilo de vida mais ocupados, especialmente entre os consumidores mais jovens (Euromonitor, 2016).

O consumo de cápsulas tem uma previsão de crescimento anual de 3 % a preços constantes de 2016. Por conseguinte, as cápsulas poderão representar 75% do total das vendas constantes de café a retalho em 2021. Ainda assim, espera-se que as vendas de café sejam moldadas pela evolução dos padrões de consumo, com uma tendência para cafés de especialidade, mais sustentáveis e mais inovadoras (AICC, 2016).

2.4. A empresa Galvão & Noronha, Lda

A empresa Galvão e Noronha Lda situada no concelho de Sintra, possui a marca Kaffa e dedica-se exclusivamente ao fabrico de cápsulas de café, através de um processo totalmente automatizado de elevada eficiência e produz não só para a própria marca, como também para outras marcas. Foi nesta empresa que se realizou o estágio e o trabalho experimental conducente à realização deste trabalho.

Os cafés utilizados para a produção de café em cápsulas são provenientes de vários países produtores selecionados da América Central, América do Sul, Ásia e África, denominados correntemente por origens. São criadas combinações ou blends com diferentes proporções de robustas e arábicas de várias destas origens para satisfazer cada tipologia de clientes e consumidores de café.

Em 2017, no decurso do estágio a empresa encontrava-se em franco crescimento, dispondo de 11 linhas de produção para 8 tipos diferentes de cápsulas compatíveis e para a sua própria máquina de café. A empresa tem investido na inovação e modernização, apresentando certificações na área da qualidade, segurança alimentar e sustentabilidade, nomeadamente ISO 9001, IFS, BRC, sendo pioneira na produção de produtos biológicos e certificação UTZ (Kaffa, 2017).



Figura 6. Logotipo da empresa Galvão & Noronha, Lda (Fonte: Kaffa, 2018).



Figura 7. Certificações da empresa Galvão & Noronha, Lda nas áreas da qualidade, segurança alimentar e sustentabilidade (Fonte: <http://www.kaffa.pt>).

2.5. Produção de café torrado moído encapsulado

A produção de café em cápsulas passa essencialmente por três etapas fundamentais: a torra, a moagem e o encapsulamento.

O *blend* deverá ir ao encontro das preferências dos consumidores, com características complementares, considerando por exemplo a acidez, a doçura, muito encorpado ou pouco encorpado.

A torra, a moagem, o armazenamento, a temperatura de conservação e o material do qual o silo é feito, podem ser citados como processos e/ou condições realizadas durante a industrialização do café, com potencial de afetar as propriedades físicas do café (Oliveira, 2013).

A figura 8 é uma adaptação do fluxograma de fabrico de café em cápsulas da empresa Galvão & Noronha, Lda (Kaffa).

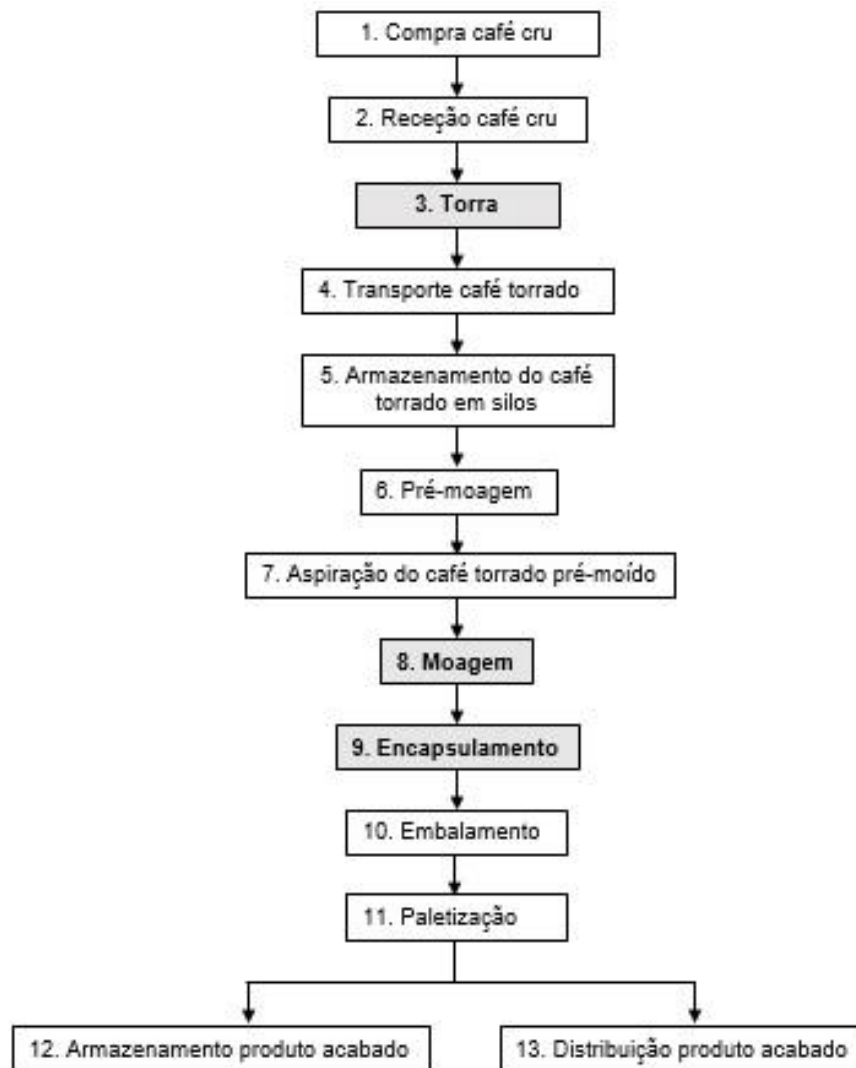


Figura 8. Fluxograma do processo produtivo de café torrado moído em cápsulas (adaptado de Fluxograma do processo produtivo SIG Kaffa, 2017).

2.5.1.Torra

A torra é uma etapa crucial na formação de compostos que atribuem ao café o seu aroma e sabor característicos (Abrahão *et al.*, 2008). Durante a torra o grão de café sofrerá modificações a nível da composição química, física e estrutural que irão interferir diretamente na massa específica, humidade, peso, cor e sabor do café, contribuindo para a definição das propriedades sensoriais da bebida (Fabbri *et al.*, 2011).

A torra consiste no aquecimento dos grãos de forma controlada num tambor, a uma temperatura que pode variar entre os 160 – 250 ° C (Sacchetti *et al.*, 2009). Numa primeira fase o ar quente fornecido aquece os grãos de café e inicia a evaporação da água contida nos mesmos, seguindo-se uma desnaturação das proteínas quando a temperatura ultrapassa os 50 °C no grão. Seguidamente quando os grãos atingem 100° C, perdem massa, começam a escurecer e a aumentar de volume. Por fim, acentuam-se as transformações físicas e químicas, ocorrendo a rotura do endosperma e resultando na formação de melanoidinas e compostos aromáticos,

acompanhados pela libertação de fumos (Araújo, 2001). A presença e a intensidade de compostos voláteis no produto final dependem do binómio tempo-temperatura (Belitz *et al.*, 2009).

Os cafés robusta e arábica apresentam diferentes composições químicas, tanto nos grãos verdes como nos torrados. Geralmente o café torrado possui 38-42 % de hidratos de carbono, 11-17 % lípidos, 10 % de proteínas e 4,5 – 4,7 % de minerais. A cafeína está presente entre os 1,3-2,4 % e as melanoidinas, formadas durante o processo da torra, representam 23 % da matéria seca e o teor de água do café torrado varia entre 1,5 a 5 %, muito inferior aos 8,5 –12 % do café verde (Belitz *et al.*, 2009).

A torra pode ser classificada de ligeira, média ou escura. Para além de outros fatores como a percentagem de humidade e a dimensão do grão, o grau de torra é condicionado pelo mercado e/ou cliente, espécie, variedade e origem do café.

O acastanhamento do grão é a alteração física mais evidente no processo de torra e o grão passa de esverdeado ou amarelado, no caso do café arábica para castanho-escuro ou mesmo negro, devido à caramelização dos açúcares e outras modificações que ocorrem durante as reações de Maillard, particularmente perceptíveis acima dos 120 ° C (Marques, 2011).

Geralmente o grau de torra é monitorizado através da cor do café torrado e moído, variando do claro ao escuro (Strezov e Evans, 2005) e é considerado um índice usado no controlo da qualidade do produto final e serve de referência para o ponto ótimo de torra, pois traduz a intensidade das modificações que ocorrem no grão (Correia, 1990; Ferrão, 2009).

2.5.2.Moagem

A moagem é uma operação unitária que visa reduzir o tamanho das partículas, isto é, representa o processo em que os grãos torrados são triturados até se transformarem num pó fino designando-se o produto resultante “café torrado moído”, desde que mantenha as características e que a perda de massa por secagem não ultrapasse os 6 % (Decreto-lei nº 78/2013). Esta operação é imprescindível na obtenção de café expresso, uma vez que não é possível realizar a extração sem moer previamente os grãos de café torrados.

A moagem tem como principal objetivo aumentar a superfície de contacto entre a água e o café moído, de forma a facilitar a transferência de substâncias solúveis e emulsionáveis na bebida, ao mesmo tempo que ocorre a rutura dos tecidos das células, com o consequente desprendimento do dióxido de carbono e das substâncias voláteis. Ainda que a libertação de dióxido de carbono ocorra na ausência de moagem, estudos indicam que 70 % do dióxido de carbono é libertado após a moagem do café em partículas de 500 micrómetros (μm) (Illy e Navari, 2011). O processo de desgaseificação tem sido investigado, por representar um problema tecnológico na fase de embalagem do café e no período de prateleira dos produtos (Shimoni *et al.*, 2000; Labuza *et al.*, 2001).

A moagem pode ser classificada em “grossa”, “média” e “fina” consoante as dimensões das partículas finais, e o grau de moagem depende do moinho que será usado para se obter a bebida

(Ferrão, 2009). A moagem é influenciada por vários fatores, nomeadamente a granulometria do café cru, humidade, grau de torra e as diferentes espécies de café (Andueza *et al.*, 2003).

Apesar da moagem ser uma etapa crítica tem vindo a ser otimizada empiricamente desde a sua aplicação para a produção de café (Andueza *et al.*, 2003). A definição de uma correta moagem resultará numa distribuição de partículas adequada no momento da extração da bebida (Illy e Navari, 2011) permitindo que todas as partículas estejam em contacto com a água obtendo um café expresso de qualidade.

As moagens mais finas dão origem a bebidas mais fortes, pois libertam sólidos solúveis mais eficazmente, mas envelhecem mais rapidamente devido a oxidações de compostos responsáveis pelo aroma do café.

A moagem dos grãos de café torrados pode ser executada recorrendo a moinhos com diferentes características, nomeadamente a forma de quebra dos grãos de café em menores porções ató formar um produto particulado. Os tipos de moinhos mais utilizados são o moinho de rolos, cone e de discos (figura 9).

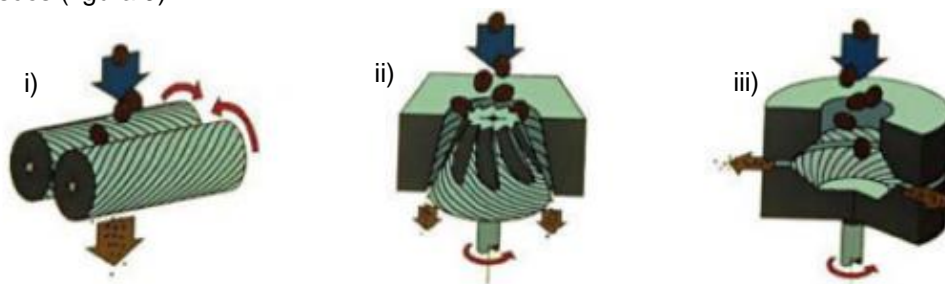


Figura 9. Principais tipos de moinhos: i) Rolos, ii) Cone, iii) Discos (Illy e Viani, 2004).

Os moinhos de rolos são constituídos por um par de cilindros canelados com eixos paralelos e em rotação contrária. O moinho de cone funciona por base uma roda que gira sobre o mesmo eixo junto a uma cavidade estática de formato cónico e através das fissuras fragmenta os grãos de café reduzindo-os a pó de café. O moinho de discos é constituído por um par de discos planos moendo os grãos em sentido oposto que moem os grãos de café através das lâminas de corte que os constituem. O café moído sai por força de centrifugação e não por gravidade, contrariamente ao que sucede com os outros moinhos (Illy e Viani, 2004).

Um grau de moagem excessivamente fino poderá dificultar a extração da bebida, devido à aglomeração das partículas de café. Por outro lado, o grau de moagem mais grosso irá gerar partículas maiores, dificultando igualmente a extração, pois o volume específico das partículas tornar-se-á insuficiente para reter a água e, conseqüentemente, permitir a solubilização e a emulsificação dos respetivos constituintes (Andueza *et al.*, 2003).

Durante o processo de moagem, pode ocorrer a perda de compostos voláteis imprescindíveis na composição do aroma da bebida, caso seja gerada uma grande quantidade de calor (Trugo *et al.*, 2000).

Em 2017, a empresa Galvão & Noronha possuía moinhos de discos em todas as suas linhas de encapsulamento de café moído, com regulação das distâncias aplicadas entre discos definidas

como grau de moagem (designação seguida no decurso desta dissertação) devido aos diferentes requisitos estipulados pela empresa ou pelos clientes no fabrico dos produtos.

O estado de utilização dos discos e ainda as variações de humidade, grau de torra dos diversificados *blends*, originam variações na distribuição das partículas do produto final, obrigando a ajustes constantes do grau de moagem.

A extração do café expresso é um método rápido que permite averiguar de forma expedita se a moagem é adequada ao produto ou se é necessário ajustar para que os requisitos de qualidade sejam cumpridos. Este método é vantajoso pela possibilidade de ajustar rapidamente o grau de moagem, no entanto existem várias condicionantes que podem interferir na correta definição desse parâmetro. A pressão, temperatura e qualidade da água da máquina de café expresso são fatores que influenciam a obtenção de um café expresso de qualidade e por consequência podem reproduzir avaliações incorretas sobre o grau de moagem a aplicar. A formação e arbitrariedade do provador é outro fator que condiciona a utilidade deste teste.

A investigação da distribuição das partículas de café moído nas diferentes linhas de produção, poderá ultrapassar os problemas de definição e manutenção da granulometria, permitindo padronizar a granulometria dos produtos e o seu controlo da qualidade.

2.5.3. Encapsulamento

Após ter sido torrado e moído, o café é introduzido em atmosfera inerte nas cápsulas, com forma, tamanho e material específico e o sistema de encapsulamento é efetuado consoante os objetivos definidos pelo fabricante e/ou cliente, tendo em conta as tendências de mercado e as preferências do consumidor final.

As cápsulas são pequenos recipientes, compostas por diferentes materiais e utilizadas em máquinas compatíveis com o sistema de encapsulamento, permitindo a preparação da bebida de café de uma forma rápida (Reis et al., 2012). Atualmente, existem vários tipos de cápsulas para café, das quais se destacam as cápsulas de papel, plástico e alumínio (figura 10). O material escolhido irá determinar a eficácia na preservação das propriedades do café, aliado à resistência, funcionalidade e ao preço, de modo a responder às exigências dos consumidores (Reis et al., 2012).

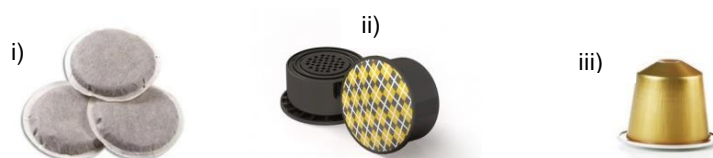


Figura 10. Exemplos de cápsulas constituídas por diferentes materiais: i) papel; ii) plástico; iii) alumínio. (Fonte: <http://saboralia.blogspot.pt/>; <http://www.kaffa.pt/store/Kaffacompatibles/>; <http://paladar.estadao.com.br/>).

As cápsulas de papel apresentam um formato cilíndrico e achatado, possuindo apenas café moído no seu interior e são adaptáveis a um estrito número de marcas e máquinas de café. Por este motivo, foram cada vez menos utilizadas ainda que permitam obter a bebida de uma forma rápida e eficazmente (Reis et al., 2012). Atualmente estão a ganhar uma nova importância no mercado, pelo reduzido impacto ambiental.

As cápsulas de alumínio e plástico podem apresentar diferentes formatos e tonalidades e na sua maioria são constituídas por três elementos. O primeiro, trata-se do molde, determinando quanto café a cápsula pode suportar (5,5 - 6,0 g), o segundo é o produto (café moído) e o terceiro é a película de selagem que pode ser constituída por alumínio (Reis et al., 2012).

As máquinas de café expresso têm vindo a revolucionar o mercado com preços competitivos face ao custo de um café expresso em estabelecimentos comerciais e com a vantagem de obter um café expresso de forma prática e eficaz com a possibilidade de escolher a quantidade da bebida, diversificar nos sabores e aromas, indo de encontro às preferências de cada elemento do agregado familiar. Estas máquinas de café são constituídas por uma bomba rotativa, um permutador de calor e uma câmara de extração (Illy e Viani, 2004).

2.6. Avaliação da dimensão de partículas de café encapsulado

Nos últimos 30 anos, a indústria alimentar evoluiu para um nível tecnológico em que a cor, a textura, o aroma, o tamanho de partículas e muitas outras propriedades que anteriormente não eram quantificadas, podem agora ser mensuradas de forma fidedigna. Ao investigar essas propriedades, a indústria alimentar tem como principal objetivo satisfazer as expectativas dos consumidores, no que diz respeito a alimentos frescos, saborosos e de qualidade (Primavera et al., 2014).

Atualmente, a qualidade dos produtos é dependente do uso efetivo da tecnologia analítica, e em particular da medição do tamanho das partículas. Vários produtos e ingredientes alimentares são produzidos e/ou fornecidos sob a forma de pó, grânulos, pastas e/ou emulsões e precisam de ser analisados quanto à distribuição e dimensão das partículas (Muchow et al., 2009; Chen et al., 2009).

Estudos indicam que o sabor, a textura e funcionalidade dos alimentos dependem da dimensão das partículas e que é necessário otimizá-las durante o processo produtivo, nomeadamente na produção de farinha, açúcar e na moagem do café (Zhang et al., 2013; Tang et al., 2014).

As principais tecnologias recentes utilizadas nas indústrias alimentares para determinar o tamanho das partículas são a difração a laser e a dispersão de luz dinâmica no caso das nanopartículas. Ambas as tecnologias asseguram fiabilidade, precisão e são de fácil utilização (Primavera et al., 2014). No caso do café, estas tecnologias têm sido pouco exploradas sendo este trabalho um dos pioneiros no estudo da distribuição das partículas de café moído com diferentes graus de moagem e aplicando o método de difração a laser na caracterização granulométrica dos produtos moídos.

Em 2016, Uman *et al.* aplicaram esta metodologia ao café e sublinham a importância desta tecnologia para a definição da moagem e a necessidade de investigar a distribuição das partículas de café com recurso à difração a laser.

2.6.1.Peneiração

O estudo da granulometria de café torrado moído tem sido tradicionalmente efetuado com recurso a torre de peneiros circulares com malhas de várias dimensões e agitação mecânica, com ou sem fluxo de ar. A peneiração tem possibilitado determinar a granulometria dos cafés com diferentes moagens e é de fácil utilização, comparativamente com outras técnicas, carece de baixo investimento técnico e tem custos reduzidos. Este método consiste em agitar mecanicamente a amostra de café moído sobre uma série de peneiros empilhados e colocados por ordem decrescente da abertura das malhas (Jillavenkatesa, 2001).

Os crivos são classificados por grossos, médios e finos, com base nas respetivas aberturas das malhas. As malhas dos crivos grossos possuem aberturas de 100 mm a 4 mm, os médios variam de 4 mm a 200 μm e os finos possuem malhas com aberturas de dimensão abaixo de 200 μm . De acordo com alguns autores esta técnica pode ser utilizada numa gama de tamanho de partículas dos 100 mm até aos 20 μm (Jillavenkatesa, 2001). O método de peneiração funciona por força gravitacional e vibratória, no entanto é trabalhoso, moroso e não fornece uma avaliação precisa da quantidade de partículas finas devido à compactação que ocorre nos crivos superiores e limita a passagem das partículas inferiores (micro-pó). Esta limitação prejudica o controlo de qualidade do produto final no que diz respeito a conhecer e quantificar corretamente a distribuição da dimensão das partículas (Malvern, 2015). Existem modelos com jacto de ar que originam uma melhor passagem das partículas finas, diminuindo a compactação das mesmas e esferas de metal ou borracha que são utilizadas em alguns modelos.

2.6.2.Difração a laser

Nas últimas duas décadas, a difração a laser tornou-se uma das técnicas mais utilizadas para avaliação de partículas em diferentes indústrias, nomeadamente a indústria farmacêutica, construção (*i.e* areia, argila, cerâmicas), alimentar entre outras (Ma *et al.*, 2000). Esta técnica permite investigar a dimensão das partículas de diferentes produtos e tem vindo a substituir outras técnicas convencionais, tais como, a peneiração e a sedimentação, quando existe a necessidade de determinar partículas abaixo de alguns milímetros, e tomou lugar à microscopia ótica e eletrónica para partículas superiores a dezenas de nanómetros (Primavera *et al.*, 2014). A dimensão e distribuição das partículas de café moído devem ser controladas, para garantir que a bebida possui as características organolépticas desejáveis, nomeadamente a obtenção do sabor desejável após a extração.

A difração a laser, permite medir o tamanho das partículas e respetivas distribuições segundo a teoria de Mie de dispersão da luz e a teoria de Fraunhofer e está definida pela ISO 13320: 2009.

A difração a laser assenta no pressuposto que um feixe de luz, normalmente fornecido por um laser, incide sobre a amostra dispersa originando diferentes ângulos de difração, detetados pelas fotocélulas e cujo o ângulo se correlaciona com o tamanho da partícula (figura 11).

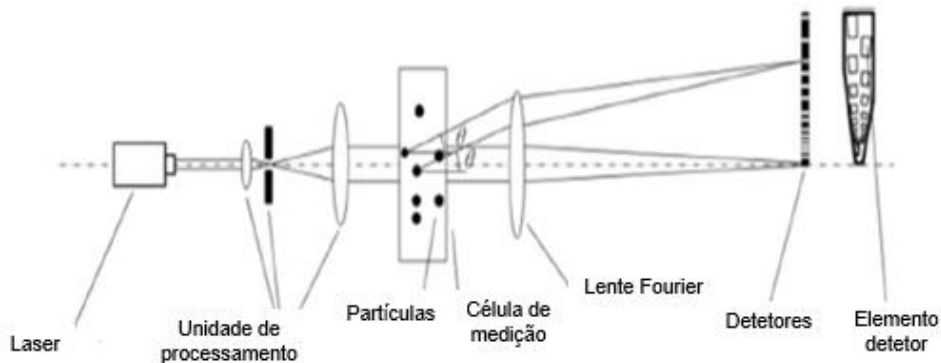


Figura 11. Detecção e análise da dimensão de partículas por difração a laser (adaptado Pan *et al.*, 2017).

A maioria dos equipamentos de análise de partículas por difração a laser permitem calcular a dimensão de partículas numa gama entre os 20 nanómetros até 2000 μm e há que ter em conta que a colocação e dispersão da amostra no campo de leitura dos equipamentos, poderá influenciar a capacidade de as fotocélulas determinarem corretamente a dimensão e distribuição das partículas.

As partículas de maiores dimensões dispersam a luz incidente em ângulos pequenos comparativamente com as partículas de menores dimensões (figura 12).

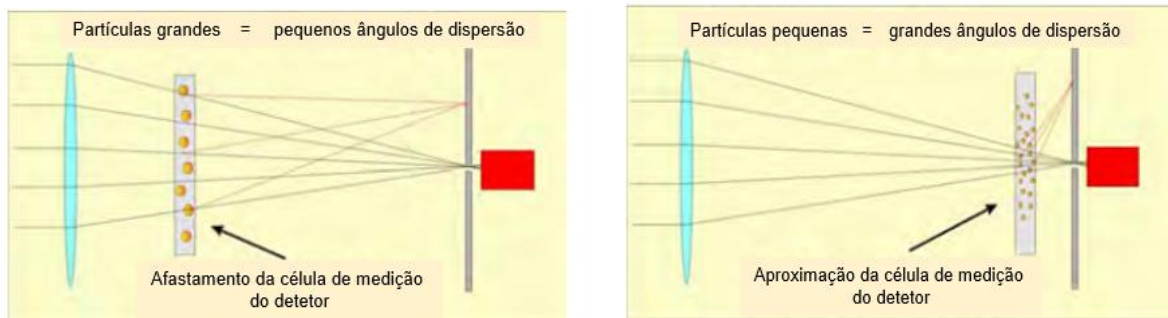


Figura 12. Variação angular do laser incidente em partículas esféricas de maiores e menores dimensões (adaptado Fritsch, 2014)

Atualmente os equipamentos de análise de partículas por difração a laser podem usar vários dispersantes, seja por via seca (ar), húmida (água ou álcool isopropílico) ou ambos os meios consoante o produto a analisar. Para a maioria dos materiais particulados, a dispersão por via húmida é a mais vantajosa para a correta medição das partículas (Fritsch, 2018a).

A medição do tamanho das partículas por difração a laser tem como principais vantagens elevada repetibilidade e reprodutibilidade, fácil monitorização e reduzida calibração (Xu, 2002; Primavera *et al.*, 2014).

Os resultados das medições são calculados a partir de um *software* específico que determina a dimensão média e distribuição das partículas. O software analisa os dados de dispersão e calcula a dimensão média e a distribuição de tamanho das partículas correspondentes à amostra em estudo (figura 13).

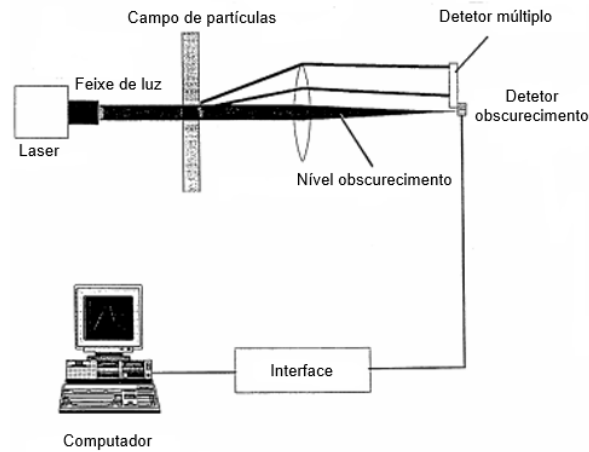


Figura 13. Esquema de funcionamento de um analisador de partículas por difração a laser (adaptado Zhenhua *et al*, 2000).

Os equipamentos de difração a laser permitem visualizar graficamente a distribuição das partículas de cafés. A figura 14 é um exemplo de distribuição de partículas de café moído, obtida após medição no analisador de partículas por difração a laser em álcool isopropílico, Analysette Microtec Plus 22, Fritsch (A22) em testes efetuados para comparação com ar e água em que o álcool isopropílico foi considerado o mais favorável para o café. O fabricante FRITSCH afirma que este equipamento possui uma faixa de medição extremamente ampla (0,01-2000 μm), tempo de medição reduzido, alta precisão de medição e reprodutibilidade consistente (Fritsch, 2018).

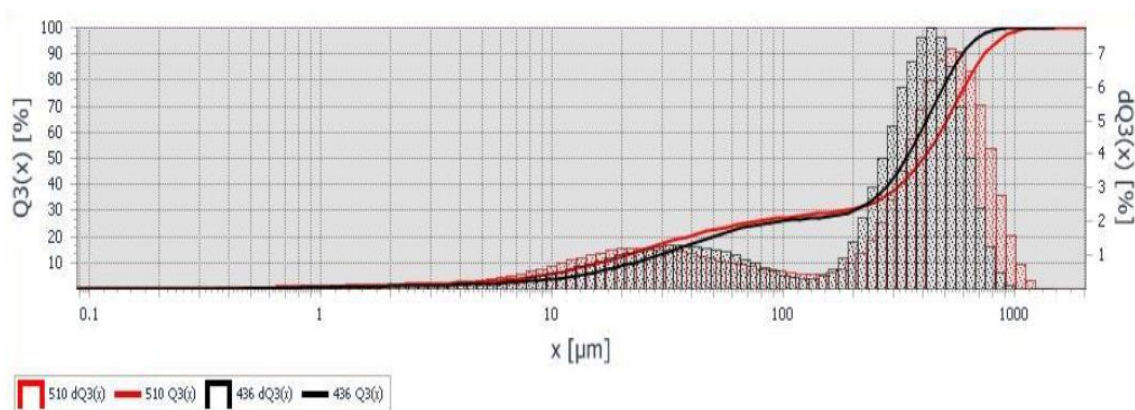


Figura 14. Apresentação de distribuição e dimensão de partículas de café moído após medição no analisador de partículas por difração a laser A22 (Fonte: autor, 2017).

2.7. Café expresso

2.7.1. Parâmetros de avaliação físico-químicos e organoléticos

Segundo Smith e Thomas (2003), o melhor café para a degustação é aquele em que os grãos foram torrados e moídos minutos antes da extração da bebida. O café moído tende a oxidar ao longo do tempo, depreciando a sua apresentação e avaliação organolética. De forma a minimizar a perda de qualidade sensorial, o café, quando consumido em pequena escala é moído momentos antes de ser consumido e em escala industrial, após a moagem, é armazenado em atmosfera inerte.

A determinação da concentração de oxigênio e/ou dióxido de carbono (O_2/CO_2) é crucial no caso do café encapsulado. Esta avaliação permite garantir a estanquicidade da cápsula o que significa a inexistência da entrada de oxigênio ou de humidade que podem reduzir o tempo de vida útil do produto.

A cor é uma das propriedades físicas mais comum e largamente avaliada para diferentes produtos em diversas condições. Ela afeta diretamente a aceitação do produto pelo consumidor, uma vez que é uma das características que despertam mais atenção na comercialização, sendo um dos parâmetros de decisão para o preço final do produto (Oliveira *et al.*, 2013). No caso do café deve ser constante para cada produto. A cor do café moído pode ser avaliada por diferentes sistemas, nomeadamente através de discos do sistema da *Specialty Coffee Association of America* (SCAA), por colorímetros e por espectrofotometria. A SCAA formulou o sistema SCAA/Agtron no qual classifica os grãos de café torrado e moído pela sua cor. Segundo Perez *et al.* (2008), a torra do café arábica deve ser moderadamente clara a quase média, correspondendo ao ponto de torra entre 60 a 65 no disco Agtron.

O tempo de extração de um café expresso é crucial na qualidade da bebida, porque ditará o equilíbrio de centenas de compostos químicos (Severeni *et al.*, 2015). O tempo de extração da bebida depende da moagem, temperatura, tempo de extração, qualidade, temperatura e volume da água, e da quantidade de café utilizados na preparação da bebida. A dimensão e distribuição das partículas de café também influenciará decisivamente a superfície acessível do café no momento da extração (Uman *et al.*, 2016) e o correspondente tempo de extração.

O parâmetro extrato aquoso do café torrado e moído traduz a quantidade de substâncias capazes de se solubilizarem em água fervente (Alves *et al.*, 1989). Geralmente é desejável no café um maior teor de extrato aquoso, tanto pelo ponto de vista do rendimento industrial, como pela sua contribuição para assegurar o corpo da bebida, indispensável em cafés tipo expresso (Pinto *et al.*, 2002).

Um café expresso de qualidade deverá ser avaliado do ponto de vista sensorial, nomeadamente a deteção de atributos relacionados com o seu aspeto visual, sabor e aroma. A nível sensorial um bom café expresso apresenta um sabor equilibrado amargo/ácido, um corpo forte, um aroma intenso e fino e um creme persistente e consistente de cor avelã. No entanto esta definição é muito subjetiva e depende da preferência dos consumidores. A deteção e avaliação destas

características requer a execução de uma análise sensorial, por provadores treinados e selecionados com base na experiência e investigação dos parâmetros sensoriais.

A análise sensorial é uma área científica que pretende evocar, medir, analisar e interpretar as reações às características dos alimentos, tal como são percebidas pelos sentidos (visão, olfato, paladar, audição e tato). Os alimentos poderão ser percebidos por uma reação sensorial, a reação hedónica ou através de uma avaliação objetiva baseada na formação dos provadores. A reação hedónica pode ser obtida através de testes ao consumidor e pretende identificar o produto preferido ou com maior aceitação. A avaliação objetiva é realizada por provadores treinados, mediante realização de provas de análise sensorial, com o intuito de descrever e comparar características dos produtos (Ribeiro, 2012).

O café expresso possui substâncias solúveis e emulsionáveis. A classe de substâncias solúveis inclui compostos voláteis, tais como pirazinas, aldeídos, cetonas, que são responsáveis pelo aroma e as substâncias não voláteis, nomeadamente os açúcares e a cafeína são responsáveis pelo sabor (Buffo e Cardelli-Freire, 2004). Relativamente aos compostos emulsionáveis, incluem proteínas, lípidos, polissacarídeos e melanoidinas influenciando o corpo e o creme da bebida (Severini *et al.* 2015).

O aroma do café é formado por uma mistura extremamente complexa de inúmeros compostos voláteis que apresentam qualidades de aroma, intensidades e concentrações diferentes.

Estudos indicam que a complexa composição físico-química do café define a qualidade final da bebida, sendo responsável por suas características sensoriais (Pimenta, 2003). O sabor é o critério mais importante para a avaliação da qualidade do café, e também uma das principais motivações para preferências dos consumidores (Clarke, 1987). A acidez é um parâmetro de grande importância no sabor da bebida e consequentemente aceitação da mesma pelo consumidor (Fernandes *et al.*, 2003). A sua intensidade está relacionada com vários fatores, nomeadamente os níveis de fermentação ocorridos nos grãos, estado de maturação, condições climáticas durante a colheita e secagem, país de origem e a forma de processamento e/ou beneficiamento dos grãos (Pimenta, 2003; Siqueira e Abreu, 2006). A acidez pode ser determinada através de prova e por indicadores analíticos, por exemplo através da determinação do pH da bebida.

O pH é um indicador de eventuais mudanças nos frutos de café, como o processo indesejável de fermentação que ocorre na pré e pós-colheita, originando defeitos do produto (Filho *et al.*, 2015). Alguns autores indicam que o pH ideal deve estar entre 4,95 a 5,20, tornando as características sensoriais do café mais aceitáveis pelo consumidor, sem excesso de amargor ou acidez (Siqueira e Abreu, 2006). Em Portugal estes valores de pH raramente se verificam, sendo superiores, principalmente nos cafés robusta. Este parâmetro depende da quantidade de café (g) e do volume de água (ml) utilizados na preparação da bebida.

2.7.2. Atividade antioxidante

O café, além de ser uma bebida altamente aceita e consumida em todo o mundo, é rico em compostos que possuem potenciais efeitos benéficos para a saúde humana, destacando-se pela expressiva atividade antioxidante (Ribeiro *et al.*, 2016).

Os compostos oxidantes são produzidos pelo metabolismo normal do organismo e, se não forem controlados podem provocar uma maior incidência de doenças crônicas e degenerativas.

Por definição, a atividade antioxidante é a capacidade de um composto inibir a degradação oxidativa (Roginsky e Lissi, 2005).

Estudos clínicos e epidemiológicos têm mostrado evidências de redução da incidência dessas doenças em populações cujas dietas têm por base a ingestão de alimentos ricos em compostos fenólicos (Higdon e Frei, 2006).

O café possui vários compostos químicos identificados e alguns deles têm muitos atributos benéficos (Esquível e Jiménez, 2012) nomeadamente compostos azotados como a trigonelina e melanoidinas que são formadas na reação de Maillard e a cafeína (Lima *et al.*, 2010; Vignoli *et al.*, 2011). A atividade antioxidante estará relacionada com os compostos fenólicos (ácidos clorogénicos) e deve-se principalmente às suas propriedades redutoras e estrutura química, desempenhando um papel crucial na neutralização de radicais livres. No entanto as variações na composição dos grãos e o respetivo processamento afetam a atividade antioxidante (Higdon; Frei, 2006; Parras *et al.*, 2007; Vignoli *et al.*, 2011).

Os compostos fenólicos têm recebido especial atenção por parte da comunidade científica devido aos efeitos benéficos sobre a saúde humana, como a ação protetora contra as doenças crônicas degenerativas, cancro, doenças cardiovasculares entre outros (Scalbert *et al.*, 2005).

O café é a principal fonte de ácidos clorogénicos na dieta humana, permitindo aos consumidores habituais de café ingerirem entre 0,5 a 1 g deste composto, enquanto que os não consumidores conseguem por outras fontes alimentares ingerir menos de 100 mg/dia (Castillo *et al.*, 2002).

A determinação da atividade antioxidante não possui uma metodologia universal, podendo ser efetuada por diferentes métodos, tais como poder antioxidante redutor do ferro (FRAP) e ensaio de ABTS (ácido 2,2'-azino-bis (3-etilbenzotiazolina-6- ácido sulfónico) (Borrelli *et al.*, 2002; Sanchez-Gonzalez *et al.*, 2005).

3. MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo incidiu particularmente sobre três *blends*, codificados como M, R e L, com proporções de cafés robusta e arábica distintas em que são usadas diferentes origens destas espécies. No entanto, no decurso do estágio, no âmbito da otimização da metodologia e de controlo de qualidade da empresa foram analisadas as granulometrias de vários outros *blends*. A fase de obtenção das amostras foi após a moagem na linha de encapsulamento ou já no produto final. A granulometria foi estudada também, logo após a constituição do *blend*, na fase de pré-moagem para um determinado lote de café torrado.

A distribuição e dimensão das partículas dos 3 *blends* foram primeiro comparadas em dois sistemas analíticos diferentes: a peneiração e a difração a laser. Posteriormente o sistema de difração a laser foi utilizado para comparar os diferentes produtos, produzidos nas várias linhas de encapsulamento. Foram correlacionados os padrões de partículas obtidos com os vários parâmetros físico químicos e organoléticos, nomeadamente quanto à concentração de oxigénio, perda de massa por secagem (%humidade), cor, tempo de extração, pH, extrato aquoso, aroma, amargor e acidez.

3.1. Matéria-prima

Os *blends* selecionados para o estudo foram codificados por M, R e L, sendo constituídos por diferentes proporções de espécie arábica e robusta (figura 15). Estes cafés são provenientes de vários países, dos continentes asiático, africano e americano e foram devidamente rastreados nas fases prévias de receção e torrefação.

As análises granulométricas, físico-químicas e organoléticas dos *blends* foram efetuadas em vários lotes produzidos entre novembro de 2016 e maio de 2017.

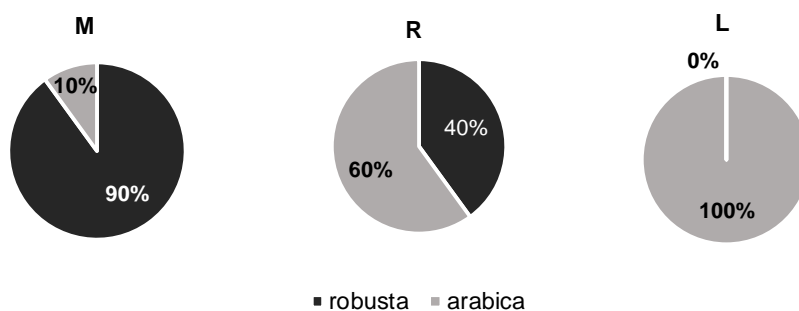


Figura 15. Proporção de café robusta e arábica para os blends M, R e L.

3.2. Sistema de encapsulamento

Os *blends* estudados foram encapsulados em 3 sistemas distintos, em 3 linhas de produção (4, 6 e 9) consoante os requisitos dos vários clientes e/ou objetivos da empresa. Por uma questão de proteção das marcas os sistemas de encapsulamento foram codificados por sistema alfa (α),

beta (β) e gama (γ). Estes sistemas variam quanto à composição dos materiais, dimensão, forma da cápsula, soldadura, película e peso de café torrado moído (figura 17).






Figura 16. Cápsulas de plástico de diferentes dimensões, películas e peso de café torrado moído (Fonte: Kaffa, 2017)

3.2.1. Linhas de produção

As três linhas de produção (4, 6 e 9) são totalmente automatizadas e equipadas com moinhos Icoperfex Colombini, com características e dimensões semelhantes. Este tipo de moinhos pulveriza produtos granulares orgânicos e inorgânicos por meio de discos de moagem. Por se tratarem de linhas de produção de diferentes sistemas de encapsulamento foram construídas e programadas consoante os objetivos de produção, com discos de moagem de diferentes dimensões (tabela 5).

Tabela 5. Identificação do sistema de encapsulamento, número de linha, diâmetro dos discos do moinho (mm) e peso de café moído (g).

	Sistema de encapsulamento	Nº de linha de produção	Diâmetro dos discos (mm)		Peso de café moído (g)
			Externo	Interno	
	Alfa (α)	4	160	110	5,5
	Beta (β)	6	160	110	7,0
	Gama (γ)	9	230	130	6,0

O rendimento das linhas de produção é elevado, permitindo produzir 8 a 10 milhões de cápsulas no caso das linhas 4 e 6 e 25 a 30 milhões de cápsulas no caso da linha 9 com reduzida necessidade de manutenção (Colombini, 2016).

3.2.2.Moinhos

A pré-moagem dos *blends* foi efetuada num moinho de rolos refrigerado Icmelc, modelo 500 4R. Este tipo de moinho em aço inoxidável permite moer um blend de café torrado com diferentes distâncias entre rolos, tendo sido testadas as distâncias 0,5, 1, 2 e > 2 mm. Neste modelo desenvolvido pela Kaffa, a fase da pré-moagem fragmenta em partes mais pequenas os grãos de café torrados antes de passarem para o processo de moagem propriamente dito.

Os moinhos instalados em cada uma das linhas de encapsulamento e usados para a moagem dos *blends* M, R e L, foram os moinhos do sistema Icoferfex Colombini modelo 250-400. Estes moinhos são do tipo de discos e são constituídos por dois grupos, o moinho propriamente dito e o controlador digital (figura 17).



Figura 17. Moinho Colombini (à esquerda) e controlador digital (à direita) (Fonte: Kaffa, 2017).

Os moinhos possuem 700 mm de largura, 1360 mm de altura e 1015 mm de profundidade e pesam cerca de 250 kg. Cada moinho é composto por motor, câmara de discos, regulador de moagem (micrométrico), bomba de lubrificação, extrator e tolva ou funil de alimentação (figura 18).

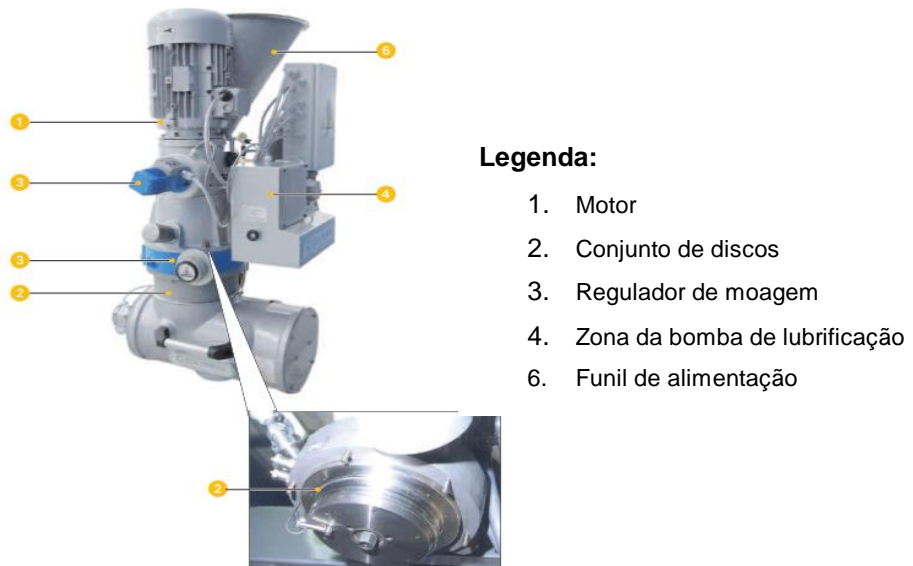


Figura 18. Identificação dos constituintes do moinho Colombini 250/400 (Fonte: Colombini, 2016).

Localizados na base do moinho encontram-se dois discos planos de metal duro sintetizado (1300 Vickers), com lâminas de corte no diâmetro interno do disco (figura 19).



Figura 19. Exemplo de um conjunto de discos constituintes dos moinhos Colombini 250/400 (Fonte: Kaffa, 2017).

Segundo o fabricante, os moinhos Colombini fragmentam os grãos de café torrados em café moído em duas fases consecutivas. A primeira fase realiza-se com recurso a um disjuntor cônico, ocorrendo uma primeira moagem, e a segunda é executada pelas lâminas de corte presentes nos discos moendo na totalidade o café. As lâminas de corte são do tipo côncavo e de disco duplo.

3.2.3. Grau de moagem

No contexto deste trabalho, o grau de moagem reporta-se ao valor de afinação dos moinhos e traduz a distância entre os discos planos que os compõem. O grau de moagem depende do desgaste e da velocidade de rotação das mós, da composição do blend, granulometria, do teor de humidade, da temperatura entre outros fatores (Colombini, 2015).

Para cada linha e para cada produto, o grau de moagem foi ajustado através do controlador do moinho (painel digital) pelo operador de fábrica com uma variação de 0,5 mm numa escala de 5 a 40 (eixo y) e regulação da velocidade de rotação dos discos (eixo z) consoante os objetivos de produção (figura 20).

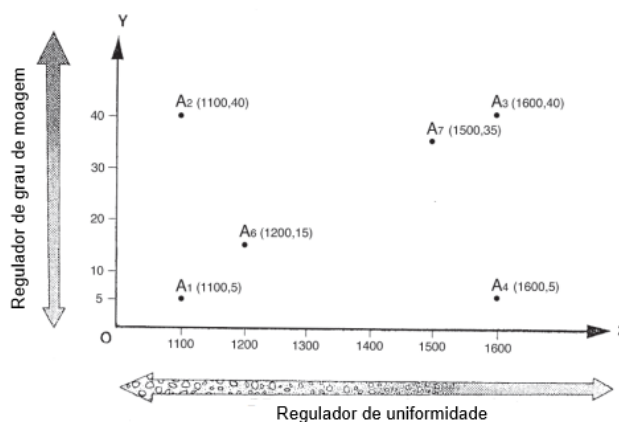


Figura 20. Diagrama de regulação do grau de moagem nos moinhos Colombini (Colombini, 2016).

Em teoria quanto maior for o grau de moagem, maior será a distância entre as mós. Assim, um produto que seja moído com um grau de moagem mais baixo (ex. 15) terá uma moagem mais fina do que um produto com grau de moagem 20. Estes valores são ajustados ao longo da produção de acordo com os resultados que se pretendem obter na bebida, obtida com os vários sistemas de cápsulas, e por isso não são equivalentes nas várias linhas. A afinação da moagem é posteriormente verificada através de testes laboratoriais aplicados ao produto final de hora a hora. Para cada *blend* produzido nas diferentes linhas e diferentes sistemas de cápsulas foram analisados diferentes graus de moagem.

3.3. Avaliação da distribuição e dimensão das partículas do café moído

3.3.1. Torre de crivos

A avaliação granulométrica de café torrado pré-moído e moído, foi efetuada com recurso à torre de crivos, Analysette 3 Spartan Pluverisette Fritsch (figura 21) e posteriormente comparada com outro sistema de análise granulométrica (difração a laser). Neste equipamento foram utilizados três crivos de malha 1000, 500 e 250 µm e o recetáculo que recolhe a fração de partículas inferior a 250 µm. Foram analisados um blend pré-moído (moinho de rolos) em 4 diferentes moagens de um blend pré-moído (moinho de rolos) e 7 lotes do “blend” M, 4 lotes do “blend” R e 3 lotes do blend L, moídos em moinho de discos em diferentes linhas e com diferentes graus de moagem.



Figura 21. Torre de crivos Analysette 3 Spartan Pluverisette, Fritsch (Fonte: Kaffa, 2017).

Os crivos pré-tarados foram pesados numa balança de precisão, com a aproximação de 0,1 g, e determinada a fração das partículas de cada crivo (K_w) que foi expressa em g/ 100 g e calculada de acordo com a equação:

$$K_w = [(A_w - L_w) \times 100] / E \quad (*)$$

(*) W = malha do crivo; A_w é a massa do crivo de abertura de malha W com o resíduo (g); L_w é a massa do crivo de abertura de malha W (g); E é a massa da amostra (g).

3.3.2. Analisador de partículas por difração a laser

O analisador de partículas por difração a laser, Analysette 22 MicroTec Plus Fritsch (A22), com unidade de dispersão de álcool isopropílico, foi o equipamento utilizado na determinação da dimensão e distribuição das partículas de café em cápsulas. Este equipamento é constituído por dois módulos, o módulo de dispersão por via húmida (“Wet dispersion unit”) e o módulo de medição (“Measuring unit”) (figura 22). A unidade de dispersão por via húmida, à direita, consiste num circuito fechado no qual a amostra é introduzida no recetáculo do módulo com álcool isopropílico, e com auxílio de uma bomba circulará continuamente até à célula de medição. Esta unidade possui válvulas elétricas que permitem o enchimento e esvaziamento automático do módulo com álcool isopropílico, antes e após cada leitura.



Figura 22. Analisador de partículas por via húmida, Analysette 22 MicroTec Plus Fritsch (Fonte: Kaffa, 2017).

A estrutura ótica do módulo da esquerda do A22, contém uma célula de medição que permite efetuar a leitura da distribuição de partículas numa gama extra-larga (0,08 a 2000 μm), um detetor de foto díodos e possui uma tecnologia *dual-laser*, com um laser semiconductor de luz verde (“green laser”), para a medição das partículas mais pequenas (0,08 – 45 μm) e um laser infravermelho (“infra-red laser”) para as grandes faixas de partículas (15 – 2000 μm) (figura 23).

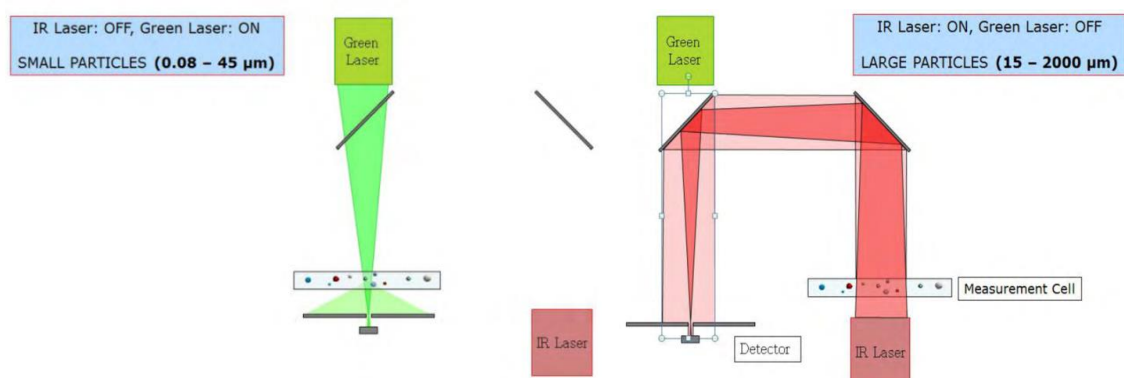


Figura 23. Esquema de medição da *tecnologia dual-laser* do A22 (Fonte: Fritsch, 2015).

O A22 é vendido com uma garantia de repetibilidade, reprodutibilidade e precisão de medição de acordo com a “International Organization for Standardization” (ISO) 13320:2009. Esta norma é aplicável a tamanho de partículas que variam entre 0,1 μm a 3 mm.

O A22 possui o *software* MaS Control versão 1.035 e este programa controla automaticamente a posição da célula de medição em relação ao detetor e combina o intervalo de dimensão de partículas dos dois lasers.

O obscurecimento do feixe de luz laser (“beam obscuration”) resulta da diferença da intensidade da luz, medida antes e após a passagem das partículas suspensas através de um fotodetetor posicionado atrás da zona de incidência do laser (figura 24).

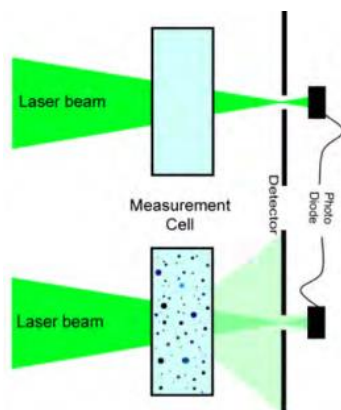
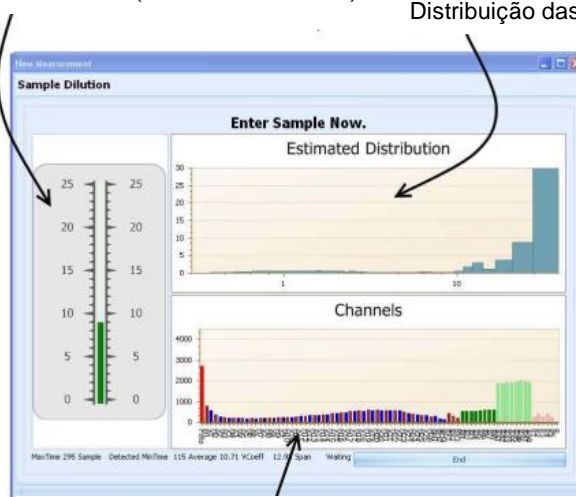


Figura 24. Forma de cálculo do feixe de obscurecimento da célula de medição do A22 (Fonte: Fritsch, 2014).

Este parâmetro, expresso em percentagem e originalmente definido entre 10 - 15 %, é um indicador de boas condições de medição de amostra. Após indicação de introdução da amostra de café moído (“Sample Dilution”), é possível consultar o valor de obscurecimento do feixe através da barra lateral do lado esquerdo na janela de medição (figura 25) e posteriormente na zona de informações detalhadas do MaS Control.

Nível de obscurecimento do feixe (“beam obscuration”)

Distribuição das partículas em estimativa



Indicação do funcionamento do detetor

Figura 25. Janela de medição do A22 (adaptado de Fritsch, 2012).

O MaS Control permite ativar e/ou desativar diversos parâmetros de medição, nomeadamente seleccionar a gama de medição do A22, identificar a amostra, verificar a necessidade de calibração e sua execução, alinhamento dos lasers e limpeza da célula de medição. Funciona com base nos procedimentos de operação padrão ou “Standard Operation Procedures” (SOPs). Estes procedimentos funcionam como comandos pré-definidos, permitindo armazenar as medições efetuadas e alterar se necessário, os parâmetros analíticos.

Este software fornece um retorno contínuo das medições efetuadas através da área “Files”. Esta área subdivide-se em quatro zonas: barra de ferramentas (1), janela de medição (2), zona de gráficos e/ou tabelas com os valores de medição (3) e zona com informação detalhada das medições efetuadas (4) (figura 26).

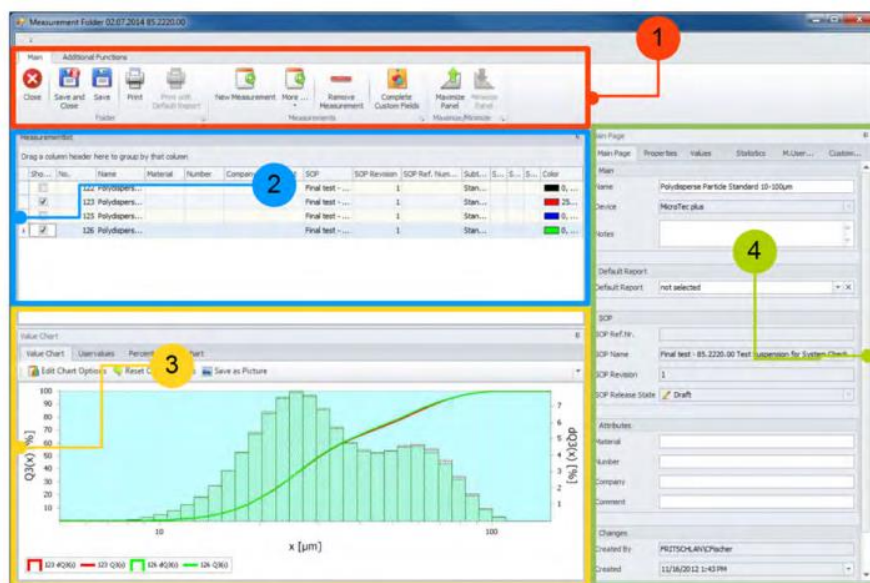


Figura 26. Layout do software MaS Control na área Files, subdivida em quatro zonas de trabalho (Fonte: Fritsch, 2014).

Os resultados da distribuição e dimensão das partículas de café moído são apresentados graficamente e em tabelas por via de duas formas de análise, designadas de Q3(x) e dQ3(x). O parâmetro Q3(x) traduz o volume total das partículas (%) contidas abaixo de determinada dimensão (µm) e graficamente é representado por meio de uma curva de distribuição. O dQ3(x) indica para um determinado intervalo de tamanho de partículas (µm) qual a percentagem de partículas incluídas nesse intervalo e graficamente surge em forma de barras. O eixo das abcissas traduz a dimensão das partículas em micrómetros (µm) e o eixo das ordenadas (y) representa o volume das partículas (%).

Nas tabelas é possível obter o volume de partículas (%) para cada ensaio individualmente e/ou seleccionando todos ensaios obtendo o volume médio de partículas (%) e a percentagem do coeficiente de variação (CV), seja para Q3(x) ou dQ3(x). O CV é uma medida relativa de variabilidade e é traduzida pela seguinte expressão:

$$CV = \text{desvio padrão } (\sigma) \div \text{média}$$

Além da apresentação das tabelas e gráficos alusivos à distribuição da dimensão das partículas de café moído, o MaS Control permite consultar e trabalhar os dados e selecionar as várias medições traçando a curva média. Este software viabiliza detalhes sobre cada medição, nomeadamente informações sobre a velocidade da bomba, número de vezes que o feixe de luz incide sobre a amostra, nível de obscurecimento do feixe (beam obscuration), índice de refração entre outros.

O MaS Control permite obter um relatório com as tabelas e gráficos dos ensaios selecionados pelo operador em formato PDF (“Portable Document Format”). Contudo, estes relatórios não são editáveis e em alternativa é possível exportar os resultados com recurso ao programa Microsoft Office Excel.

3.3.2.1. Otimização do procedimento

No início do estudo da distribuição e dimensão das partículas de café moído por difração a laser surgiram dificuldades de reprodutibilidade com elevada variabilidade na maioria dos produtos. Para ultrapassar a elevada variabilidade, não prevista de acordo com as informações e testes do fornecedor, foi necessário iniciar um vasto estudo de aplicabilidade do aparelho ao produto café testando diferentes técnicas de amostragem, nomeadamente diferentes métodos de recolha e de divisão da amostra, pesagem, forma e tempo de lançamento da amostra na câmara de admissão do A22 que foi desenvolvido em várias fases evolutivas em função dos resultados de variabilidade obtidos.

Fase 1 – Inicialmente as amostras de café torrado moído (100 ± 50 g) foram recolhidas logo após a moagem, nos moinhos Colombini, colocados em todas as linhas de encapsulamento e armazenadas em sacos herméticos devidamente identificados. Para análise dessas amostras no A22 testaram-se diferentes pesos (75, 80, 100 mg). a introduzir no módulo de dispersão. As pesagens foram realizadas com a aproximação de 0,01 mg.

Fase 2 – As amostras passaram a ser retiradas diretamente do centro das cápsulas (5,0 – 7,0 g) e foram testados vários pesos (75, 80, 100 mg).

Fase 3 – Procedeu-se à homogeneização de todo o café moído contido numa cápsula (5,5 – 7,0 g), numa taça de vidro, com recurso a uma espátula. Foram testados vários pesos de amostra: 75, 100 e 200 mg.

Fase 4 – O conteúdo de cada cápsula foi dividido em partes iguais com recurso ao alimentador Fritsch Laborette 24 Vibratory Feeder de funil e ao divisor de amostras Fritsch Laborette 27 Rotary Cone 1:8 (figura 28). Foram colocadas 5,0 – 7,0 g de café de cada cápsula no alimentador e por vibração (1 g/min) o café deslizava e caía por ação da gravidade em cada um dos oito recipientes do Laborette 27, repartindo a amostra em oito partes iguais (com o peso aproximado de $86,0 \pm 0,5$ mg). Repetiu-se o procedimento efetuando segunda divisão das oito amostras (2x1:8).

Fase 5 – Sem dividir as amostras procedeu-se à homogeneização do conteúdo de cada cápsula de café moído (5,5 – 7,0 g), numa taça de vidro com recurso a uma espátula sem calcar o café, e pesaram-se $86,0 \pm 0,5$ mg de café.



Figura 27. Alimentador Vibratory Feeder Laborette 24 Fritsch (i) e divisor de amostras Rotary Cone Laborette 27 Fritsch (ii) (Fonte: <http://www.gerhardtuk.com/sample-dividing-feeding.html>).

Foram testadas várias formas e recipientes adequados para o lançamento da amostra, nomeadamente colher, gobelé de vidro e cápsula de porcelana, para conseguir melhores resultados de reprodutibilidade e ajustados alguns parâmetros no software para a visualização dos resultados.

Durante o período total do de estudo foram efetuados mais de 2000 ensaios. No entanto após a otimização e definição do procedimento do A22, para os resultados reprodutíveis a utilizar neste trabalho foram considerados um total um total de 238 ensaios válidos ($5\% < CV > 10\%$) correspondentes à análise de 55 lotes de café moído encapsulado (24 lotes do blend M, 15 do blend R e 16 do blend L) sendo repetidos 3 a 9 ensaios por lote.

3.3.2.2. Procedimento definido

Para cada *blend* produzido com diferentes graus de moagem, nas diferentes linhas e sistemas de encapsulamento, foram recolhidas na linha de produção uma embalagem com 10 a 16 cápsulas de café. Analisaram-se 3 cápsulas por cada lote de M, R e L, com diferentes graus de moagem.

Colocou-se a totalidade de café de cada cápsula (5,5 – 7,0 g) numa taça ou gobelé de vidro e com auxílio de uma espátula homogeneizou-se a amostra sem esmagar o café moído.

Pesou-se na balança analítica, $86 \pm 0,5$ mg com aproximação às décimas, e colocou-se numa cápsula de porcelana.

Retirou-se a tampa da câmara de admissão da amostra, aguardando aproximadamente 5 segundos, até surgir no canto superior esquerdo do ecrã a frase “Sample Dilution”, momento em que foi introduzida a totalidade da amostra, mas de forma gradual. (figura 28).



Figura 28. Fases de colocação da amostra de café moído ($86,0 \pm 0,5$ mg) na câmara de admissão do A22 (Fonte: Kaffa, 2017).

A análise foi efetuada em duplicado e se os dois ensaios apresentassem uma variabilidade elevada, traduzida pela percentagem do coeficiente de variação (CV) superior a 10 %, realizava-se um novo ensaio, por forma a garantir condições de reprodutibilidade. Consideram-se válidos os resultados com $CV \leq 10\%$ apresentado nas tabelas de resultados de $Q3(x)$ e $dQ3(x)$.

Para cada ensaio, $Q3(x)$ traduz o volume das partículas (%) contidas abaixo de determinada dimensão (μm), em três categorias (10, 50 e 90 %) e $dQ3(x)$ a percentagem de partículas num intervalo de dimensão de partículas (μm) numa escala de 0,01-1500 μm . Foram calculadas curvas médias para conjunto de ensaios selecionados e representativos de um lote de café moído.

A necessidade de calibração, alinhamento dos lasers, limpeza da célula de medição depende do número de ensaios realizados e faz parte da manutenção do equipamento. Estas ações realizaram-se antes da primeira medição, entre diferentes lotes e sempre que surgiram resultados anómalos e caso o equipamento estivesse dois dias consecutivos sem ser utilizado. Realizou-se a calibração e o alinhamento dos lasers seguindo as instruções de trabalho baseadas no manual do equipamento. A limpeza da célula realizou-se sempre que surgiu no ecrã o alerta "Cleaning the wet measuring cell".

3.3.2.3. Tratamento de dados

Os resultados foram obtidos através do software do A22 (*MaS Control* versão 1.035) e exportados para um ficheiro *Microsoft® Office Excel 2016* devido às limitações de tratamento de dados deste software. O software não providenciava a possibilidade de obter curvas médias para os vários blends, mas numa parceria entre a Kaffa e a Fritsch foi criada essa opção. Várias modificações e sugestões de melhoria tiveram que ser efetuadas através de diálogo com os técnicos da Fritsch através de teamviewer.

No ficheiro excel foram construídas tabelas de registo, calculada a média, máximo e mínimo, o desvio padrão (σ) para cada um dos valores da escala de $dQ3(x)$ nos diferentes produtos com o principal objetivo de avaliar a distribuição e dimensão das partículas ao longo do tempo e criar indicadores para o controlo de qualidade e desenvolvimento de novos produtos.

Os resultados foram apresentados graficamente, numa escala logarítmica, apresentando a curva média de distribuição e dimensão das partículas para cada lote e posteriormente a curva média por blend. Para comparação com os resultados obtidos com a torre de peneiros foram calculados para as gamas correspondentes às utilizadas no método de peneiração (< 250 μm , 250-500, 500-1000, > 1000 μm).

Os dados foram tratados estatisticamente com recurso ao programa *R* versão 3.2.2. Realizou-se a análise da variância a múltiplos fatores (MANOVA), para um nível de significância de 5% ($p \leq 0,05$) de modo a avaliar as diferenças entre as amostras para as várias classes granulométricas. Aplicou-se o teste Fisher LSD e o teste Tukey HSD (nível de confiança de 95 %). As diferenças significativas foram expressas recorrendo a diferentes letras (a, b, c, d).

3.4. Avaliação de características físico-químicas e sensoriais

3.4.1. Café moído encapsulado

3.4.1.1. Concentração de oxigênio

A concentração de oxigênio foi determinada em cada cápsula para garantir a sua estanquicidade e estudar uma eventual influência da granulometria na acumulação de oxigênio, recorrendo ao medidor de gases oxigênio (O₂) e dióxido de carbono (CO₂) OXYBABY® 6.0 portátil da Witt (figura 29).

Foram analisadas 3 cápsulas por lote. Ligou-se o equipamento e colocou-se a borracha amovível do OXYBABY sobre a película da cápsula. De seguida, introduziu-se a agulha na borracha, perfurando a cobertura da cápsula. Após indicação sonora (5 ± 1 s) do equipamento, registou-se a percentagem de oxigênio (0,01 %) de cada cápsula.



Figura 29. Medidor de gases OXYBABY® 6.0 Witt (Fonte: Witt, 2018)

3.4.1.2. Perda de massa por secagem

A determinação da perda de massa por secagem no café torrado moído foi realizada de acordo com NP 3659:1991.

Durante 1 h secou-se a cápsula de porcelana em estufa ($103 \pm 2^\circ\text{C}$). Retirou-se a cápsula da estufa e colocou-se no exsicador. Deixou-se arrefecer até à temperatura ambiente, e pesou-se com a aproximação de 0,1 mg (m_0). Colocou-se na cápsula aproximadamente 5 g de amostra de café torrado moído, espalhando a amostra uniformemente pelo fundo da cápsula. Pesou-se com a aproximação de 0,1 mg (m_1). Colocou-se a cápsula com a amostra na estufa e secou-se à temperatura de $103 \pm 2^\circ\text{C}$, durante cerca de 4 h.



Figura 30. Exsicador e estufa utilizados na determinação da perda de massa por secagem de café torrado moído (Fonte: Kaffa, 2017).

Retirou-se a cápsula e introduziu-se imediatamente no exsicador, deixando arrefecer à temperatura ambiente. Pesou-se com a aproximação de 0,1 mg (m_2). Foram analisadas 3 cápsulas por lote estudado. A perda de massa, expressa em percentagem, é dada pela expressão:

$$[(m_1 - m_2) / (m_1 - m_0)] \times 100 *$$

* m_0 = massa da cápsula seca (g); m_1 = massa da cápsula e toma para análise antes da secagem (g); m_2 = massa da cápsula e toma para análise após secagem (g).

O resultado final é dado pela média aritmética dos valores das duas determinações efetuadas em paralelo pelo mesmo operador, arredondado às décimas.

3.4.1.3. Determinação da Cor

A cor de café moído foi determinada através do colorímetro *Roami* ROAST ANALYSER TRA-3000 (figura 32). O equipamento possui uma célula de infravermelho próximo (IVP) e através do próprio software converte a quantidade de luz refletida num valor correlacionado com a classificação Specialty Coffee Association of America (SCAA)/Agtron. A escala de classificação está definida por oito discos, de numeração 95 (Very Light) a 25 (Dark) (figura 31). Foram analisadas 3 cápsulas de cada lote. Retirou-se a cobertura da cápsula e com o auxílio de uma espátula, colocou-se a totalidade da amostra no recetáculo do colorímetro (5,0 – 7,0 g café moído). Selecionou-se a opção “Ground Coffee”. As leituras foram realizadas em triplicado. O resultado final foi expresso pela média aritmética das leituras efetuadas para cada lote estudado.

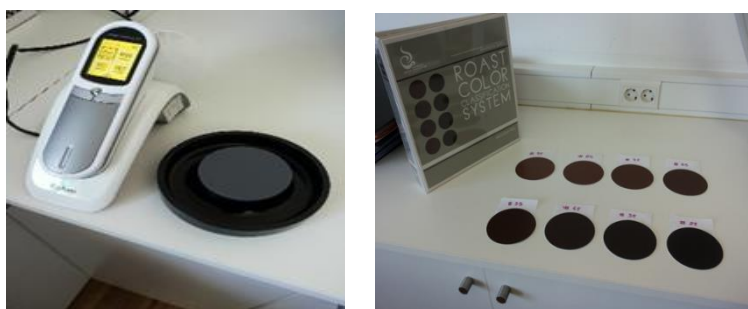


Figura 31. Colorímetro RoAmi ROAST ANALYSER TRA-3000 (à esquerda) e escala de discos SCAA/Agtron (à direita) (Fonte: Kaffa, 2017).

3.4.1.4. Extrato aquoso

A determinação do teor de extrato aquoso a quente foi realizada de acordo com a NP 3595:1993. Pesou-se uma amostra de 100 g de café torrado moído e colocou-se na torre de peneiros, os crivos de malha 630 e 250 μm com os respetivos recetáculos de base e tampa.

A amostra para análise foi retirada da fração recolhida no crivo 250 μm . Pesou-se para um balão *Erlenmeyer* (500 cm^3), uma toma da amostra com cerca de 10 g da amostra (m_1).

Adicionou-se ao balão, 200 cm³ de água destilada, medidos por proveta e pesou-se com precisão de 0,1 g e colocou-se na placa de aquecimento (Agimatic). Levou-se lentamente à ebulição (\pm 10 min) e manteve-se a fervura durante 5 min. Com o auxílio de uma tenaz, retirou-se o balão e após algum tempo colocou-se arrefecer em água corrente. Pesou-se e completou-se com água destilada até atingir o volume inicial.

Filtrou-se para um *Erlenmeyer* de 300 cm³ tendo-se rejeitado os primeiros 30 cm³ de filtrado. Mediu-se, por pipeta de precisão, 25 cm³ do filtrado para uma cápsula de porcelana previamente seca e pesada, com precisão de 0,1 mg (m₂). Evaporou-se em banho de água fervente, JB Aqua 12 Plus Grant (figura 32) e secou-se em estufa a 102 \pm 2°C durante 3h. Colocou-se arrefecer no exsiccador e pesou-se com a precisão de 0,1 mg (m₃).

O teor de extrato em água fervente é expresso em percentagem do produto em relação à matéria seca e é dado pela expressão:

$$[(m_3 - m_2) \times 100 / (m_1 \times m_s)] \times (200 / 25) \times 100] *$$

* m₁ = massa da toma da amostra (g); m₂ = massa da cápsula (g); m₃ = cápsula e resíduo seco (g); m_s = valor da matéria seca do produto (%).

Considerou-se como resultado final, arredondado às décimas, a média aritmética de duas determinações paralelas, que não deve exceder 0,4 g de extrato por 100 g da amostra.



Figura 32. Determinação do extrato aquoso em banho de água (à esquerda) e placa de Aquecimento (à direita) (Fonte: Kaffa, 2017).

3.4.2. Café expresso

3.4.2.1. Tempo de extração

O tempo de extração foi determinado com recurso a três máquinas de café em cápsulas correspondente a cada um dos sistemas de encapsulamento (α , β , γ). Todas as máquinas

possuíam pressão de 19 bar, no entanto apresentavam características distintas, nomeadamente o recetáculo para colocar a cápsula.

Antes de iniciar a primeira extração de café, efetuou-se uma extração de água em cada máquina, de forma a limpar os resíduos de testes anteriores. Extraíram-se três cápsulas por cada *blend*, linha e grau de moagem em estudo e foi determinado o tempo de extração de 40 ml da bebida recorrendo a um cronómetro.



Figura 33. Exemplo de extração em máquina de cápsulas de café expresso (Fonte: Kaffa, 2017).

3.4.2.2. Determinação de pH

O pH foi determinado através do potenciómetro *Mettler-Toledo*, equipado com sonda (figura 34). Extraíram-se três cápsulas de cada lote de café encapsulado, com base no procedimento do tempo de extração anterior apresentado. Após atingir a temperatura de 24º C colocou-se o eléctrodo do potenciómetro dentro do gobelé com a bebida. Deixou-se estabilizar a leitura e registou-se o valor. Repetiu-se o procedimento para as duas outras cápsulas de café. O resultado final para cada lote, foi expresso pela média aritmética, com aproximação às décimas.

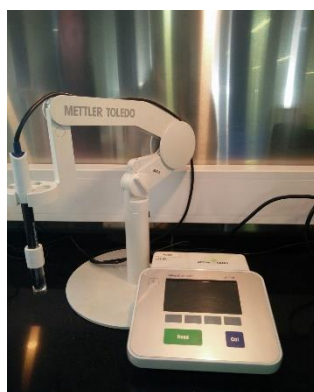


Figura 34. Potenciómetro Mettler-Toledo (Fonte: Kaffa, 2017).

3.4.2.3. Análise sensorial

A análise sensorial aos lotes de café encapsulado foi realizada em cabines de prova no laboratório da empresa Kaffa. As cabines individualizadas possuíam iluminação adequada e

lavatório (figura 35). Os testes sensoriais foram realizados pelo painel de provadores da empresa constituídos por dois provadores peritos e por três provadores qualificados.

Com recurso a máquinas de café em cápsulas, adequadas a cada sistema de encapsulamento, foram extraídas três a cinco bebidas para cada um dos 12 lotes de café em cápsula. Os parâmetros sensoriais foram avaliados de acordo com a Tabela de Classificação e Glossário de Análise Sensorial do café expresso (Pintão, 2014), adotado pela empresa e apresentado em Anexo I.

Os resultados das provas foram registados no impresso denominado por “Registo de Análise Sensorial” (Pintão, 2014), classificando numa escala de 0 a 5 cada atributo sensorial e registando no gráfico em forma de aranha (figura 36).



Figura 36. Cabine de prova para análise sensorial de café expresso (Fonte: Kaffa, 2017).



Figura 35. Modelo de registo do perfil sensorial de café expresso (Pintão, 2014).

3.5. Determinação de fenóis totais e atividade antioxidante do café

A determinação de fenóis totais e quantificação da atividade antioxidante do café moído encapsulado realizaram-se no laboratório de Farmacognosia e Química Orgânica, do Instituto Superior Ciências da Saúde Egas Moniz (ISCSEM), em maio de 2017.

Foram analisados os *blends* M, R e L com diferentes graus de moagem, todos produzidos na linha 9 e encapsulados em cápsulas do sistema gama (γ).

3.5.1. Concentração de fenóis totais

O conteúdo em fenóis totais foi determinado por adaptação do método de Rama Prabha e Vasantha (Prabha e Vasantha, 2011). Os fenóis sofrem uma reação complexa com o ácido fosfotúngstico-fosfomolibdico do reagente Folin-Ciocalteu em meio alcalino resultando um complexo azul de molibdénio-tungsténio.

Para cada blend, extraiu-se 40 ml de bebida em máquina de cápsulas com 19 bar, e preparou-se 3 amostras com uma diluição (1:100), permitindo uma absorvância na faixa da curva de calibração, preparada com ácido gálico.

As amostras foram preparadas em triplicado, um total de 9 tubos de ensaio rolhados, em que se juntou 250 μ l de amostra em etanol: água 2:1 (V/V) ao qual se adicionou 2,5 ml solução reagente de *Folin* (1:10 diluído em água) e 2 ml solução aquosa Na_2CO_3 1M. O branco foi realizado substituindo a amostra pelo solvente. Agitou-se os tubos no vortex e aguardou-se 15 minutos, após os quais se leu a absorvância a 765 nm no espectrofotómetro UV/VIS Lambda 25 Perkin-Elmer.

O cálculo dos fenóis totais em equivalente ácido gálico (GAE) foi realizado de acordo com a equação de ácido gálico (tabela 6).

Tabela 6. Curva de calibração: absorvância a 765 nm em função da concentração de ácido gálico (g/L).

Método de determinação fenóis totais	Equação ^a	Coefficiente de correlação (R^2)
FolinCiocalteu (765 nm)	$y = 0,0064x + 0,0179$	0,9992

^a $y = a + b \cdot x$ y = absorvância; x = concentração de ácido gálico.

3.5.2. Avaliação da atividade antioxidante

3.5.2.1. ABTS

O método de Ácido 2,2-azino-bis (3-etilbenzotiazolína-6-sulfónico) (ABTS) baseia-se na atividade de eliminação de radicais livres. O radical ABTS^+ forma-se após a oxidação do ABTS com o persulfato durante uma noite no escuro ($\lambda = 734$ nm). Quanto menor a absorvância da amostra maior a capacidade de eliminação dos radicais livres.

A determinação da capacidade antioxidante pelo método ABTS foi realizada de acordo com o método descrito por Zuleta *et al.*, 2009.

Para cada blend em estudo extraíram-se por expressão 40 ml de café numa máquina de café para cápsulas do sistema γ .

A solução concentrada de ABTS, preparada através da adição 10 ml de ABTS 7mM a 176 μ l de persulfato de potássio 140mM. A reação decorreu durante 12 horas, à temperatura ambiente e na ausência de luz. Após esse tempo de incubação foi diluída em etanol até atingir uma absorvância de 0,7 a 734 nm, medida no espectrofotómetro UV-VIS Lambda 25 PerkinElmer.

Adicionou-se 2850 μ l desta solução a 150 μ l de amostra etanol: água nas diluições 1:1000, 1:500, 1:200, 1:50. Procedeu-se de igual modo para os brancos etanol:água (80:20). As análises de cada amostra foram realizadas em duplicado.

A curva de calibração foi construída com padrões de *trolox* com concentrações de 20, 50, 100, 200 e 250 μ M em etanol:água (80:20) (tabela 7).

Os resultados são expressos em μ moles de trolox/g de café e a percentagem de inibição do radical é dada pela equação:

$$\%I = ((A_{\text{control}} - A_{\text{Amostra}}) \div A_{\text{control}}) \times 100$$

3.5.2.2. FRAP

O método de poder redutor férrico (FRAP) mede o efeito antioxidante de uma substância no meio de reação através da capacidade de redução de iões férricos (Fe^{3+}) a iões ferrosos (Fe^{2+}). A capacidade antioxidante é medida pela absorvância da solução resultante. Quanto maior a absorvância, maior a capacidade redutora. Este método de determinar a capacidade antioxidante do café foi realizado de acordo com o método Thaipong *et al.*, 2006.

Extraíram-se novamente as amostras de café através de uma máquina de café expresso para cápsulas do sistema γ .

Foi previamente preparada uma solução para o FRAP adicionando 25mL de tampão acetato 300mM pH=3,6 a 2,5mL de TPTZ 10mM em HCL 40mM e a 2,5mL de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 20mM. Esta solução foi aquecida a 37°C antes de ser utilizada. Pipetou-se a amostra diluída em 1/100 e 1/500. Juntou-se 2850 μ l da solução FRAP a 150 μ l de amostra de café e procedeu-se da mesma forma com os padrões e os respetivos brancos: um branco etanol:água (80:20) (V/V).

Após as amostras permanecerem em repouso no escuro durante 30 minutos efetuou-se as leituras da absorvância no comprimento de onda de 593 nm. Realizou-se cada ensaio em triplicado. A curva padrão foi construída com as soluções Trolox de 25 a 800 μ M em etanol: água (80:20) (V/V). Os resultados expressos em μ moles de trolox/g de café.

Tabela 7. Curvas de calibração: absorvência da percentagem de inibição a 734 nm e 593 nm em função da concentração de trolox.

Método de determinação da capacidade antioxidante	Equação	Coefficiente de correlação (R^2)
ABTS (734 nm)	$y = -0.0013x + 0.8298$	0.9958
FRAP (593 nm)	$y = 1.957E-03x - 1.744E-03$	0.9980

^a $y = a+bx$

$y =$ absorvência da percentagem de inibição; $x=$ concentração de trolox

4. APRESENTAÇÃO E DISCUSSÃO DE RESULTADOS

4.1. Avaliação da distribuição e dimensão das partículas de café moído em diferentes sistemas analíticos

4.1.1. Estudo da pré-moagem

A pré-moagem é uma operação unitária que se aplica nesta empresa a constituição do *blend* de café torrado. Esta operação visa quebrar os grãos de café torrado em partes mais pequenas, tornando o processo de desgaseificação do café mais eficaz diminuindo a percentagem de gases retidos que se libertarão posteriormente na fase de moagem do café.

A avaliação granulométrica do lote de café torrado pré-moído, efetuada na torre de crivos Analysette 3 Spartan Pulverisette Frisch (A3) apresentou mais de 70,5 % das partículas com dimensão superior a 1000 μm (tabela 8).

O café pré-moído apresentou distintas distribuições de partículas quando aplicadas diferentes distâncias (0,5; 1, 2, > 2mm) entre os rolos do moinho (figura 37).

Tabela 8. Avaliação da distribuição das partículas de café pré-moído com diferentes distâncias entre rolos (0,5; 1; 2 e > 2 mm).

Crivos (μm)	Distância entre rolos			
	0,5 mm	1 mm	2 mm	> 2 mm
< 250	2,9 \pm 1,0	1,5 \pm 0,5	1,0 \pm 0,5	0,2 \pm 0,1
250 - 500	6,6 \pm 0,5	1,8 \pm 0,2	1,1 \pm 0,5	0,2 \pm 0,1
500 - 1000	20,0 \pm 4,5	7,0 \pm 0,1	2,9 \pm 0,5	0,2 \pm 0,1
> 1000	70,5 \pm 0,1	89,7 \pm 0,1	95,0 \pm 0,0	99,4 \pm 0,1

n= 2 ensaios por lote de café pré-moído

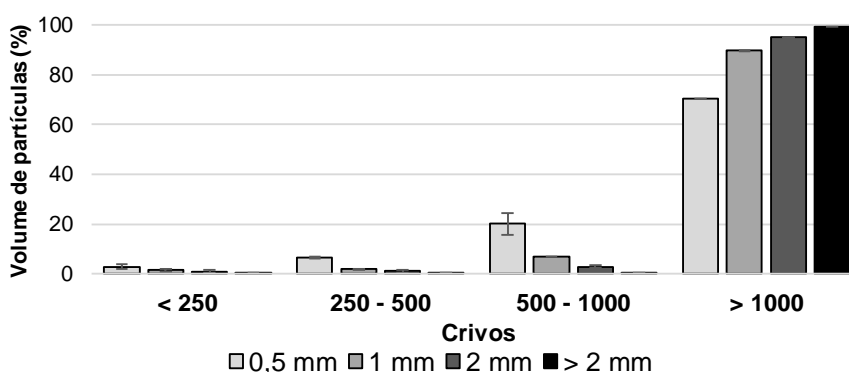


Figura 37. Distribuição das partículas de café torrado pré-moído, em moinho de rolos, com diferentes distâncias entre rolos (0,5; 1; 2 e > 2 mm) (n=2).

O café pré-moído numa menor distância entre rolos (0,5 mm) detém 20,0 % das partículas abaixo de 500 μm , enquanto o café pré-moído numa maior distância entre rolos (> 2mm) possui apenas 0,2 % das partículas abaixo dessa dimensão. Este estudo contribui para a definição da

granulometria ideal para promover a desgaseificação sendo acompanhado da avaliação da libertação de voláteis nomeadamente o dióxido de carbono (CO₂).

A avaliação da pré-moagem com o analisador de partículas por difração a laser, Analysette 22 Microtec Plus (A22), não é adequada, embora teoricamente de acordo com a informação do fornecedor permita quantificar partículas de café com dimensões até 2000 µm, ao se introduzir a amostra de café pré-moído no módulo de dispersão gerou erros de leitura. Estes erros são consequência da dimensão limitada do orifício de escoamento, resultando no entupimento da câmara de admissão da amostra e ainda o elevado nível de obscurecimento do feixe ("beam obscuration") que toma valores superiores a 15 % inadequados à leitura. Além disso foram necessários vários ciclos de limpeza para a eliminação completa das partículas de grande dimensão levando a maior gasto do álcool isopropílico.

A utilização dos dois sistemas permitiu concluir que a torre de crivos (A3) permite avaliar a granulometria dos cafés pré-moído com dimensões superiores a 1000 µm eficazmente e que o método por difração a laser neste equipamento não é adequado para este tipo de granulometria. A avaliação da distribuição das partículas permitiu caracterizar a pré-moagem correlacionando uma menor distância entre rolos com uma moagem mais fina de forma a reduzir o tempo de desgaseificação e dessa forma otimizar as fases posteriores de produção de café encapsulado.

4.1.2. Comparação dos sistemas de análise de partículas após moagem

A avaliação da distribuição e dimensão de partículas dos *blends* M, R e L, na fase seguinte após moagem em moinho de discos e encapsulamento em diferentes linhas, foi igualmente efetuada e comparada por peneiração e por difração a laser.

Analisou-se pelos dois métodos a distribuição de partículas do mesmo lote de cada *blend* estudado, produzido nas linhas 4 e 9, com várias repetições (n=8-12) tendo-se obtido diferentes padrões de distribuições de partículas e marcante diferença entre métodos (figura 38).

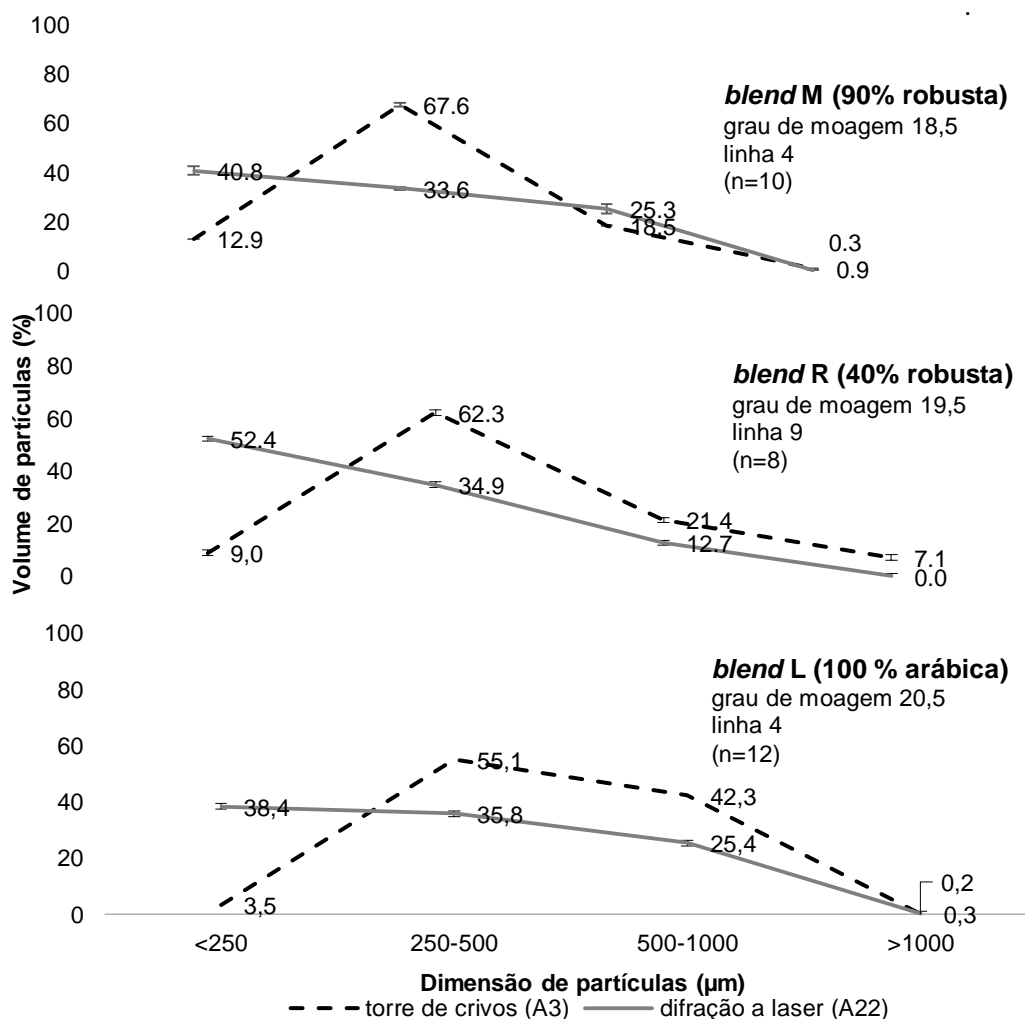


Figura 38. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L por torre de crivos e por difração a laser (n=30).

Com a torre de crivos A3 o *blend* M, na gama de dimensão inferior a 250 µm apresentou cerca de quatro vezes menos partículas ($12,9 \pm 0,1$ %) do que com o analisador de partículas A22 ($40,8 \pm 1,6$ %). Esta diferença é consequência da compactação de partículas verificada ao nível do crivo 250 µm, não permitindo quantificar corretamente partículas de menores dimensões, gerando um aumento das frações superiores. Apesar do *blend* R e L terem sido produzidos com diferentes graus de moagem, diferentes linhas e com proporções de robusta e arábica distintas

do *blend* M apresentaram a mesma tendência de aumento de partículas finas nos crivos superiores.

O *blend* R e L apresentaram a mesma tendência de aumento de partículas finas nos crivos superiores quando avaliados com a torre de crivos. Apesar de terem sido produzidos com diferentes graus de moagem, diferentes linhas e com proporções de robusta e arábica distintas do *blend* M. O *blend* R quando analisado no A3 apresentou $9,0 \pm 0,2$ % das partículas abaixo de $250 \mu\text{m}$ e cerca de 5 vezes mais ($52,4 \pm 1,9$ %) quando analisado por difração a laser no A22. Relativamente ao *blend* L a diferença foi ainda maior pois verificou-se que quando avaliado na torre de crivos apenas $3,5 \pm 1,0$ % das partículas tinham dimensão inferior a $250 \mu\text{m}$ contra cerca de 10 vezes mais ($38,4 \pm 0,3$ %) verificados através do A22.

Estes resultados indicam que a análise por difração a laser é mais precisa para analisar a distribuição das partículas sobretudo abaixo de $500 \mu\text{m}$, e para *blends* com maior teor de cafés arábica (R e L) e em consequência confere maior rigor e exatidão aos padrões de partículas obtidos. Ao contrário este sistema de peneiração (A3) poderá ser mais adequado na avaliação da distribuição das partículas de café pré-moído ou para moagens mais grossas e carece de rigor e capacidade de separação nas gamas que interessa estudar no café expresso.

Segundo Bowen (2002) o método de peneiração é mais demorado (20-60 min) do que o método de difração a laser (< 20 min), e possui uma gama de medição mais adequada a partículas de grandes dimensões ($37-8000 \mu\text{m}$) por oposição a difração a laser ($0,5-1800 \mu\text{m}$) apropriada para partículas de menores dimensões. O mesmo autor indica que a determinação da distribuição e dimensão das partículas com recurso à peneiração por via seca torna-se difícil abaixo de $50 \mu\text{m}$. Neste trabalho ficou evidenciado que a limitação, pelo menos sem recurso a fluxo de ar, ocorre logo a partir dos $250 \mu\text{m}$. Esta limitação é consequência de o diâmetro da malha do crivo ser o tamanho mínimo pelo qual a partícula poderá passar, o que significa que as malhas de pequenas dimensões poderão proporcionar a compactação das partículas, gerando maiores dificuldades e erros de medição.

Outro aspeto a ter em conta, no sistema de crivos, passa pela correta limpeza e manuseamento dos crivos, evitando a deformação das malhas que ocorre ao longo do tempo, que vai originando maiores causas de erro, para que este sistema possa determinar com precisão a dimensão das partículas de café moído. Estes resultados indicam que a análise por difração a laser é mais adequada para a distribuição das partículas abaixo de $500 \mu\text{m}$ ao contrário da torre de crivos que aparenta ser mais adequada na avaliação da distribuição das partículas de café pré-moído ou para moagens mais grossas.

Relativamente à comparação dos três *blends* estudados, por difração a laser, nesta experiência todos os produtos foram produzidos com diferentes moagens, mas nota-se uma semelhança entre o padrão de partículas do M e R, com moagens próximas (18,5 e 19,5 respetivamente), apesar de produzidos em linhas diferentes e uma diferença no *blends* R e L produzidos em diferentes linhas e com moagens mais diferentes (18,5-20,5). No L verifica-se maior teor de partículas de maior dimensão ($500-1000 \mu\text{m}$), o que se justifica pela maior distância entre os discos (grau de moagem) o que mostra que este parâmetro é mais marcante do que a

composição do *blend*, a cápsula ou a linha de encapsulamento. É também nesta gama que as diferenças entre os dois métodos analíticos, no *blend* L, com mais arábica e maior abertura entre os discos, é mais visível do que nos outros *blends*.

4.2. Aplicabilidade da técnica de difração a laser

O método de difração a laser é amplamente utilizado na medição da distribuição das partículas para diferentes produtos, e a utilização deste método em café moído não é exceção, tal como descrevem alguns artigos científicos (Uman *et al.*, 2016). Os autores utilizaram o analisador de partículas por difração a laser Beckman Coulter LS13 320MW e verificaram que a técnica de difração a laser é a mais eficaz em avaliar a influência da temperatura na dimensão das partículas de café torrado moído.

A análise da distribuição e dimensão das partículas de café moído encapsulado por difração a laser, com o recurso ao equipamento Analysette 22 Microtec Plus Fritsch (A22) decorreu na Galvão & Noronha entre outubro de 2016 e maio de 2017, pode ser considerada uma das pioneiras em Portugal com este equipamento e meio de dispersão (álcool isopropílico).

Apesar de ter sido garantida a reprodutibilidade dos resultados pelo fabricante do equipamento, no início deste estudo, encontrou-se elevada variabilidade para a maioria dos *blends* (CV > 30 %) tanto entre diferentes cápsulas como mesmo quando analisada uma só cápsula de café.

De forma a garantir condições de repetibilidade e reprodutibilidade foi necessário otimizar o procedimento do analisador de partículas (A22) e estudar aplicabilidade da técnica de difração a laser para a caracterização dos cafés moídos e a distinção entre os produtos obtidos nas várias moagens, linhas e/ou sistemas de cápsulas.

O estudo da reprodutibilidade (outubro a dezembro 2016) foi efetuado em 5 fases distintas e envolveu a análise de cerca de 500 cápsulas explorando vários métodos de recolha de amostra, diferentes pesos de amostra, formas e tempos de introdução na câmara de admissão do A22 e acabou por permitir atingir variabilidade reduzida, CV= 0,5-10 % (tabela 9) e otimizar e estabelecer um procedimento adequado ao controlo de qualidade da Kaffa.

Tabela 9. Evolução do estudo de reprodutibilidade do analisador de partículas por difração a laser (A22) e consequente variabilidade de resultados (CV %).

Fases	Local de recolha da amostra	Amostragem				
		Preparação da amostra		Peso (mg)	n *	CV (%)
1 ^a	Doseador do moinho	s/divisor	s/homogeneizar	75, 80, 100	100	>30
2 ^a	Cápsula	s/divisor	s/ homogeneizar	75, 80, 100	300	>30
3 ^a	Cápsula	s/divisor	c/homogeneização	73 ± 0,2	200	>15
				100 ± 5,0	100	>20
				200 ± 5,0	100	>30
4 ^a	Cápsula	c/ divisor	c/ homogeneização	93 - 170	54	2-12
5^a	Cápsula	s/divisor	c/ homogeneização	86 ± 0,5	238	0,5-10

*n = número total de testes = 3 cápsulas por lote x 3-10 ensaios.

Na 1ª fase dos testes efetuou-se a recolha da amostra de café moído diretamente à saída do moinho, após a moagem e antes do encapsulamento, e constatou-se elevada variabilidade (CV > 30 %). Na 2ª fase do estudo, a amostra era retirada da parte superior de cada cápsula e verificaram-se resultados semelhantes.

De seguida o café contido em cada cápsula foi homogeneizado com auxílio de uma colher e a variabilidade registada diminuiu (15 % < CV > 30 %). No entanto para a maioria dos ensaios ainda apresentou variabilidade elevada. Nesta fase 3 testou-se a influência do peso de café moído na variabilidade dos resultados, obtendo-se menor variabilidade quando introduzidas 73 mg de café moído no módulo de leitura do A22 do que quando utilizadas 100 ou 200 mg.

Na fase 4, recorreu-se ao divisor de amostras Laborette 27 Fritsch para dividir em 8 partes iguais as 5,5-7,0 g de café moído de cada cápsula, comparando-se com cápsulas dos mesmos lotes sem recurso ao divisor. Nesta fase a variabilidade geral foi baixa (CV=2-12 %), contudo não foi constante para a maioria dos lotes estudados e sobretudo para os *blends* com mais robusta. As amostras divididas não apresentavam menor variabilidade do que as obtidas sem divisor. Este estudo levou à compreensão da não utilidade do equipamento auxiliar de divisão, proposto pelo fornecedor Fritsch para resolver a falta de reprodutibilidade, mas permitiu perceber que o peso ideal para a amostra era de cerca de 86 mg. Este valor é resultado da divisão, de 5,5 g do café contido em cada cápsula, em 8 partes iguais e dessa divisão, novamente dividir em 8 partes, proporcionando uma variabilidade reduzida e um valor de “beam obscuration” constante e sempre dentro da percentagem ideal (< 15 %).

A perceção da necessidade de uma quantidade constante de amostra para este produto, encontrada neste estudo, não vai ao encontro das diretivas iniciais de funcionamento do equipamento Fritsch, que em teoria permitiriam uma amostra de teor variável que não exigiria pesagem. O tempo necessário para efetuar a pesagem das amostras é compensado pela menor necessidade de efetuar repetições excessivas para encontrar resultados semelhantes. Poderá ser assim para vários produtos, mas a heterogeneidade e características angulares com que o café se fragmenta, e ainda a diferença de fragmentação percecionada relativamente aos cafés robusta e arábica, leva a que a adaptação deste equipamento ao produto café só seja possível mantendo o nível de obscurecimento do feixe constante, o que se consegue através da pesagem de uma amostra em concentração ideal como demonstrado.

Na 5ª e última fase passou-se então a proceder à homogeneização das amostras numa taça de vidro e pesagem $86 \pm 0,5$ mg de café moído, sem recorrer ao divisor de amostras, que demonstrou ser eficaz e adequada a obter resultados úteis para a caracterização de *blends* e sua comparação e distinção eficaz apenas com 2-3 leituras. O procedimento adotado nesta fase, em que se passou a obter a variabilidade mais reduzida (CV=0,5-10%) foi registado e utilizado futuramente em todos os *blends* e lotes considerados para este estudo e no controlo de qualidade da Kaffa. Nas fases iniciais, o tempo e a forma de lançamento também foram investigados, verificando-se que o valor do obscurecimento do feixe (beam obscuration) era menor (< 15%) quando a amostra era introduzida no recetáculo do A22 de forma gradual, 5 segundos após surgir a indicação “Enter Sample Dilution” pelo que se padronizou igualmente essa abordagem.

Ao longo das fases, o tempo e a forma de lançamento também foram investigados, verificando-se que o valor do “beam obscuration” era menor (< 15%) quando a amostra foi introduzida no recetáculo do A22 de forma gradual, 5 segundos após surgir a indicação “Enter Sample Dilution”. Durante a análise de partículas de café moído no A22, de acordo com este procedimento verificou-se que o “beam obscuration” oscilou entre 8 – 12 %, permitindo a correta quantificação da dimensão das partículas de café moído por parte do detetor e eliminando os problemas encontrados inicialmente.

4.3. Estudo da distribuição e dimensão das partículas de café encapsulado por difração a laser

4.3.1. Caracterização da distribuição de partículas nos produtos finais

Após a otimização e definição do procedimento iniciou-se o estudo da distribuição e dimensão das partículas de café moído encapsulado propriamente dito. A moagem do café teve como principal objetivo transformar os grãos de café torrados em café moído, de forma a aumentar a área de contacto entre as partículas de café e a água quente no momento da extração. O processo de moagem é fundamental na obtenção de um café de qualidade, contudo tem vindo a ser otimizada através da prova de café. A análise da dimensão das partículas e sua distribuição na faixa de 0,01 a 1000 μm é fundamental para uma ampla variedade de processos industriais e a produção de café moído não é exceção.

Vários estudos indicam que a distribuição da dimensão das partículas de café está relacionada com as alterações da área superficial, ou seja, partículas de menores dimensões geram uma maior taxa de absorção de água, tempo de extração superior e maior arrastamento dos compostos solúveis. Por esta razão, a investigação da distribuição das partículas de café moído é fundamental na otimização e padronização da moagem para os diferentes produtos.

A determinação da distribuição das partículas efetuada durante o período total do estágio (outubro 2016 a maio 2017) permitiu efetuar uma caracterização dos diferentes *blends* M, R e L produzidos nesse período independentemente da linha de produção ou do grau de moagem aplicado, considerando apenas a proporção de robusta e arabica de cada *blend* (figura 39).

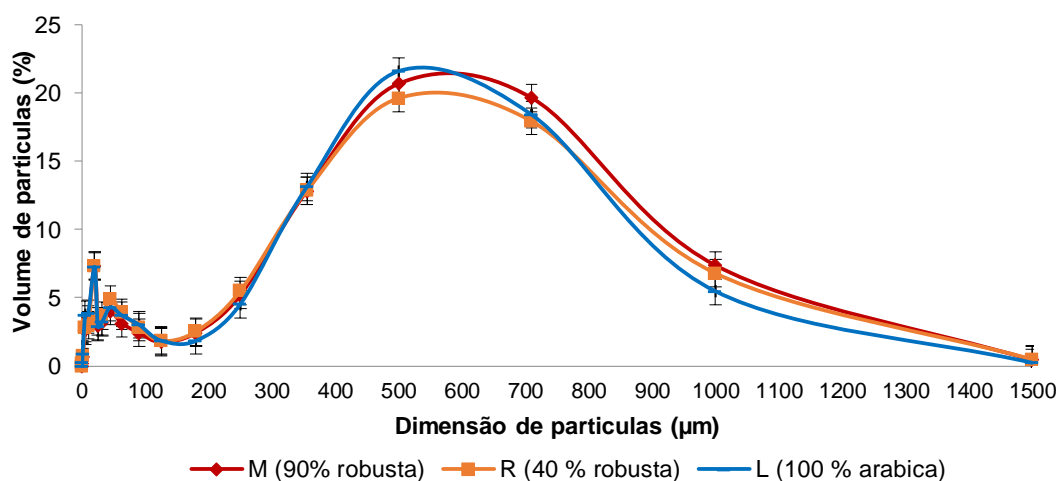


Figura 39. Distribuição e dimensão média das partículas dos blends M, R e L (n=238).

Verificou-se que os 3 *blends* estudados apresentam por difração a laser uma distribuição de bimodal de padrão geral característica do produto com uma fração de partículas muito pequenas inferiores a 100 μm (vulgarmente conhecida nesta indústria como micro-pó).

Abaixo de 250 μm os *blends* apresentaram semelhanças, possuindo o *blend* R maior percentagem de partículas pequenas ($44,7 \pm 1,8$ %), seguido do *blend* L ($41,1 \pm 4,7$ %) e do *blend* M ($39,4 \pm 1,3$ %). Constataram-se ligeiras diferenças sobretudo a partir da gama 500 μm ,

com o blend M a apresentar maior percentagem de partículas entre 500 e 1000 μm ($24,8 \pm 0,3$ %) seguido do *blend* L ($24,5 \pm 1,0$ %) e do *blend* R com $21,5 \pm 0,5$ %. Nas partículas grandes ($> 1000 \mu\text{m}$), o *blend* M apresentou um teor ligeiramente superior.

Estes resultados sugerem que a moagem aplicada aos blends com maior proporção de robusta origina menor percentagem de partículas pequenas ($<250 \mu\text{m}$) e maior percentagem de partículas 500-1000 μm .

De uma forma mais específica e realista a análise por difração a laser foi utilizada para caraterizar os *blends* segundo as diferentes condições de produção, nomeadamente diferentes graus de moagem, diferentes linhas e diferentes sistemas de cápsulas (α, β, γ) (figura 40).

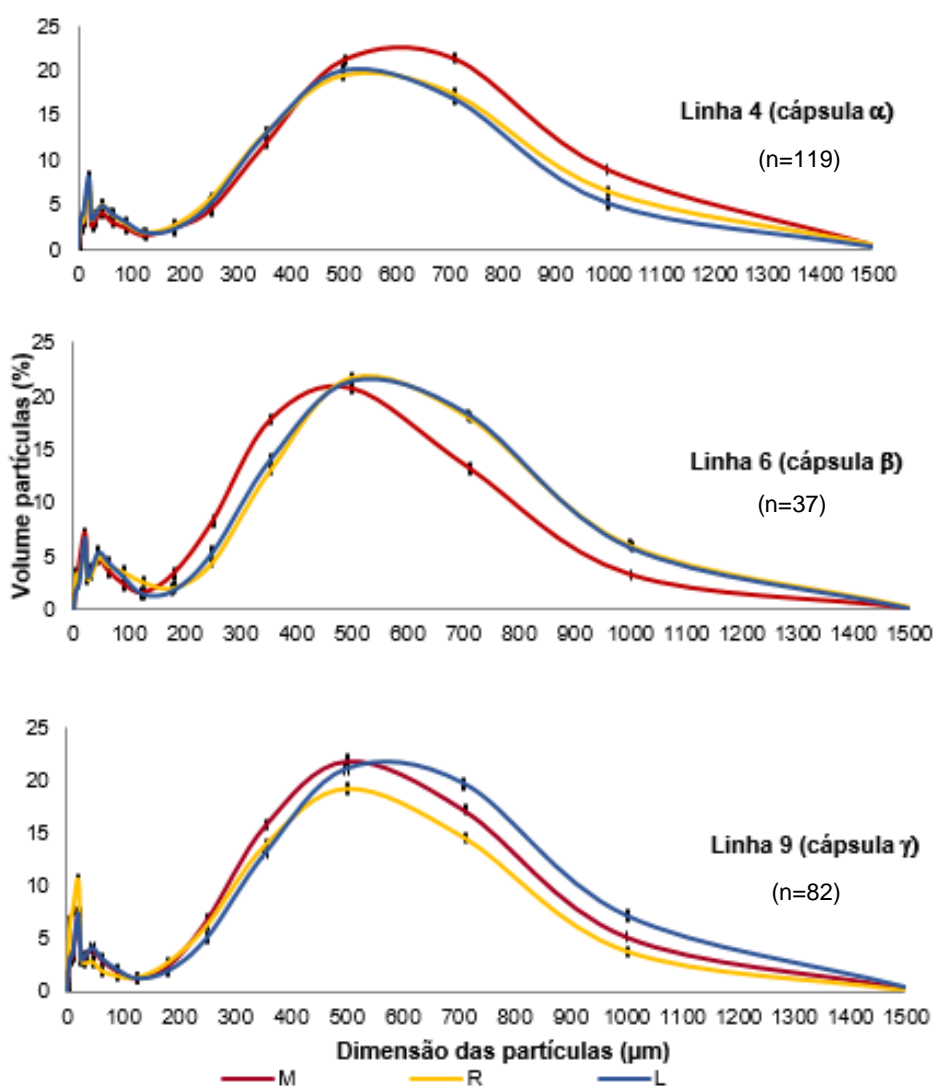


Figura 40. Distribuição e dimensão média das partículas dos blends M, R e L em 3 diferentes sistemas de cápsulas (α, β, γ)

Observam-se diferentes padrões de distribuição de partículas dos vários blends nas diferentes linhas e sistemas de produção. Verificou-se que o *blend* M, produzido na linha 4, apresentou em média mais partículas acima de 500 μm (20,5 %) do que os *blends* R e L que apresentaram valores próximos (17,4 % e 17,7 %), no entanto na linha 6 o *blend* M apresentou 13,0 % das

partículas nessa gama e os *blends* R e L, com maior proporção de arábica apresentaram respectivamente 17,9 e 18,2 %. Em ambas as linhas os *blends* R e L tem distribuição idêntica. Na linha 9 os resultados foram dispare dos anteriormente apresentados, verificando-se diferenças entre os 3 *blends*. Neste caso o *blend* L apresentou maior percentagem de partículas acima de 500 µm ($19,3 \pm 2,2$ %) seguido do M com $17,4 \pm 3,8$ % e R com $14,5 \pm 1,7$ % (tabela 10).

Sendo difícil por visualização e comparação das curvas médias dos *blends* analisar as semelhanças e diferenças entre os vários produtos nas varias condições, para avaliar a significância destes resultados, foi aplicada a análise multivariada da variância (MANOVA) pelo teste Fisher LSD. Entre os 238 testes efetuados esta análise permitiu comparar a variável categórica (*blend*/linha) e determinar se existem diferenças significativas ($p \leq 0,05$) nas várias gamas de partículas. Para letras diferentes (a, b, c) os valores entre as várias linhas têm diferenças significativas e para letras iguais não existem diferenças significativas e os resultados consideram-se idênticos.

Após aplicação do teste Fisher LSD no programa estatístico R verificaram-se diferenças significativas (tabela 10) (letras diferentes - quadrados com fundo branco) demonstrando semelhanças entre os produtos da linha 4 e 6 (letras iguais – quadrados de fundo cinza escuro) e maiores diferenças na linha 9 que corroboram as diferenças analisadas na figura 41.

Tabela 10. Análise de variância e dimensão das partículas (µm) dos *blends* M, R e L por difração a laser (n=238).

		Volume acumulado de partículas (%)					
	n	<125 µm	125-250 µm	250-500 µm	500-710 µm	710-1000 µm	>1000 µm
M4	48	30,4 ± 1,9 ^b	7,1 ± 1,4 ^b	33,2 ± 1,9 ^b	20,5 ± 2,3 ^a	8,2 ± 2,2 ^a	0,4 ± 0,3 ^a
M6	14	33,7 ± 1,4 ^a	11,7 ± 5,0 ^a	38,3 ± 1,1 ^a	13,1 ± 4,3 ^c	3,0 ± 1,9 ^c	0,0 ± 0,0 ^c
M9	34	30,6 ± 3,0 ^b	8,9 ± 1,9 ^c	37,4 ± 2,7 ^a	17,4 ± 3,8 ^b	5,3 ± 3,1 ^b	0,2 ± 0,0 ^b
R4	29	35,1 ± 4,6 ^b	8,3 ± 3,2 ^a	32,8 ± 2,1 ^a	17,4 ± 5,5 ^a	6,1 ± 3,8 ^a	0,4 ± 0,4 ^a
R6	12	34,5 ± 1,0 ^b	6,5 ± 1,1 ^b	34,6 ± 1,5 ^a	17,9 ± 0,0 ^a	6,0 ± 0,3 ^a	0,3 ± 0,1 ^a
R9	24	38,9 ± 7,6 ^a	9,0 ± 1,5 ^a	33,4 ± 4,8 ^a	14,5 ± 1,7 ^b	3,8 ± 1,1 ^b	0,1 ± 0,0 ^b
L4	42	36,3 ± 3,7 ^a	6,7 ± 1,9 ^a	33,3 ± 3,7 ^b	17,7 ± 2,8 ^b	5,6 ± 2,3 ^b	0,3 ± 0,2 ^{ab}
L6	11	33,1 ± 0,8 ^b	7,2 ± 0,4 ^a	35,4 ± 0,7 ^a	18,2 ± 0,7 ^{ab}	5,8 ± 0,6 ^{ab}	0,2 ± 0,1 ^b
L9	22	31,8 ± 1,9 ^b	7,0 ± 1,3 ^a	34,5 ± 2,6 ^{ab}	19,3 ± 2,2 ^a	6,9 ± 1,9 ^a	0,4 ± 0,2 ^a

Os resultados correspondem à média ± desvio padrão. As diferentes letras (a,b,c) indicam diferenças significativas ($p \leq 0,05$) entre os *blends* M, R e L produzidos nas linhas 4, 6 e 9 entre novembro 2016 e abril 2017). Quadrado fundo branco = diferenças significativas; quadrado fundo cinza claro=semelhantes; quadrado fundo cinza escuro=não há diferenças significativas.

O *blend* M apresentou diferenças significativas quando produzido em diferentes linhas na maioria dos intervalos de partículas (tabela 10). Estas diferenças traduzem uma maior heterogeneidade na fragmentação deste *blend* mesmo nas linhas 4 e 6.

Os *blends* R e L, produzidos em todas as linhas, não apresentaram diferenças significativas na maioria dos intervalos de partículas, o que significa que a distribuição das partículas destes produtos é semelhante mesmo quando produzidos em diferentes linhas. Verificou-se que o *blend*

R é mais semelhante, em todas as linhas de produção, no intervalo de partículas 250-500 μm e o L mais semelhante na gama 125-250 μm (quadrado cinza escuro) (tabela 10).

Verificou-se que o blend R é mais semelhante no intervalo de partículas 250-500 μm e o L mais semelhante na gama 125-250 μm (quadrado cinza escuro) (tabela 10).

Para determinar as semelhanças e/ou diferenças significativas entre *blends* M, R e L, produzidos na mesma linha, mesmo sistema de cápsulas, para todos os intervalos de partículas (μm) foi realizado o teste Tukey HSD para um nível de confiança de 95%.

Considera-se que as médias entre *blends* são iguais quando valor-p é 1, semelhantes quando próximo de 1 e com diferenças significativas quando valor-p < 0,05. Analisando por exemplo a gama de partículas 500-710 μm verificou-se que os *blends* R e L são semelhantes na linha 4 e o *blend* M é distinto quer de L quer de R (tabela 11).

Tabela 11. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 500-710 μm dos *blends* M, R e L, produzidos na linha 4. Teste *Tukey HSD* ($p < 0,05$).

	Diferença	Valor mínimo	Valor máximo	Valor-p
M4-L4	2,76	0,99	4,53	0,0009
R4-L4	-0,65	-2,65	1,358	0,7239
R4-M4	3,41	-5,30	-1,52	0,0001

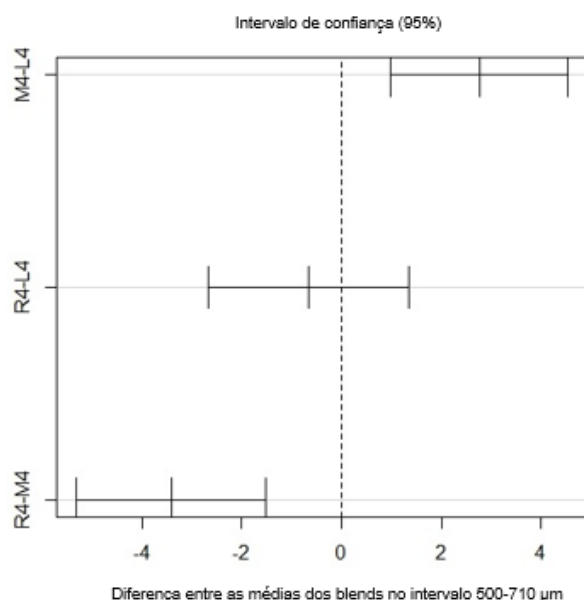


Figura 41. Diferenças entre os blends M, R e L na gama de partículas 500-710 μm , produzidos na linha 4. (Tukey HSD ($p < 0,05$)).

Relativamente à linha 6 (figura 42) verificou-se a mesma tendência de semelhança entre R e L, no entanto o nível de diferenças entre os blends é maior do que na linha 4.

Tabela 12. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 500-710 μm dos *blends* M, R e L, produzidos na linha 6. Teste *Tukey HSD* ($p < 0,05$).

	Diferença	Valor mínimo	Valor máximo	Valor-p
M6-L6	- 5,15	-8,07	-2,23	0,0003
R6-L6	1,67	-1,25	4,58	0,3536
R6-M6	6,81	4,08	9,56	0,0000

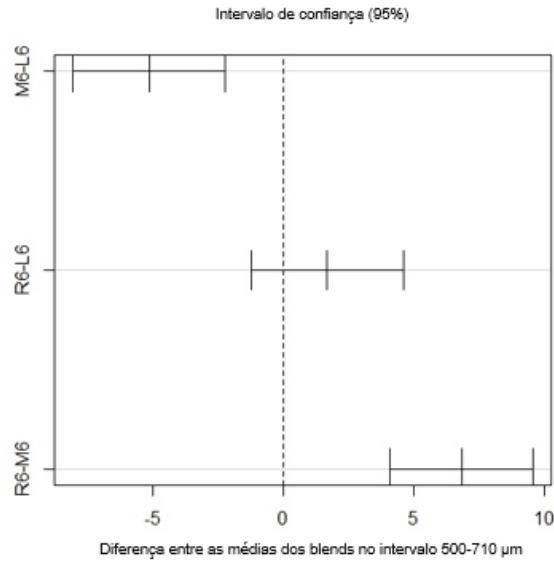


Figura 42. Diferenças entre os blends M, R e L na gama de partículas 500-710 μm , produzidos na linha 6. (*Tukey HSD* ($p < 0,05$)).

No caso da linha 9 (tabela 13) verificou-se maior similitude do *blend* M com o *blend* L (valor-p = 0,88) do que o *blend* R com L (R9-L9) e R com M (R9-M9). Estes resultados são contraditórios aos anteriormente apresentados, em que as menores diferenças verificaram-se entre o *blend* R e L com maior proporção de arábica.

Tabela 13. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 500-710 μm , dos *blends* M, R e L, produzidos na linha 9. Teste *Tukey HSD* ($p < 0,05$).

	Diferença	Valor mínimo	Valor máximo	Valor-p
M9-L9	0,27	-1,05	1,59	0,8758
R9-L9	-4,66	-6,05	-3,25	0,0000
R9-M9	-4,93	-6,27	-3,59	0,0000

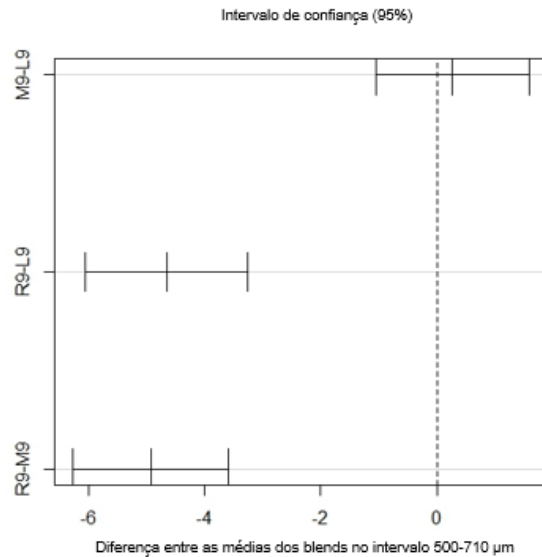


Figura 43. Diferenças entre os blends M, R e L na gama de partículas 500-710 µm, produzidos na linha 9. (Tukey HSD ($p < 0,05$)).

Recorreu-se novamente à análise da variância, pelo teste Fisher LSD ($p \leq 0,05$) com o intuito de apurar se para a linha 9 e num determinado grau de moagem na linha 9 as diferenças significativas entre os *blends* M, R e L se confirmam.

Na linha 9 e para grau de moagem 22, os *blends* M e R apresentam semelhanças na distribuição das partículas, apresentando similitude nas frações de partículas grandes ($> 500 \mu\text{m}$) (tabela 14). Estes resultados sugerem que o grau de moagem 22 tende a originar partículas de maiores dimensões nos blends com maior percentagem de robusta. Os *blends* M, R e L com grau de moagem 23 apresentaram diferenças significativas, à exceção do *blend* R e L na gama 125-250 µm (tabela 14).

Tabela 14. Análise de variância e dimensão das partículas (µm) dos *blends* M, R e L linha 9, grau de moagem 22 e 23 (n=46).

Blend_moag	n	Volume acumulado de partículas (%)						
		< 125 µm	125-250 µm	250-500 µm	500-710 µm	710-1000 µm	>1000 µm	
M	22	6	31,4 ± 0,1 ^b	9,3 ± 0,1 ^a	39,2 ± 0,2 ^a	15,7 ± 0,2 ^b	4,3 ± 0,0 ^b	0,1 ± 0,0 ^b
R	22	10	33,3 ± 1,3 ^a	9,3 ± 0,9 ^a	36,8 ± 0,4 ^b	16,3 ± 1,2 ^b	4,3 ± 0,7 ^b	0,1 ± 0,0 ^b
L	22	8	30,6 ± 1,2 ^b	5,4 ± 0,5 ^b	32,6 ± 0,5 ^c	21,8 ± 0,9 ^a	9,0 ± 0,9 ^a	0,6 ± 0,1 ^a
M	23	8	25,9 ± 0,5 ^c	5,8 ± 0,4 ^b	32,9 ± 0,4 ^a	23,9 ± 0,5 ^a	10,8 ± 0,3 ^a	0,9 ± 0,1 ^a
R	23	6	49,8 ± 1,4 ^a	7,4 ± 0,5 ^a	26,3 ± 1,2 ^c	12,8 ± 0,1 ^c	3,7 ± 0,3 ^c	0,1 ± 0,0 ^c
L	23	8	33,3 ± 1,0 ^b	7,8 ± 0,7 ^a	32,1 ± 0,3 ^b	19,2 ± 0,9 ^b	7,2 ± 0,6 ^b	0,4 ± 0,1 ^b

Os resultados correspondem à média ± desvio padrão. As diferentes letras (a,b,c) indicam diferenças significativas ($p \leq 0,05$) entre *blends*. Quadrado fundo branco = diferenças significativas; quadrado fundo cinza escuro = não existem diferenças significativas.

Pelo teste *Tukey HSD* (95% nível de confiança), confirmou-se que os *blends* M e R, da linha 9, com grau de moagem 22, respetivamente M922 e R922, apresentam uma distribuição de partículas estatisticamente equivalente nos intervalos 125-250, 500-710, 710-1000 e > 1000 μm (tabela 14). Os *blends* M e R apresentaram valor-p próximo de 1 e diferenças reduzidas (-0,02), enquanto que o *blend* L apresentou valor-p inferior ao nível de significância ($0,00 < 0,05$) e diferenças na ordem dos 3,9% (tabela 15). Estes pressupostos indicam que não existem diferenças significativas entre os *blends* M e R, uma vez que o nível de diferença é baixo e que o *blend* L é diferente dos *blends* M e R (figura 44).

Tabela 15. Comparação entre o volume acumulado de partículas (%), na gama 125-250 μm nos blends M, R e L, linha 9, grau de moagem 22. Teste *Tukey HSD* ($p < 0,05$).

	Diferença	Valor mínimo	Valor máximo	Valor-p
M922-L922	3,93	2,99	4,86	0,0000
R922-L922	3,91	3,08	4,72	0,0000
R922-M922	-0,02	-0,91	0,87	0,9982

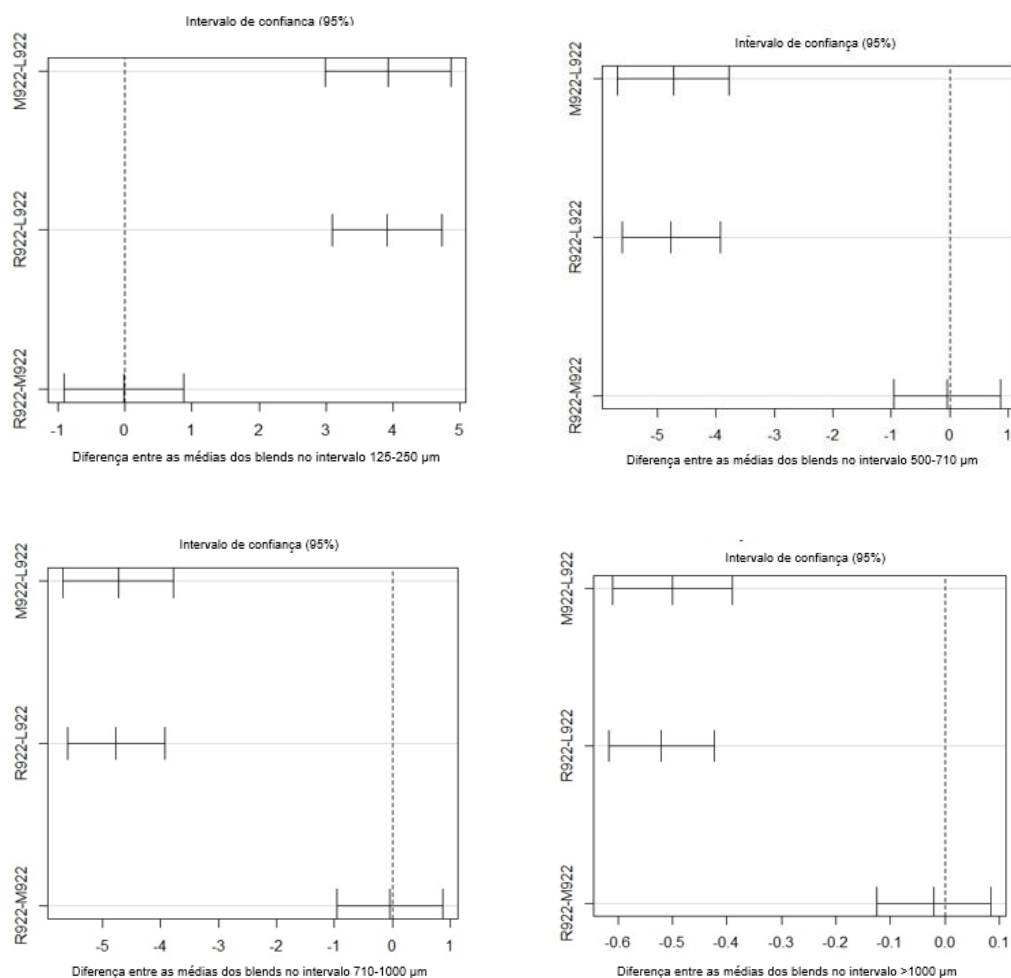


Figura 44. Representação gráfica dos resultados do teste *Tukey HSD* ($p < 0,05$) na gama partículas 125-250, 500-710, 710-1000 μm , >1000 μm , nos blends M, R e L produzidos na linha 9, grau de moagem 22.

4.3.2. Comparação entre linhas de encapsulamento

Atualmente um dos maiores desafios das empresas passa por padronizar os produtos e otimizar a produção dos mesmos. A moagem do café, tal como foi referido anteriormente, é ajustada com base na experimentação e tendo em conta as características do produto.

Um dos principais objetivos da produção de café em cápsulas passa pela necessidade de atribuir o mesmo grau de moagem em todas as linhas, e o conhecimento da distribuição das partículas permitirá verificar a influência das varias linhas para cada produto.

Para analisar o mesmo blend em diferentes linhas selecionaram-se as linhas 4 e 9 para os *blends* M, R e L com grau de moagem 20, 22 e 23 respetivamente, e verificaram-se maiores diferenças no intervalo de partículas 500-1000 μm (figura 45).

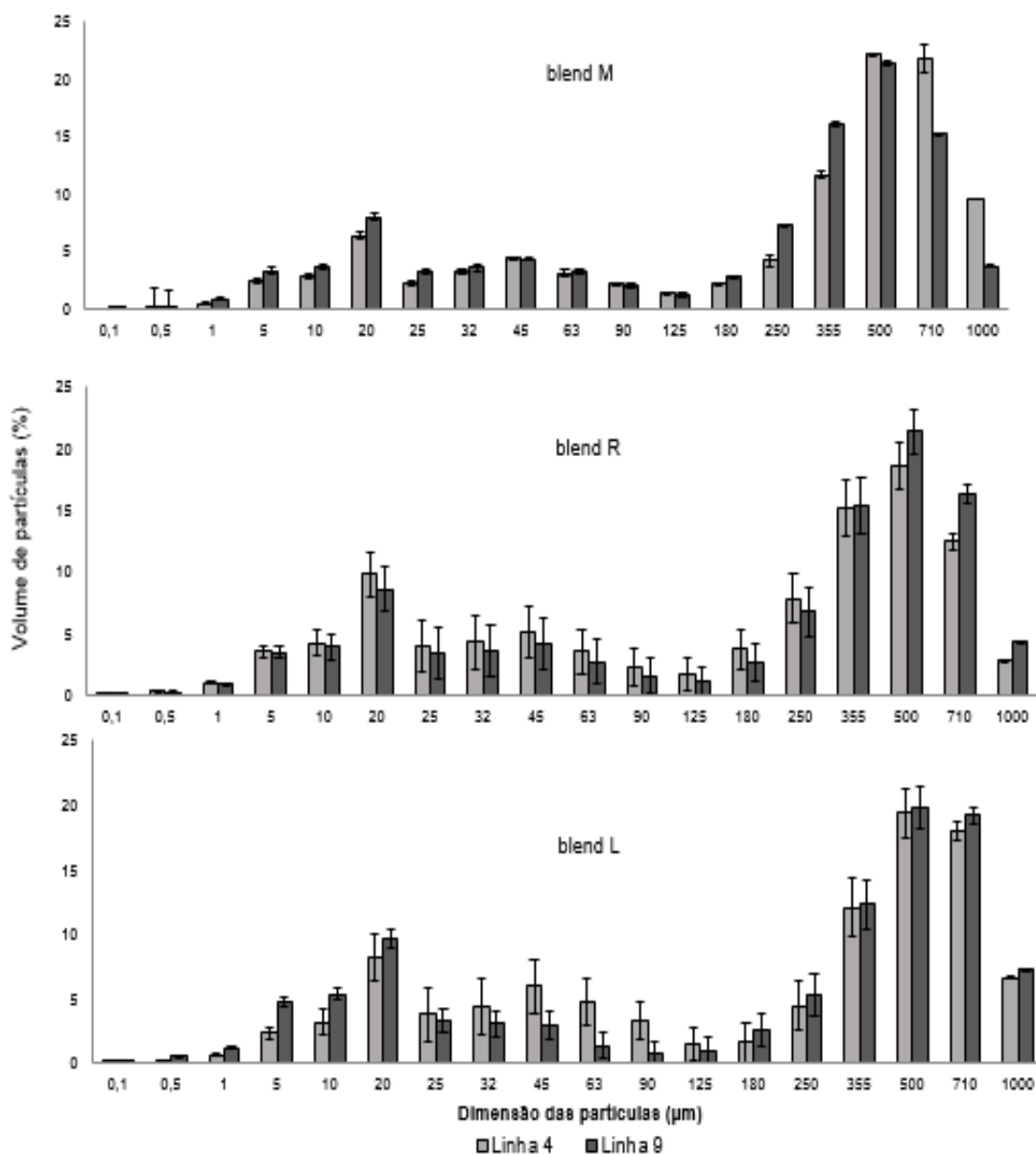


Figura 45. Distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L, produzidos nas linhas 4 e 9.

Verificou-se na linha 4 que o *blend* M apresentou acima de 500 µm maior percentagem partículas (23,4 ± 0,7 %) do que na linha 9 (16,0 ± 2,1 %) (figura 45). Contrariamente ao *blend* M, o *blend* R e L apresentaram maior percentagem de partículas grandes na linha 9, respetivamente 12,4 e 16,3 %. Estes resultados parecem sugerir que a linha 4 origina partículas de maiores dimensões (> 500 µm) no *blend* M (90% robusta) do que nos *blends* R (60 % arabica) e L (100% arabica), com maior proporção de café arabica.

Quando aplicada a análise estatística MANOVA pelo teste *Fisher LSD* (tabela 16) com o objetivo de comparar o volume médio de partículas do mesmo *blend* produzido em diferentes linhas e verificar a existência de diferenças significativas, constatou-se que os *blends* M e R quando produzidos nas linhas 4 e 9 com o mesmo grau de moagem são significativamente diferentes. Relativamente ao *blend* L, quando produzido em diferentes linhas, não apresenta diferenças significativas, verificando-se que é bastante semelhante, com o mesmo grau de moagem (23) nas duas linhas, na gama de partículas 250-1000 µm.

Tabela 16. Influência da linha de encapsulamento na dimensão das partículas dos *blends* M, R e L (n=65).

Linha	Blend	n	Volume acumulado de partículas (%)					
			<125 µm	125-250 µm	250-500 µm	500-710 µm	710-1000 µm	>1000 µm
4	M	12	28,6 ± 0,6 ^b	5,3 ± 0,4 ^b	30,6 ± 1,3 ^b	23,4 ± 0,7 ^a	11,1 ± 1,0 ^a	1,0 ± 0,2 ^a
9	M	6	30,9 ± 2,3 ^a	10,1 ± 1,3 ^a	39,1 ± 0,7 ^a	16,0 ± 2,1 ^b	3,8 ± 1,2 ^b	0,6 ± 0,0 ^b
4	R	9	39,4 ± 2,3 ^a	11,5 ± 2,4 ^a	33,8 ± 1,6 ^b	12,4 ± 3,0 ^b	2,8 ± 2,2 ^b	0,0 ± 0,0 ^b
9	R	10	33,3 ± 1,3 ^b	9,3 ± 0,9 ^b	36,8 ± 0,4 ^a	16,3 ± 1,2 ^a	4,3 ± 0,7 ^a	0,1 ± 0,0 ^a
4	L	6	37,7 ± 1,3 ^a	6,0 ± 1,1 ^b	31,4 ± 1,2 ^a	18,0 ± 1,8 ^a	6,6 ± 1,6 ^a	0,4 ± 0,2 ^a
9	L	8	33,3 ± 1,0 ^b	7,8 ± 0,7 ^a	32,1 ± 0,3 ^a	19,2 ± 0,9 ^a	7,3 ± 0,6 ^a	0,4 ± 0,1 ^a

Os resultados correspondem à média ± desvio padrão. As diferentes letras (a,b,c) indicam diferenças significativas (p ≤ 0,05) entre linhas de encapsulamento. Quadrado fundo branco = diferenças significativas; quadrado fundo cinza escuro= não há diferenças significativas.

Estes resultados indicam que os produtos de M e R quando moído em linhas de encapsulamento distintas apresentam diferentes distribuições de dimensão de partículas o que poderá originar diferenças nos tempos de extração da bebida e conseqüentemente maior número de afinações no moinho de discos de cada linha de encapsulamento. Contudo o *blend* L apresentou distribuições de partículas idênticas (> 250 µm) mesmo quando produzido nas diferentes linhas (4 e 9) o que poderá indicar uma maior homogeneidade de produtos, características extrativas e a possibilidade de aplicar o mesmo grau de moagem nas diferentes linhas de produção.

4.3.3. Influência do grau de moagem na distribuição das partículas

Para estudar a influência da distância entre os discos do moinho, definida como grau de moagem, na distribuição e dimensão das partículas de café moído foram analisados vários graus de moagem nas 3 linhas de encapsulamento e para o *blend* M, R e L.

Em qualquer das linhas em que foi produzido o *blend* M, apresentou maior percentagem de partículas grandes (> 500 μm) para o maior grau de moagem (21-linha 4; 16-linha 6; 23-linha 9) e o menor grau de moagem utilizado no período em análise (18,5, 15 e 17,5 respetivamente) originou maior percentagem de partículas abaixo de 250 μm (figura 46).

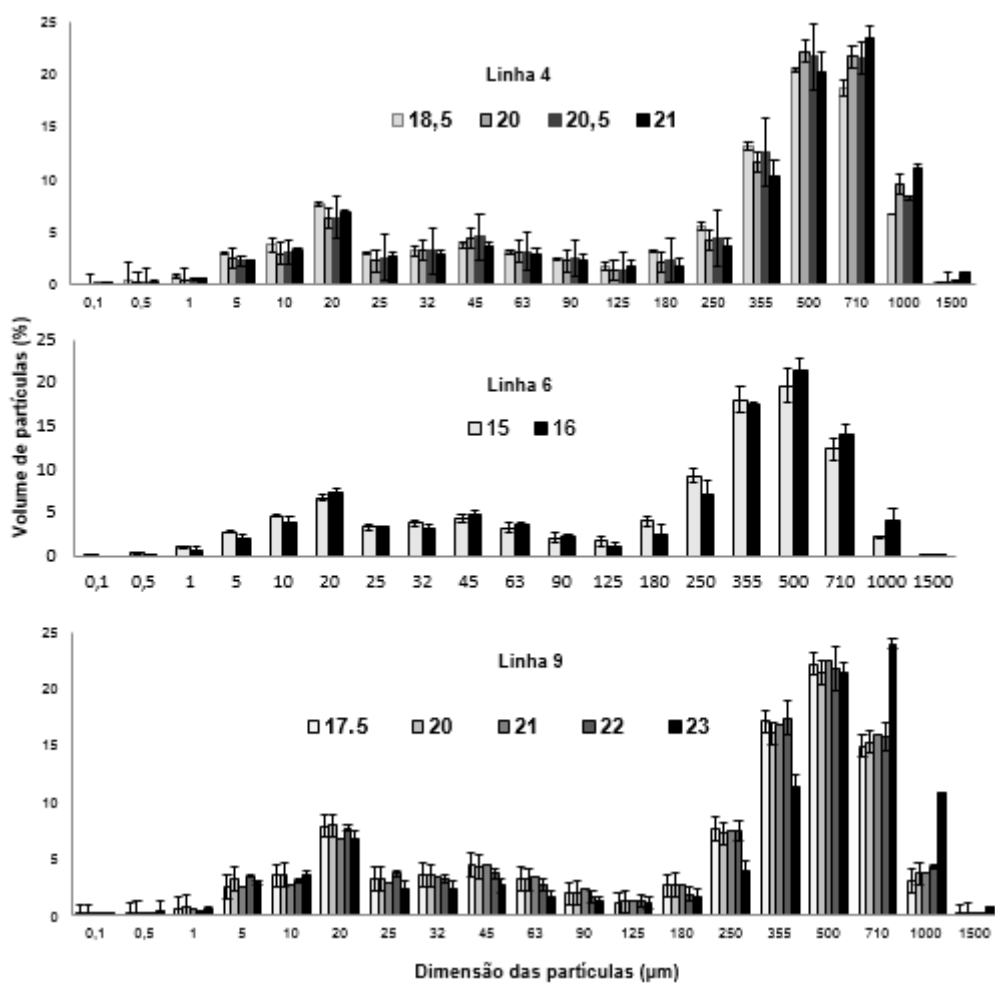


Figura 46. Influência do grau de moagem na distribuição das partículas (μm) do *blend* M produzido na linha 4, 6 e 9. (n= 96)

Como seria de esperar estes resultados confirmam que as moagens mais finas (menor grau de moagem) originam no *blend* M uma maior percentagem de partículas pequenas e as moagens mais grossas tendem a moer o café mais grosseiramente, produzindo um volume superior de partículas de maiores dimensões (> 500 μm). Pequenas diferenças de ajustamento e de afastamento entre os discos podem gerar diferenças marcadas sobretudo nas partículas maiores, menos evidentes e graduais nas de dimensão reduzida e intermédia.

No caso do *blend R*, o maior grau de moagem das linhas 4 e 6 originaram maior percentagem de partículas acima de 500 μm , no entanto na linha 9 o maior grau de moagem (23) originou um padrão de distribuição muito distinto com uma elevada percentagem de partículas pequenas, nomeadamente com dimensão 5, 10 e 20 μm (figura 47). Estes resultados sugerem que poderá ter ocorrido eventualmente algum erro de medição no analisador de partículas (A22) ou alterações na produção, ao nível da torrefação, pré-moagem, ou moagem que provocou a quebra dos grãos de café em partículas mais pequenas ($< 125 \mu\text{m}$).

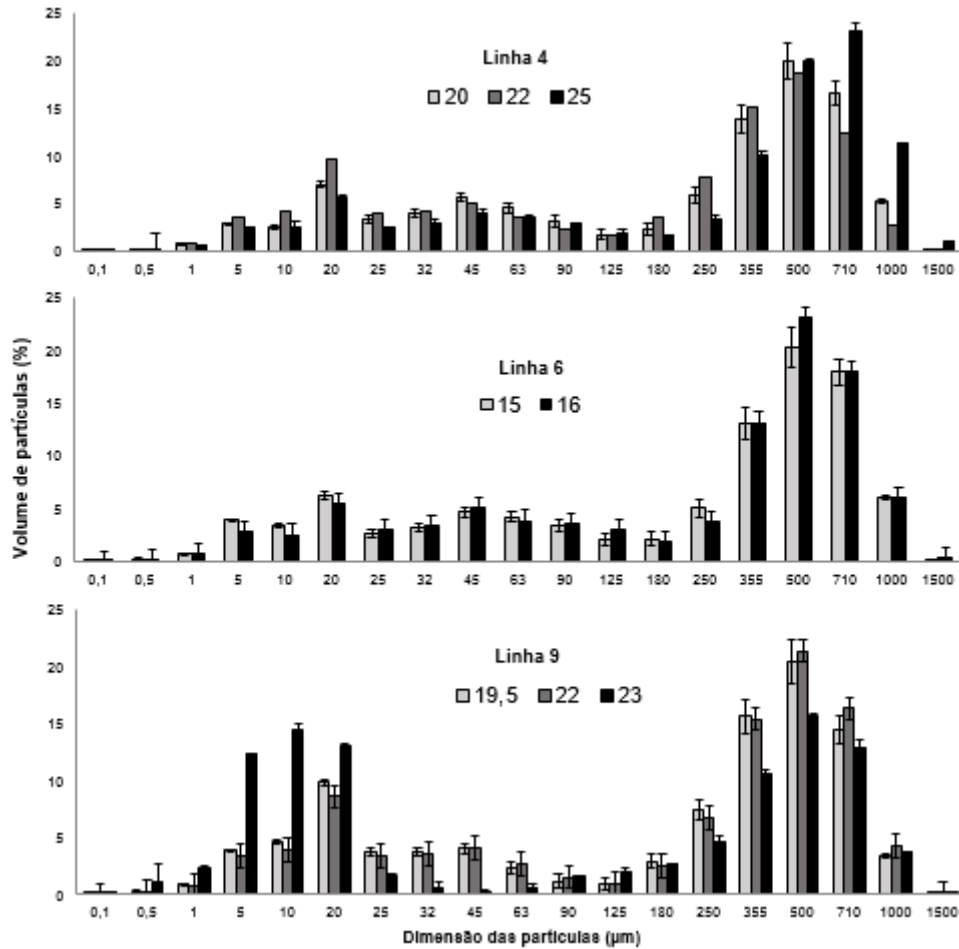


Figura 47. Influência do grau de moagem na distribuição das partículas (μm) do *blend R* produzido nas linhas 4, 6 e 9. (n=67)

O *blend* L (figura 48) apresentou padrões de distribuição semelhantes na linha 6, com maior percentagem de partículas grandes ($> 500 \mu\text{m}$) com moagem mais grossa, e a moagem mais fina (15) originou maior quantidade de partículas de pequenas dimensões ($< 250 \mu\text{m}$). No entanto, para as linhas 4 e 9 a distribuição foi mais irregular, com graus de moagem intermédios (20 e 22 respetivamente) a originar um volume de partículas grandes ($> 500 \mu\text{m}$) superior aos graus de moagem superiores utilizados (25 e 23 para cada linha).

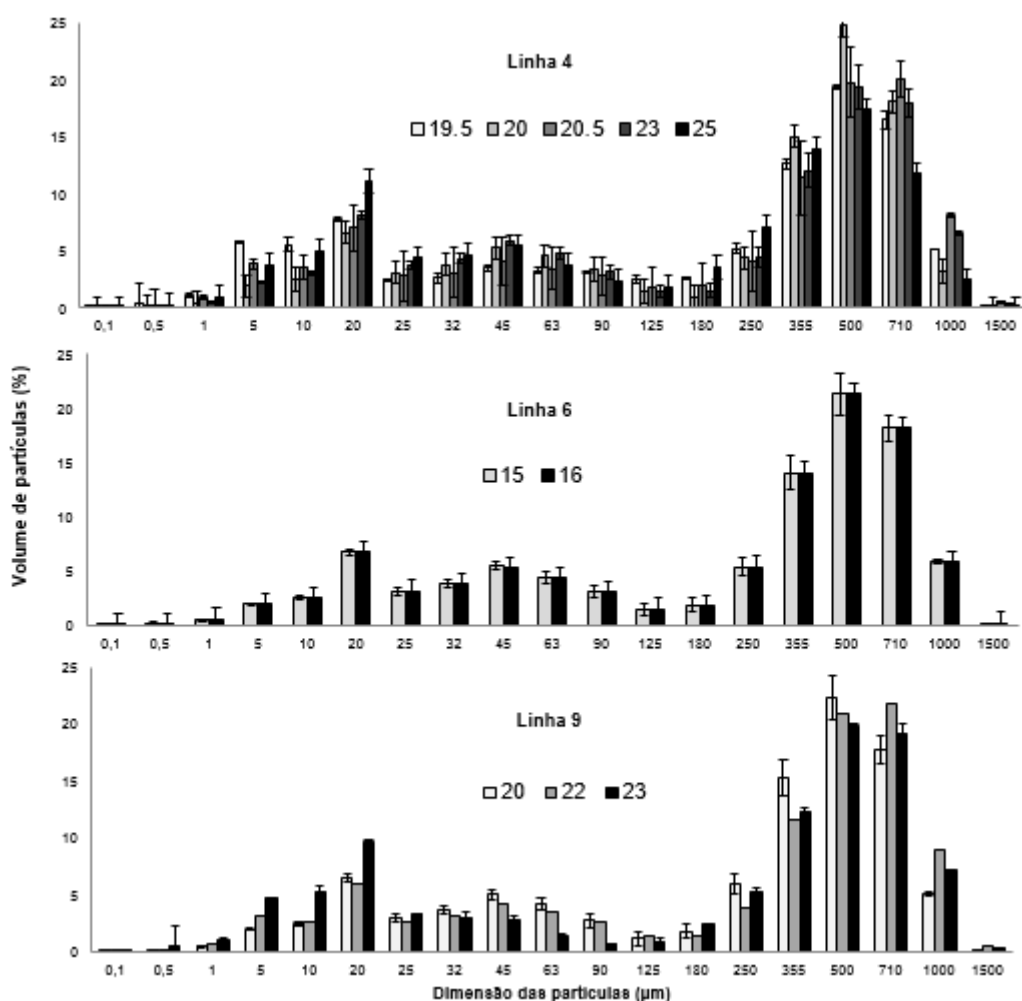


Figura 48. Influência do grau de moagem na distribuição das partículas (μm) do *blend* L produzido nas linhas 4, 6 e 9. (n=75)

No geral, verificou-se que o menor grau de moagem aplicado aos *blends* (M, R e L) apresenta maior percentagem de partículas finas ($< 250 \mu\text{m}$) e que o maior grau de moagem origina maior volume de partículas grandes ($> 500 \mu\text{m}$). O micro-pó pode ser estudado e comparado com detalhe neste sistema, que permite a caracterização do *blend*, definir a curva média, desvio, máximo e mínimo admitidos e a Especificação Técnica para cada *blend* e para cada grau de moagem.

Através da análise estatística pelo teste Fisher LDS ($p < 0,05$) foi possível determinar se para o mesmo *blend*, mesma linha os vários graus de moagem originaram distribuições significativamente diferentes.

O *blend* M (linha 4) com grau de moagem 18,5 e 20,5 apresentou volume de partículas idênticos nas gamas de dimensão de partículas < 125 , 500-710 e 710-1000 (tabela 17, quadrados escuros). Contudo, verificou-se que os graus de moagem apresentam diferenças significativas na maioria dos intervalos de partículas (μm). Estas diferenças mostram que os graus de moagem utilizados na linha 4 originaram diferentes distribuições de partículas de café o que poderá resultar na produção de produtos com diferentes características, nomeadamente diferenças na extração da bebida e nos parâmetros sensoriais (i.e sabor, consistência do creme).

Tabela 17. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (μm) do *blend* M, linha 4. (n=48)

Grau de moagem	n	Volume acumulado de partículas (%)					
		$<125 \mu\text{m}$	125-250 μm	250-500 μm	500-710 μm	710-1000 μm	$>1000 \mu\text{m}$
18.5	10	32,3 \pm 0,4 ^a	8,7 \pm 0,0 ^a	33,5 \pm 0,2 ^b	18,7 \pm 1,0 ^c	6,6 \pm 0,8 ^c	0,1 \pm 0,0 ^c
20	8	28,5 \pm 0,1 ^b	6,3 \pm 0,4 ^c	33,8 \pm 0,5 ^{ab}	21,7 \pm 1,3 ^b	9,5 \pm 1,2 ^c	0,2 \pm 0,1 ^{bc}
20.5	18	31,4 \pm 1,7 ^a	7,8 \pm 1,0 ^b	34,5 \pm 1,2 ^a	19,1 \pm 1,6 ^c	6,7 \pm 1,4 ^b	0,3 \pm 0,0 ^b
21	12	28,5 \pm 0,6 ^b	5,3 \pm 0,4 ^d	30,5 \pm 1,3 ^c	23,4 \pm 0,7 ^a	11,1 \pm 1,0 ^a	1,0 \pm 0,0 ^a

Os resultados correspondem à média \pm desvio padrão. As diferentes letras (a, b, c) indicam diferenças significativas ($p \leq 0,05$) entre graus de moagem. Quadrado fundo branco = diferenças significativas; quadrado fundo cinza claro = idênticos; quadrado fundo cinza escuro = não há diferenças significativas.

Entre 250 e 710 μm a distribuição de partículas do *blend* M, linha 9 é semelhante para os graus de moagem 17,5 e 22, principalmente na gama de partículas 500-710 μm (tabela 18). As maiores diferenças nas partículas encontram-se abaixo de 125 μm em que é superior para moagens mais finas (17,5 e 20). A moagem 23 já origina um produto diferente com maior volume de partículas grandes ($> 500 \mu\text{m}$). Estes resultados indicam que as moagens mais finas produzem mais partículas pequenas e as moagens grossas originam partículas de maiores dimensões ($> 500 \mu\text{m}$).

Tabela 18. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (μm) do *blend* M, linha 9. (n=34)

Grau de moagem	n	Volume acumulado de partículas (%)					
		$<125 \mu\text{m}$	125-250 μm	250-500 μm	500-710 μm	710-1000 μm	$>1000 \mu\text{m}$
17.5	8	32,4 \pm 1,4 ^{ab}	10,3 \pm 1,0 ^a	39,2 \pm 0,6 ^a	14,9 \pm 1,5 ^b	3,1 \pm 0,8 ^c	0,0 \pm 0,0 ^c
20	6	33,5 \pm 0,2 ^a	9,9 \pm 0,1 ^{ab}	37,4 \pm 0,2 ^b	15,3 \pm 0,2 ^b	3,7 \pm 1,2 ^{bc}	0,1 \pm 0,0 ^{bc}
21	6	30,9 \pm 1,7 ^c	10,1 \pm 1,2 ^{ab}	39,1 \pm 0,7 ^a	16,0 \pm 2,1 ^b	3,8 \pm 1,4 ^{bc}	0,1 \pm 0,1 ^b
22	6	31,4 \pm 0,1 ^b	9,3 \pm 0,1 ^b	39,2 \pm 0,2 ^a	15,7 \pm 0,1 ^b	4,3 \pm 1,0 ^b	0,1 \pm 0,0 ^b
23	8	25,9 \pm 0,5 ^d	5,8 \pm 0,4 ^c	32,8 \pm 0,4 ^c	23,9 \pm 0,5 ^a	10,8 \pm 0,3 ^a	0,8 \pm 0,1 ^a

Os resultados correspondem à média \pm desvio padrão. As diferentes letras (a, b, c, d) indicam diferenças significativas ($p \leq 0,05$) entre graus de moagem. Quadrado fundo branco = diferenças significativas; quadrado fundo cinza claro = idênticos; quadrado fundo cinza escuro = não há diferenças significativas.

No caso do *blend R* (tabela 19), verificaram-se diferenças significativas entre os graus de moagem na maioria dos intervalos de partículas. Contudo, as moagens 20 e 22 apresentaram o mesmo volume de partículas na fração 250-500 µm e nas partículas superiores a 1000 µm (letras iguais-quadrados cinzentos).

Tabela 19. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (µm) do *blend R*, linha 4 (n=29).

Grau de moagem	n	Volume acumulado de partículas (%)					
		<125 µm	125-250 µm	250-500 µm	500-710 µm	710-1000 µm	>1000 µm
20	12	35,8 ± 2,3 ^b	8,3 ± 1,9 ^b	33,9 ± 1,6 ^a	16,5 ± 3,0 ^b	5,2 ± 2,2 ^c	0,2 ± 0,0 ^b
22	9	39,4 ± 3,3 ^a	11,5 ± 2,4 ^a	33,8 ± 0,8 ^a	12,4 ± 3,8 ^c	2,8 ± 1,9 ^b	0,1 ± 0,0 ^b
25	8	29,4 ± 1,3 ^c	5,0 ± 0,5 ^c	30,0 ± 1,2 ^b	23,2 ± 0,9 ^a	11,3 ± 1,2 ^a	1,1 ± 0,1 ^a

Os resultados correspondem à média ± desvio padrão. As diferentes letras (a, b, c) indicam diferenças significativas ($p \leq 0,05$) entre graus de moagem. Quadrado fundo branco = diferenças significativas; quadrado fundo cinzento=não há diferenças significativas.

Relativamente ao *blend L*, os graus de moagem 20 e 22 apresentaram semelhanças na gama de partículas abaixo de 125 µm (tabela 20) e diferenças significativas (letras diferentes-quadrados brancos) nas partículas superiores a 500 µm. Estes resultados sugerem que os produtos são todos diferentes e não se verificou o mesmo aumento nos lotes com mais robusta, possivelmente porque as diferenças entre as moagens são menores.

Tabela 20. Influência do grau de moagem na dimensão das partículas (µm) do *blend L*, linha 9. (n=28)

	n	Volume acumulado de partículas (%)					
		< 125 µm	125-250 µm	250-500 µm	500-710 µm	710-1000 µm	> 1000 µm
20	12	31,5 ± 2,1 ^b	7,8 ± 0,7 ^a	37,5 ± 0,7 ^a	17,8 ± 1,9 ^c	5,1 ± 1,4 ^c	0,2 ± 0,1 ^c
22	8	30,6 ± 1,2 ^b	5,3 ± 0,5 ^b	32,6 ± 0,5 ^b	21,8 ± 1,0 ^a	9,0 ± 0,9 ^a	0,6 ± 0,1 ^a
23	8	33,3 ± 1,0 ^a	7,7 ± 0,6 ^a	32,1 ± 0,3 ^b	19,1 ± 0,9 ^b	7,3 ± 0,6 ^b	0,4 ± 0,1 ^b

Os resultados correspondem à média ± desvio padrão. As diferentes letras (a, b, c) indicam diferenças significativas ($p \leq 0,05$) entre graus de moagem.

Verificou-se, como anteriormente, que para a maioria das moagens e em todas as linhas o menor grau de moagem origina produtos com maior percentagem de partículas pequenas (< 125 µm) e o maior grau de moagem origina predomínio de partículas de maiores dimensões e que pequenas afinações de moinho podem resultar em produtos com diferentes distribuições de partículas e consequentemente diferente extração e características.

A grande vantagem deste estudo está na possibilidade de relacionar estes padrões de partículas com os parâmetros físico-químicos e sensoriais, de qualidade e padronização da bebida, tornando mais exata e mensurável a avaliação do efeito da afinação dos moinhos nos produtos finais.

4.4. Influência da distribuição das partículas de café moído encapsulado

4.4.1. Parâmetros físico-químicos

Vários autores têm investigado as características físico-químicas dos cafés verdes, torrados, moídos e até da bebida (Licciardi *et al.*, 2005; Caprioli *et al.*, 2015; Filho *et al.*, 2015). Na maioria dos casos os parâmetros físico-químicos do café não têm sido correlacionados com a dimensão das partículas, apenas recentemente explorado por Wang *et al.* (2016). Esta recente investigação, teve como principal objetivo estudar o efeito da dimensão das partículas (222 -1085 μm) nas propriedades físico-químicas do café em cápsulas.

Neste estágio com o objetivo de caracterizar os diferentes produtos M, R e L, produzidos nos sistemas (α , β , γ) em diferentes linhas (4, 6 e 9) e avaliar a influência da distribuição e dimensão das partículas em cada parâmetro físico-químico, realizaram-se várias análises físico-químicas, nomeadamente a determinação do oxigénio presente nos diferentes sistemas de cápsulas, da humidade e da cor do café torrado moído, e ainda do extrato aquoso, do tempo de extração e do pH da bebida (tabela 21).

Tabela 21. Influência do sistema de encapsulamento nos parâmetros físico-químicos dos *blends* M, R e L (n=825)

		Parâmetros físico-químicos					
		n	O ₂ (%)	Humidade (%)	Cor (SCAA/Agtron)	Tempo de extração (s)	pH
Alfa (α)	M4	180	7,6 \pm 2,3	1,3 \pm 0,1	73,0 \pm 0,8	19,5 \pm 1,5	5,5 \pm 0,1
	R4	75	7,6 \pm 1,2	1,6 \pm 0,3	70,8 \pm 4,3	19,4 \pm 1,3	5,4 \pm 0,1
	L4	120	7,3 \pm 2,3	1,5 \pm 0,1	67,6 \pm 2,0	19,0 \pm 1,1	5,2 \pm 0,1
Beta (β)	M6	60	3,1 \pm 0,3	1,3 \pm 0,1	72,6 \pm 0,0	17,3 \pm 1,6	5,5 \pm 0,1
	R6	60	3,7 \pm 0,3	1,4 \pm 0,1	68,1 \pm 0,0	19,9 \pm 0,9	5,4 \pm 0,1
	L6	30	2,8 \pm 0,3	1,2 \pm 0,1	77,2 \pm 0,0	19,6 \pm 0,6	5,2 \pm 0,1
Gama (γ)	M9	120	4,2 \pm 1,4	1,3 \pm 0,1	71,8 \pm 1,4	19,2 \pm 1,7	5,6 \pm 0,1
	R9	90	4,1 \pm 1,8	1,6 \pm 0,1	71,0 \pm 2,0	20,6 \pm 1,3	5,4 \pm 0,1
	L9	90	3,5 \pm 1,2	1,8 \pm 0,2	73,7 \pm 0,0	19,6 \pm 2,3	5,3 \pm 0,1

Os resultados apresentados correspondem à média \pm desvio padrão.

4.4.1.1. Concentração de oxigénio

O café torrado moído em contacto com o oxigénio é mais suscetível à oxidação dos lípidos e dos açúcares naturalmente presentes. Estas reações poderão conferir um sabor a ranço devido à degradação dos lípidos e desencadear alterações nos compostos aromáticos, muito dos quais são facilmente volatilizáveis.

A determinação da concentração de oxigénio nos três sistemas de cápsulas (α , β e γ) teve como principal objetivo apurar o nível de estanquicidade das cápsulas e analisar uma possível correlação entre a granulometria e a acumulação ou libertação de oxigénio. Com recurso ao

medidor de gases (Oxybaby) constatou-se que no total das 165 medições efetuadas, a concentração de oxigénio em todas as cápsulas variou entre 3,5 e 7,6 % (figura 49).

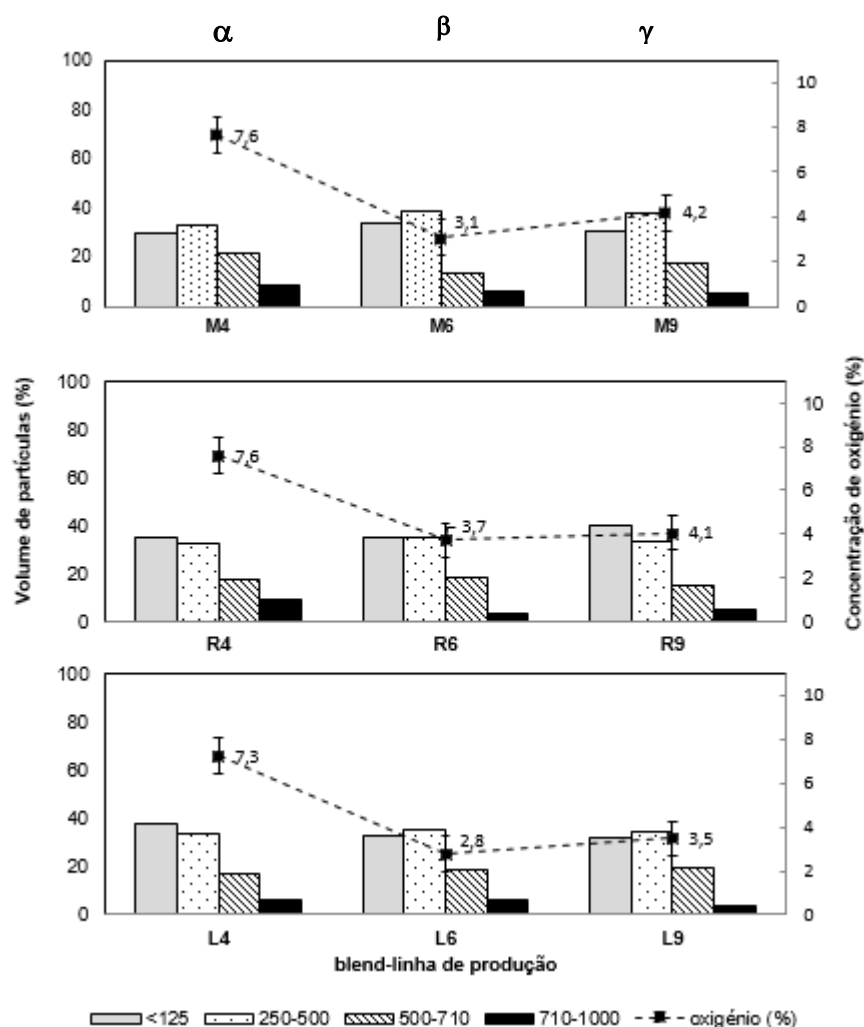


Figura 49. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos *blends* M, R e L e a concentração de oxigénio (%) nas cápsulas α , β e γ . (n=165)

Comparando a percentagem de oxigénio presente nas diferentes cápsulas (α , β e γ) com a distribuição e dimensão das partículas dos *blends* (figura 49) verifica-se que não existiu uma relação clara entre a distribuição das partículas e a respetiva concentração de oxigénio das cápsulas. Verificou-se que a percentagem de oxigénio (O_2) foi mais elevada nas cápsulas alfa (α) e menor nas cápsulas beta (β) sendo intermédia nas cápsulas gama (γ). O sistema β , juntamente com o funcionamento da linha 6, poderão garantir uma maior preservação do café moído, o que é vantajoso porque quanto menor for a percentagem de oxigénio, menor será a oxidação do café.

Em todos os tipos de cápsulas, verificou-se que a maior percentagem de oxigénio ocorreu nos *blends* M (90% robusta) e R (40% robusta) verificando-se sempre no *blend* L um menor teor de oxigénio no interior da cápsula. Face a estes resultados verifica-se que a percentagem de

oxigênio estará diretamente relacionada com o sistema de encapsulamento, características das cápsulas e tipo de soldadura, mas também com o peso e espécie de café presente nas cápsulas. Em todos os tipos de cápsulas, verificou-se que a maior percentagem de oxigênio ocorreu nos *blends* M (90% robusta) e R (40% robusta). Face a estes resultados a percentagem de oxigênio estará diretamente relacionada com o sistema de encapsulamento, nomeadamente o peso de café (g) e o tipo de material utilizado na soldadura das cápsulas.

4.4.1.2. Humidade

A elevada percentagem de humidade (perda de massa) poderá acelerar a degradação do café e potenciar o desenvolvimento de microrganismos prejudiciais à saúde. Segundo o Decreto-lei nº 78/2013 o café torrado moído não deverá exceder os 6% de humidade.

A percentagem de humidade foi determinada nos blends M, R e L após o encapsulamento. A percentagem de humidade variou entre 1,2 e 1,6 %, indicando que estão bastante abaixo do limite legal ($\leq 6\%$) (figura 50).

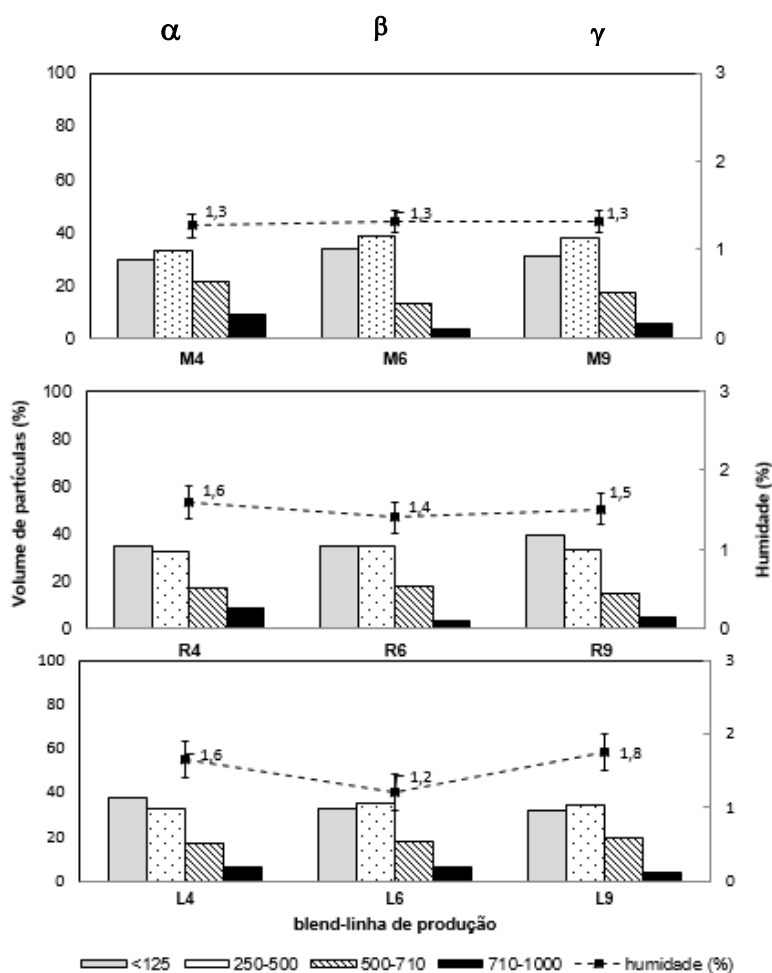


Figura 50. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos blends M, R e L com a percentagem de humidade. (n=165)

Comparou-se a percentagem de humidade para todas as linhas e sistemas de cápsulas com a distribuição granulométrica dos diferentes *blends*. Há que ter em conta que os resultados apresentados se referem a médias de vários lotes produzidos em diferentes dias e provenientes de cafés torrados dos mesmos *blends* mas eventualmente com diferentes teores de humidade no momento do encapsulamento.

Verificou-se, no âmbito destes resultados, que a distribuição das partículas não pareceu influenciar diretamente a humidade do café moído, mesmo nos casos de distribuição semelhante como é o caso do *blend* L, produzido nas linhas 6 e 9 que apresentam teores de humidade bastante diferentes (1,2 e 1,8% respetivamente) (figura 50).

Nos *blends* R e L, produzidos na linha 6, apesar de terem uma distribuição de partículas diferente, verificou-se um teor mais reduzido de humidade do que os produzidos nas linhas 4 e 9, o que se poderá relacionar com a maior capacidade de estanquicidade deste tipo de cápsulas/sistema já verificado na determinação de oxigénio.

No caso dos valores de humidade serem mais elevados e sendo o café muito higroscópico, poder-se-á considerar risco de aglomeração das partículas na cápsula e alterações mecânicas na extração.

4.4.1.3. Cor

A determinação da cor do café é um indicador importante para efeitos de controlo de qualidade dos produtos. Este parâmetro permite determinar o grau de torra e até o estado de conservação do café.

A cor foi determinada após o encapsulamento dos *blends* M, R e L, 3 cápsulas por lote e em triplicado, recorrendo ao colorímetro RoAmi, e através do software deste equipamento medir a cor segundo a escala de classificação SCAA/Agtron (tabela 22).

Tabela 22. Classificação de cor SCAA/Agtron.

SCAA/Agtron	Designação RoAmi
95-90	extremamente clara
90-85	muito clara
85-75	clara
75-65	moderadamente clara
65-55	média
55-45	moderadamente escura
45-35	escura
35-25	muito escura

Neste estudo determinou-se a cor de cada um dos *blends* com o intuito de correlacionar os valores obtidos com a respetiva distribuição das partículas. Verificou-se que os *blends* M, R e L apresentaram cores que variaram entre $67,6 \pm 2,0$ e $73,0 \pm 0,8$, classificando a cor de todos os cafés moídos como “média” ou “moderadamente clara”.

Geralmente os cafés robustas são torrados com temperaturas mais elevadas do que os cafés arábica, contudo o *blend* M (90% Robusta) foi o que apresentou cor mais clara e constante em todas as linhas, ao contrário dos *blends* R (60% Arábica) com tonalidade mais escura na linha 4 e o *blend* L (100% arábica) com tom mais escuro na linha 9 (figura 51). Segundo Ribeiro (2012) os *blends* com maior proporção de robusta originam numa torra média-clara um tom mais claro do que os *blends* com maior proporção de arábica, coincidindo com os resultados obtidos neste trabalho.

Comparando a distribuição das partículas de cada *blend* com a cor (figura 51) não se verificou uma relação direta entre os diferentes padrões de partículas e a cor de cada *blend*. A maior ou menor fragmentação do grão poderá provocar diferenças ligeiras na cor do produto, mas que não parecem ter sido evidenciadas com o aparelho RoAmi.

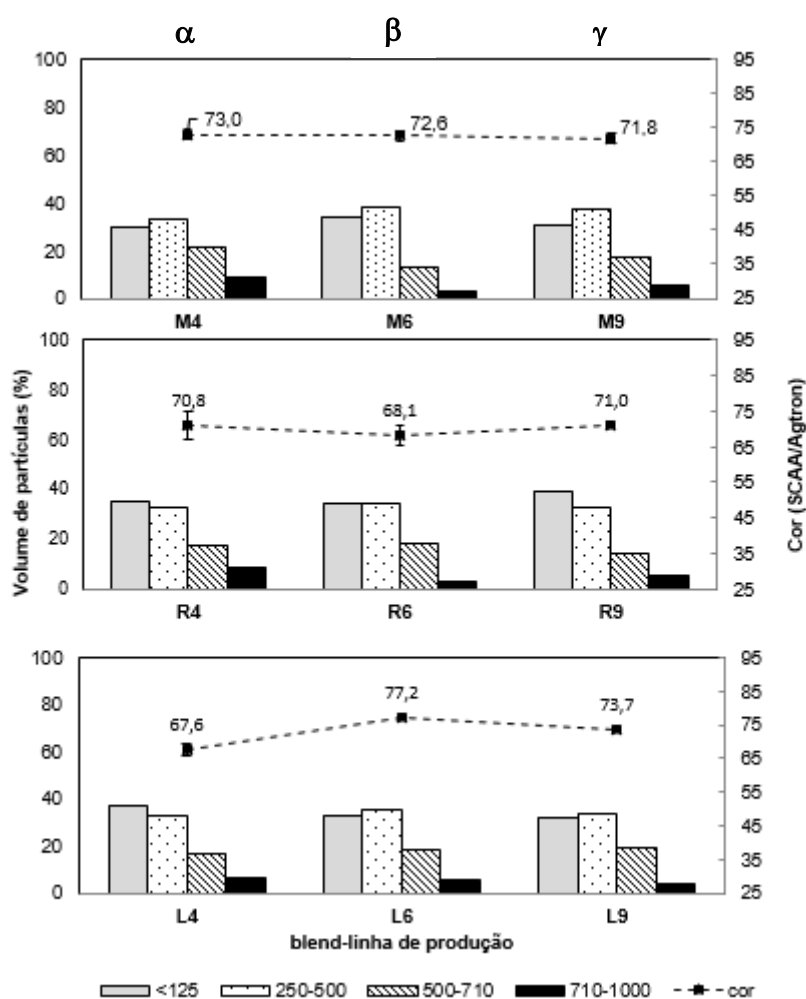


Figura 51. Comparação da distribuição e dimensão das partículas dos *blends* M, R e L com a cor. (n=165)

Comparando a distribuição das partículas de cada *blend* com a cor (figura 52) não se verificou uma relação direta entre os diferentes padrões de partículas e a cor de cada *blend*.

Segundo Ribeiro (2012) os *blends* com maior proporção de robusta originam numa torra média-clara um tom mais claro do que os *blends* com maior proporção de arábica, coincidindo com os

resultados obtidos neste trabalho. A maior ou menor fragmentação do grão poderá provocar diferenças ligeiras na cor do produto, mas que não parecem ter sido evidenciadas com o aparelho RoAmi.

4.4.1.4. Tempo de extração

De acordo com Navarini e Rivetti (2010) no processo de extração de um café expresso as principais variáveis são a moagem, a quantidade de café moído, o calcamento e a qualidade da água. As condições de pressão e temperatura da máquina de café, bem como a dimensão das partículas (Nicoli *et al.* 1990) e o tempo de extração, são parâmetros a ter em conta e que influenciam a qualidade da bebida (Salamanca *et al.*, 2017) para além das características do *blend* utilizado.

As partículas de café moído de pequenas dimensões tendem a compactar, dificultando a passagem da água quente (85-95° C) originando uma extração mais demorada e consequentemente um maior arrastamento dos compostos solúveis e emulsionáveis (Salamanca *et al.*, 2017).

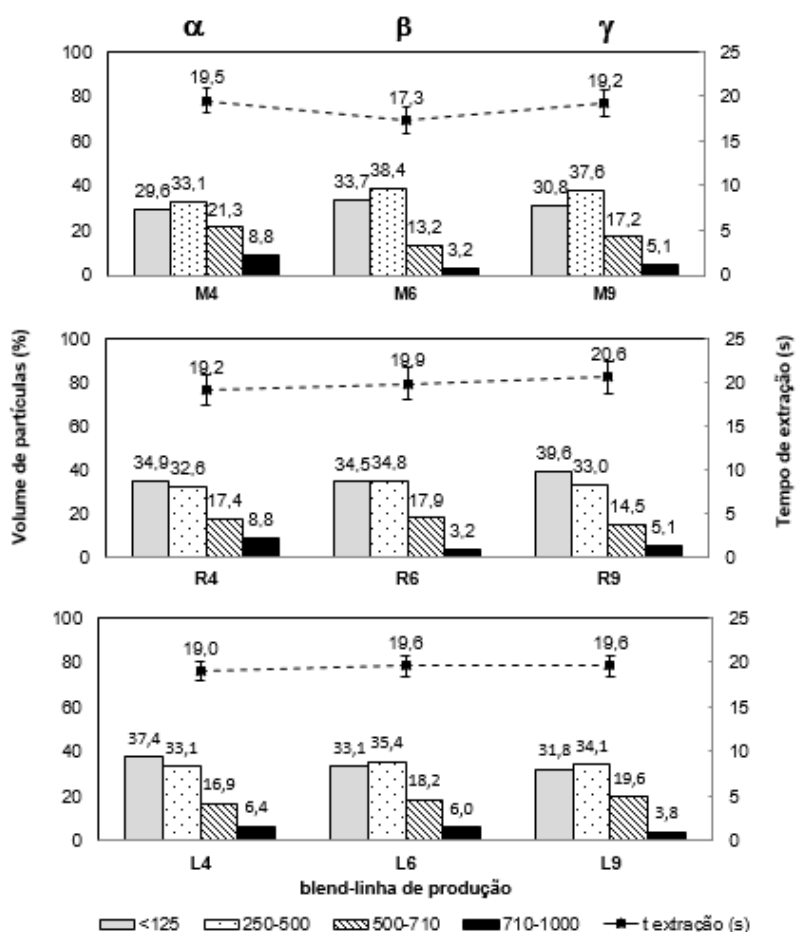


Figura 52. Comparação do tempo de extração com a distribuição e dimensão das partículas (μm) dos *blends* M, R e L em diferentes cápsulas (n=165).

A determinação do tempo de extração das bebidas de café encapsulado teve como principal objetivo verificar qual a influência do grau de moagem no tempo de extração da bebida de café. O tempo de extração dos *blends* M, R e L encapsulados nos sistemas de cápsulas alfa (α), beta (β) e gama (γ) variou entre $17,3 \pm 1,6$ e $20,6 \pm 1,3$ segundos, tendo-se constatado que à exceção do *blend* M da linha 6 (M6), o tempo de extração foi idêntico entre os *blends* e para todos os sistemas de cápsulas. Sendo o tempo de extração constante (aproximadamente 20 segundos) um objetivo da produção e que é testado de forma horária e ajustado pela afinação dos moinhos, os valores próximos traduzem a eficácia das linhas de produção na concretização desse objetivo.

Foram efetuadas para cada grau de moagem 6 a 18 extrações de cápsulas alfa (α) do *blend* M, R e L, e comparou-se com as respectivas distribuições de partículas (figura 53).

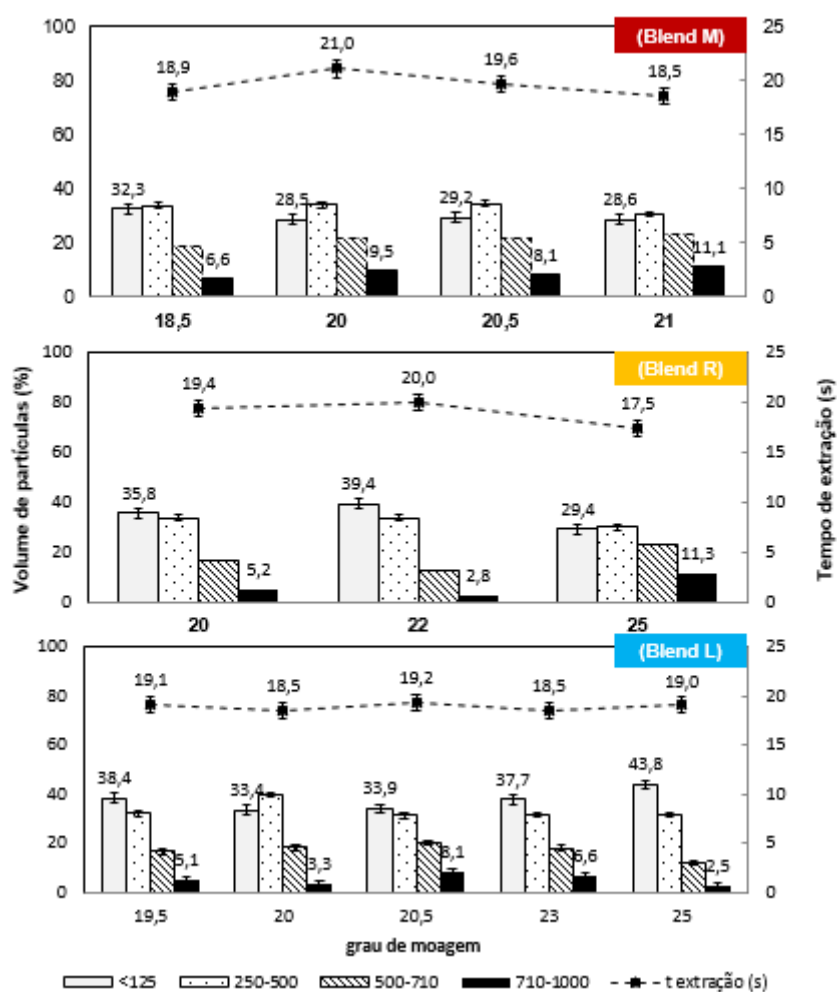


Figura 53. Comparação do tempo de extração (s) com a distribuição e dimensão das partículas (μm) dos *blends* M, R e L com diferentes graus de moagem na linha 4. (n=75)

Verificou-se que o *blend* M com grau de moagem 18,5 e 21 originou respetivamente 32,3 % e 28,6 % das partículas abaixo de 125 μm . Estes resultados parecem indicar que a moagem mais fina (18,5) origina maior percentagem de partículas pequenas e devido à compactação das

mesmas, o tempo de extração da bebida é superior. Entre as moagens (20, 20,5 e 21) superiores observaram-se tempos de extração menores associadas a maior teor de partículas de maiores dimensões e maior rapidez na passagem da água.

No caso do *blend R* verifica-se a mesma tendência, com o grau de moagem 22 a apresentar 39,4 % das partículas abaixo de 125 µm e tempo de extração superior (20 s), enquanto a moagem mais grossa (grau de moagem 25) originou apenas 29,4 % das partículas com dimensão inferior a 125 µm e consequentemente mais partículas grossas (11,3%) resultando numa extração mais rápida (17,5 s).

O *blend L* com graus de moagem próximos (19,5, 20 e 20,5) e distribuição de partículas idênticos originou um tempo de extração semelhante. Contudo o grau de moagem 25 apresentou resultados anómalos, uma vez que apresenta 43,8 % das partículas pequenas (< 125 µm) mas o tempo de extração inferior às restantes moagens. Estes resultados poderão indicar que ocorreu um erro de leitura ou alterações na moagem, nomeadamente na velocidade de rotação das mós, resultando numa moagem mais fina e maior quantidade de partículas pequenas (< 125 µm).

Verificou-se que todos os *blends* com cápsulas alfa (α) e com menor grau de moagem (menor distância entre discos) apresentaram maior percentagem de partículas pequenas (< 125 µm) resultando num tempo de extração superior. Estes resultados sugerem que a distribuição das partículas influencia o tempo de extração dos produtos finais. No entanto, em alguns casos verificou-se que diferentes distribuições de partículas originaram tempos de extração semelhantes, como é o caso do *blend M* dos graus de moagem 17,5 e 23 no sistema gama (γ) (figura 54).

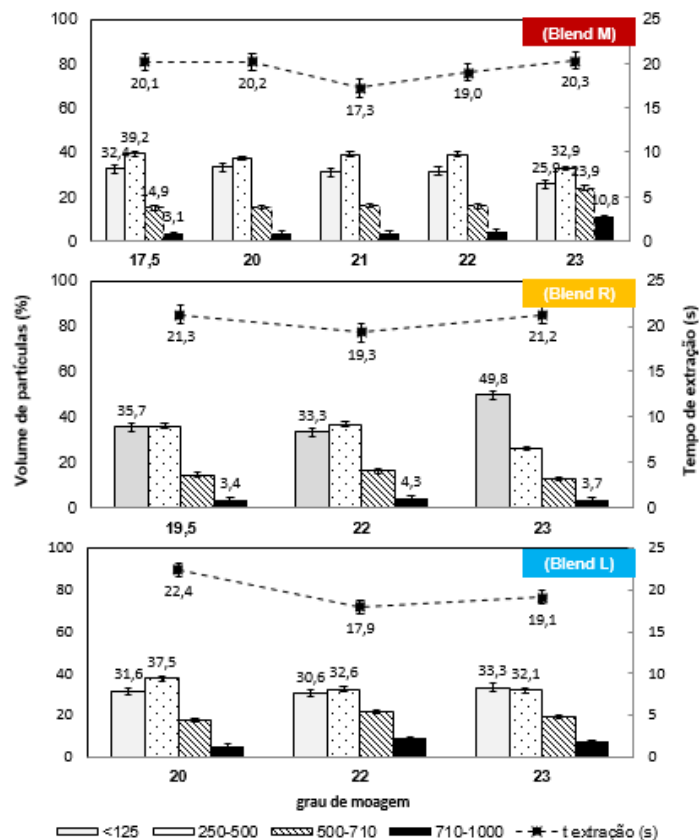


Figura 54. Comparação do tempo de extração (s) com a distribuição e dimensão das partículas (µm) dos blends M, R e L com diferentes graus de moagem na linha 9. (n=60)

Apesar de alguma heterogeneidade dos resultados a tendência geral sugere que a distribuição das partículas influenciou o tempo de extração dos produtos finais, evidenciando que as partículas de café moído de pequenas dimensões tendem a compactar, dificultando a passagem da água quente (85-95° C) originando uma extração mais demorada e conseqüentemente um maior arrastamento dos compostos solúveis e emulsionáveis indo de encontro com os resultados obtidos por Salamanca *et al.* (2017).

Um estudo mais sistemático e detalhado da distribuição das partículas poderá vir a detetar padrões de correlação com o tempo de extração.

4.4.1.5. pH

Os valores de pH obtidos nas bebidas de café expresso, extraídas em diferentes máquinas de cápsulas, adequados aos sistemas α , β e γ , apresentaram valores compreendidos entre 5,2 e 5,6. Verificou-se que independentemente da distribuição e dimensão das partículas, o blend M (90% robusta) apresentou valor de pH superior (5,5 – 5,6) aos *blends* R (5,2 – 5,4) e L (5,3) (figura 55).

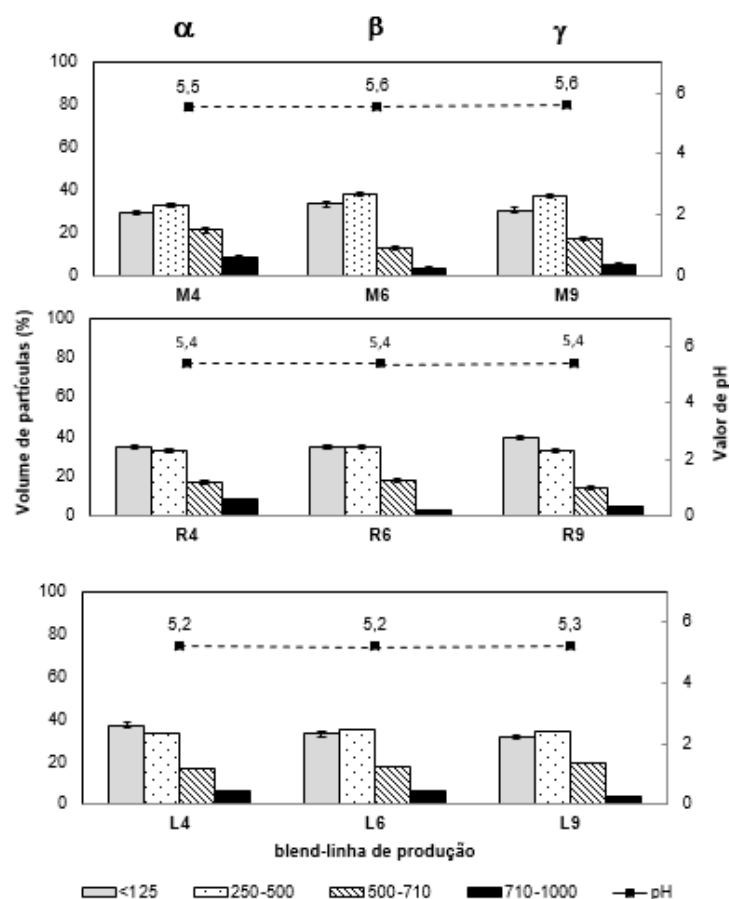


Figura 55. Comparação da distribuição e dimensão das partículas (μm) dos blends M, R e L com os valores de pH. (n=165)

Estes resultados evidenciam que o quanto maior for a percentagem de robusta mais elevado será o valor de pH. Estes valores vão de encontro com os resultados obtidos no estudo Parenti *et al* (2014) em que onde se verificou que o valor de pH é maior nos *blends* com maior percentagem de café robusta. Outros estudos atestam os resultados obtidos neste trabalho e demonstraram que o aumento da percentagem de café robusta no *blend* tende a diminuir a acidez do café, gerando um aumento do pH da bebida (Clifford, 1985; Clarke, 1986; Mendes, 1999; Moura *et al.*,2007; Albanese *et al.*, 2009). Segundo Moura *et al.* (2009), os *blends* com maior percentagem de café robusta proporcionam um aumento do valor de pH, densidade, teor de cafeína e teor de sólidos solúveis, reduzindo a humidade, a acidez e a doçura da bebida. Comparando os diferentes graus de moagem com os valores de pH, apesar de alguma heterogeneidade obtida, ocorre uma tendência nos *blends* M e R, de o pH ser superior nos maiores graus de moagem (maior distância entre mós) (figura 56). Será de esperar que o pH seja influenciado pela dimensão das partículas uma vez que o maior grau de moagem (moagem grossa) terá maior percentagem de partículas grandes e por isso o período de contacto entre o café moído e água durante a extração é menor, arrastando em menor número os ácidos orgânicos e conferindo uma bebida com menor acidez e pH superior.

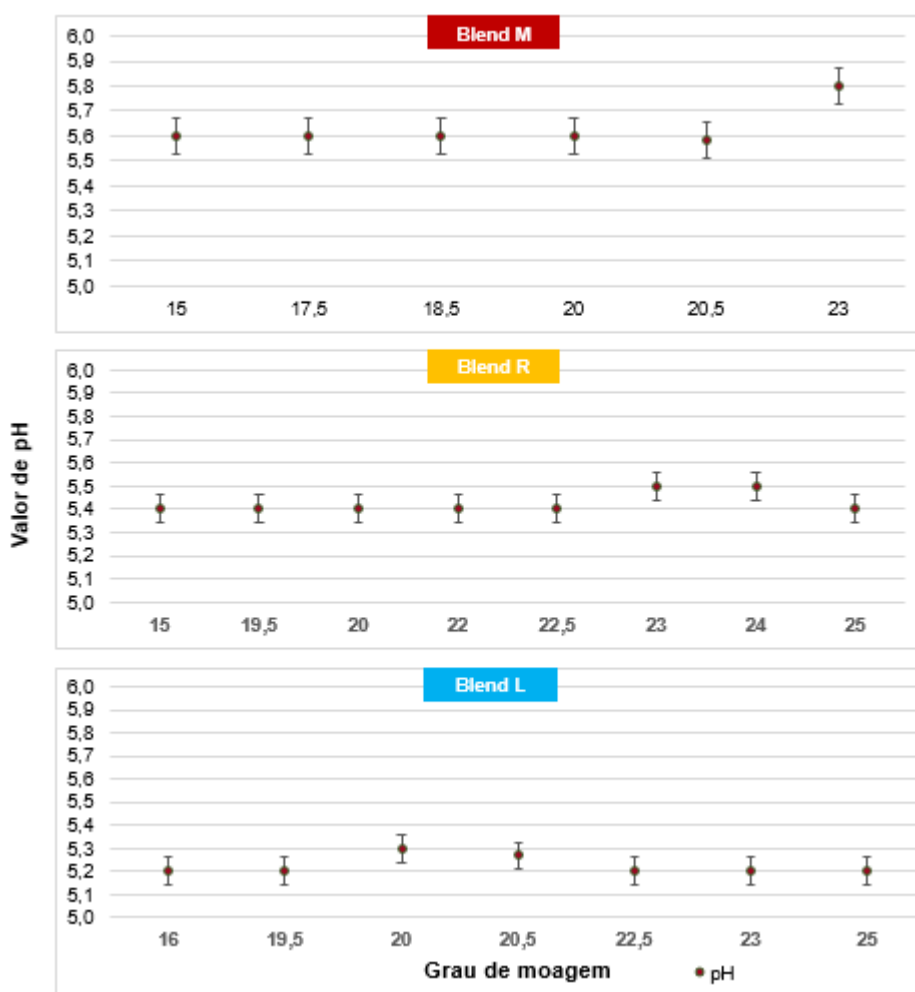


Figura 56. Influência do grau de moagem nos valores de pH dos blends M, R e L (n=115).

Segundo Severini *et al.* (2015) os valores de pH aumentam significativamente em função da dimensão das partículas dos cafés com maior grau de moagem, indo de encontro à tendência analisada para os cafés com maior teor de robusta neste trabalho. Já para o café 100% arábica, caracteristicamente mais ácido, não foi possível verificar este efeito com base nos resultados obtidos.

4.4.1.6. Extrato aquoso

A determinação do extrato aquoso permitiu verificar a percentagem de compostos solúveis na água quente, que influenciam a qualidade final da extração da bebida. Segundo o Decreto-Lei 78/13 o teor de extrato aquoso no café torrado deverá oscilar entre 20 e 35 % da matéria seca. Verificou-se que os três *blends* em estudo apresentaram extrato aquoso mínimo de 24,3 % e máximo de 27,5 % (tabela 23), indicando que nenhum dos produtos estudados ultrapassaram os limites estipulados pelo Decreto-Lei.

Tabela 23. Valores médios de extrato aquoso dos três *blends* (M, R e L) com diferentes graus de moagem.

<i>Blend</i>	Grau de moagem	Extrato aquoso (%)
M	20	27,0 ± 0,7
	22	26,1 ± 0,8
	23	24,5 ± 1,9
R	19,5	27,5 ± 0,9
	23	26,1 ± 1,8
L	20	24,3 ± 1,3
	22	25,2 ± 0,6

Os resultados são expressos pela média ± desvio padrão

Verificou-se que, no caso do *blend* M, o extrato aquoso é superior, ocorrendo maior extração de partículas solúveis, com o menor grau de moagem, ou seja, com discos mais próximos e particulação mais fina (figura 57). Esta tendência também se verificou no caso dos *blends* R e L.

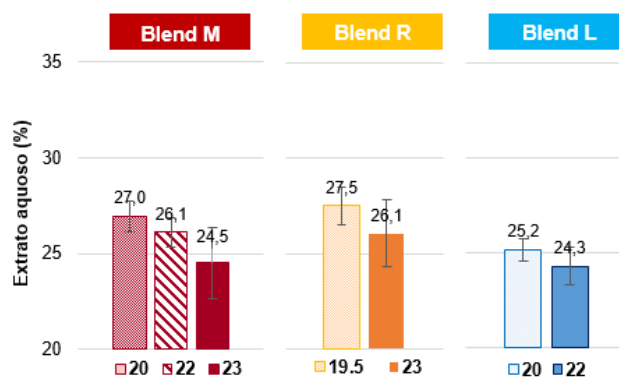


Figura 57. Influência do grau de moagem na percentagem de extrato aquoso nos *blends* M, R e L (n=21).

Através da análise de dimensão das partículas por difração a laser verificou-se que o *blend M* (figura 58) com grau de moagem 20, com maior extrato aquoso (27,1%) possui uma maior percentagem de partículas inferiores a 125 μm ($33,5 \pm 0,2 \%$), relacionando-se diretamente com a menor distância entre os discos do moinho, e velocidade de extração, quando comparado com grau de moagem 22 ($31,4 \pm 0,1 \%$) e o grau de moagem 23 ($25,9 \pm 0,5 \%$) que origina um menor extrato aquoso (24,5 %).

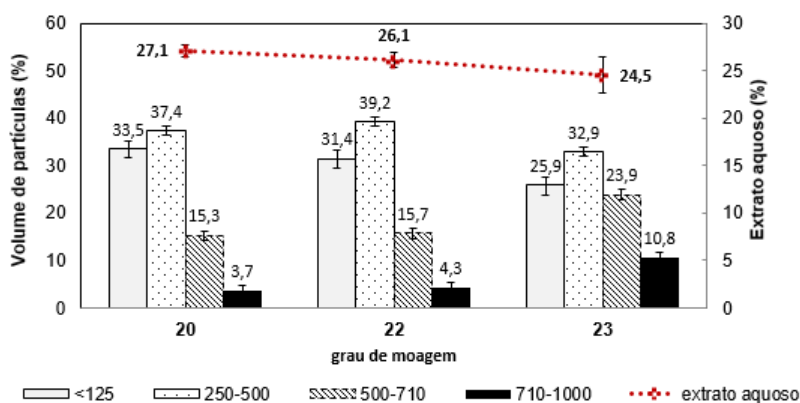


Figura 58. Comparação da distribuição de partículas do *blend M* com o extrato aquoso (%) (n=9).

A percentagem de extrato aquoso do *blend R* é igualmente superior no menor grau de moagem (19,5). Contrariamente a M, o *blend R* (figura 59) com grau de moagem 19,5 apresentou menor percentagem de partículas pequenas ($35,7 \pm 0,2 \%$) do que o grau de moagem 23 ($49,8 \pm 0,1 \%$) no entanto, apresentou mais partículas na gama 250-500 μm .

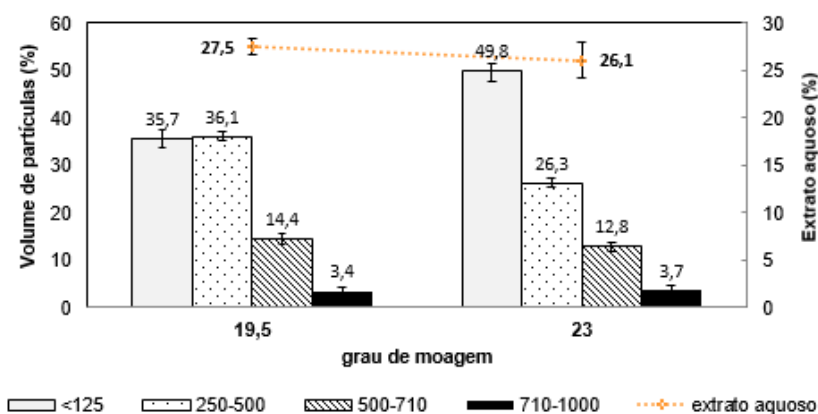


Figura 59. Comparação da distribuição de partículas do *blend R* com o extrato aquoso (%) (n=6).

No caso do *blend L* (figura 60), o maior extrato aquoso foi igualmente obtido com a moagem mais fina (grau de moagem 20) que apresentou maior percentagem de partículas abaixo de 125 μm e entre 250-500 e tempo de extração superior (22,4s) comparativamente com o grau de moagem 22 (17,9 s).

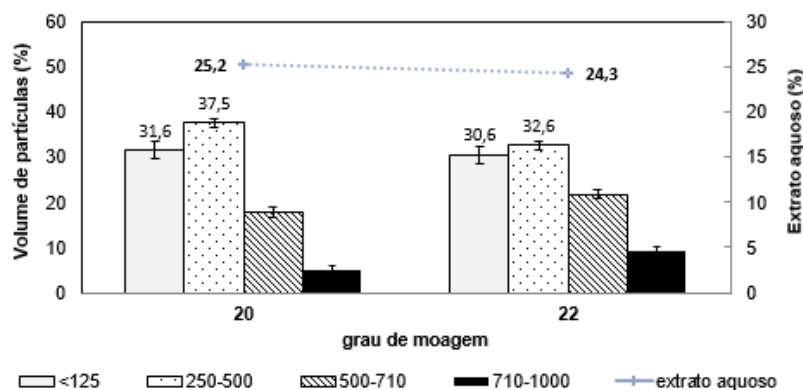


Figura 60. Comparação da distribuição de partículas do *blend* L com o extrato aquoso (%) (n=6).

Constatou-se que a percentagem de extrato aquoso é superior nos *blends* com maior proporção de robusta e que o menor grau de moagem dos diferentes *blends* M, R e L origina maior percentagem de extrato aquoso, relacionando-se diretamente com maior percentagem de partículas pequenas que tendem a compactar e aumentar o tempo de contacto entre a água e o café moído, acabando por arrastar maior número de compostos solúveis.

4.4.2. Parâmetros sensoriais da bebida

Geralmente os apreciadores do café expresso português associam um café encorpado e aromático com um bom creme espesso e cor de avelã. A preparação deste tipo de café exige que diversos parâmetros sejam cumpridos que passam pela compra de café verde de alta qualidade, passando pela definição do perfil de torra, pela padronização da moagem e pela expressão da bebida.

O painel sensorial Kaffa, constituído por provadores peritos e qualificados, efetuou um pequeno estudo (n=3-5 lotes para cada variante) tendo analisado através da metodologia implementada na Kaffa (Pintão, 2014) e comparado propositadamente para este trabalho as amostras dos vários *blends* M, R e L produzidos com os diferentes graus de moagem.

O *blend* M (90% robusta) apresentou um creme intenso e persistente, aroma fino, baixa acidez, sabor predominantemente amargo, gosto residual evidente e bebida encorpada (figura 61).

Verificou-se que os lotes do *blend* M com grau de moagem superior (21) apresentavam menos quantidade de creme, com menor consistência, menos corpo, menor amargor e gosto residual o que se pode relacionar com a passagem mais rápida da água e com menor arrastamento de substâncias solubilizáveis e emulsionáveis. Já as moagens mais finas (15; 18,5) conduziram a uma quantidade, consistência e persistência de creme máximas, maior corpo e gosto residual.

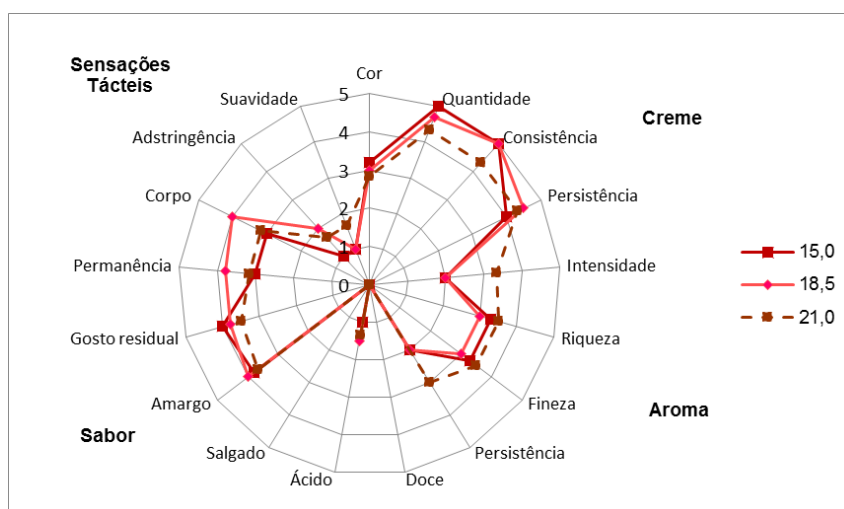


Figura 61. Influência do grau de moagem nos parâmetros sensoriais do blend M (n=3-5).

Na figura 62 podem observar-se alguma variabilidade das características estudadas em função da moagem, como é o caso do aumento da suavidade e da intensidade do aroma para moagens superiores e do corpo para moagens com maior teor de partículas pequenas.

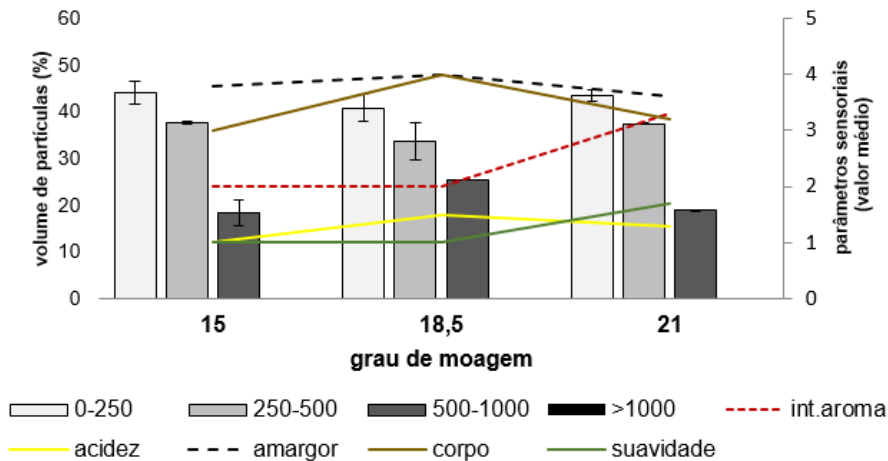


Figura 62. Influência da distribuição das partículas e nos parâmetros sensoriais do *blend M* (n=3-5).

No *blend R*, caracterizado por possuir aroma rico e fino, suavidade e corpo intermédios, com moagens mais finas (15 e 19,5), verificou-se maior riqueza e fineza do aroma e melhores características do creme, assim como maior suavidade muitas vezes relacionada com maior extração de lípidos. No seguimento dos resultados obtidos no *blend M*, constata-se que os menores graus de moagem serão mais adequados para estes cafés encapsulados, uma vez que menor grau de moagem origina maior quantidade de partículas pequenas resultando no aumento do tempo de extração da bebida e arrastando um maior volume de moléculas aromáticas e tácteis.

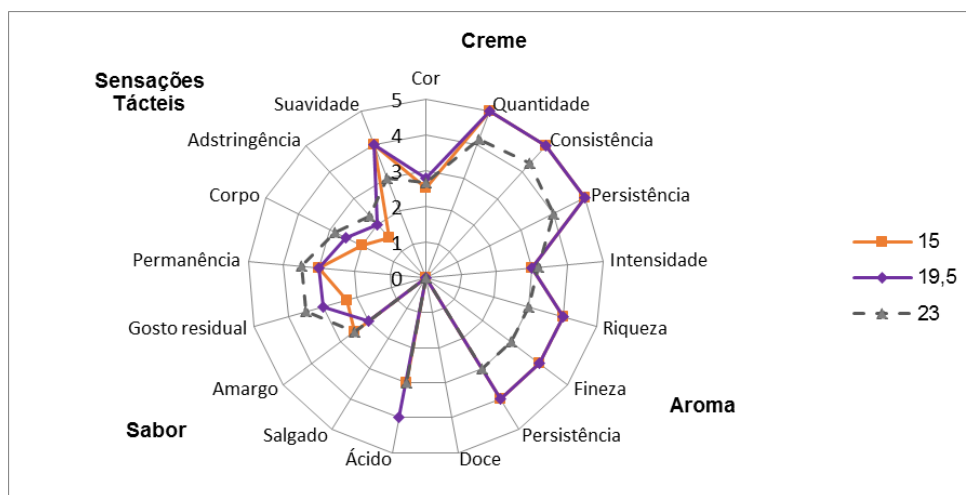


Figura 63. Influência do grau de moagem nos parâmetros sensoriais do *blend R* (n=3-5).

O *blend L* devido à sua composição apresentou o aroma mais intenso, rico e persistente, elevada suavidade, baixo corpo e amargor e acidez marcada (figura 64). Verificou-se que para diferentes graus de moagem se podem obter ligeiras diferenças no perfil de análise sensorial, nomeadamente a nível da acidez, do aroma e da adstringência (pouco significativo).

O aroma mais marcante e rico dos cafés arábicas parece ser evidenciado nas moagens mais finas (20 e 20,5) tal como a capacidade de extração de cafeína (amargor), ácidos e fenóis (adstringência).

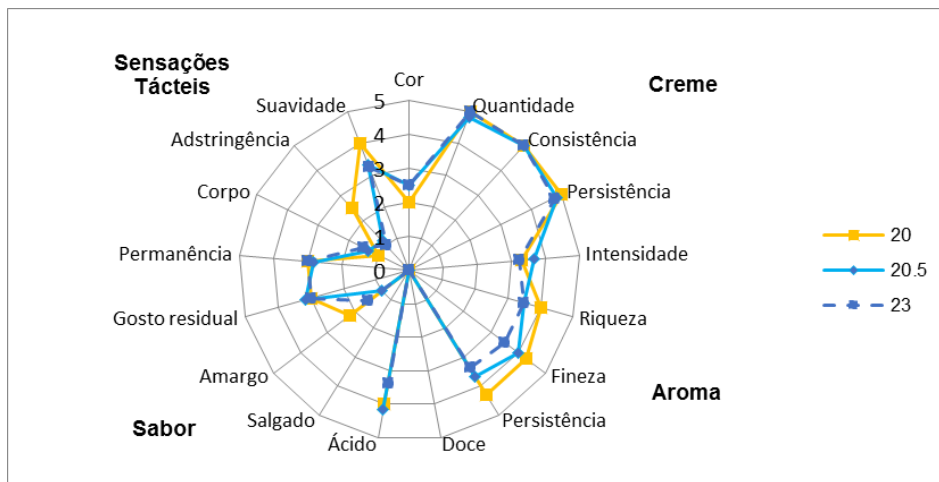


Figura 64. Influência do grau de moagem nos parâmetros sensoriais do blend L (n=3-5).

4.4.3. Concentração fenóis e atividade antioxidante

4.4.3.1. Fenóis totais

A qualidade da bebida está diretamente relacionada com os constituintes químicos do café, nomeadamente os compostos voláteis, fenólicos, ácidos gordos, açúcares e cafeína.

Os compostos fenólicos, além de contribuírem para o sabor característicos do café são conhecidos pelas propriedades fisiológicas e farmacológicas que conferem benefícios para a saúde humana, como a atividade antioxidante. Entre os principais componentes da fração fenólica figuram os ácidos clorogénicos, considerados os mais importantes e os que se apresentam em maior quantidade nos grãos de café verde.

A atividade antioxidante de compostos fenólicos deve-se principalmente às suas propriedades redutoras e estrutura química. Essas características desempenham um papel importante na neutralização de radicais livres agindo tanto na etapa de iniciação como no desencadeamento do processo oxidativo.

A extração de cafés expresso, dos vários *blends* e moagens em estudo seguida de avaliação da concentração total de fenóis permitiu verificar que o grau de moagem (a distância entre as mós) influenciou marcadamente a concentração de fenóis totais extraída. Esta concentração, expressa em ácido gálico, foi superior ($12,3 \pm 0,1$ g/l) para o maior grau de moagem (23) do que para os graus de moagem inferiores (22 e 21) com cerca de 11,3 e 8,9 g/l de fenóis respetivamente (figura 65).

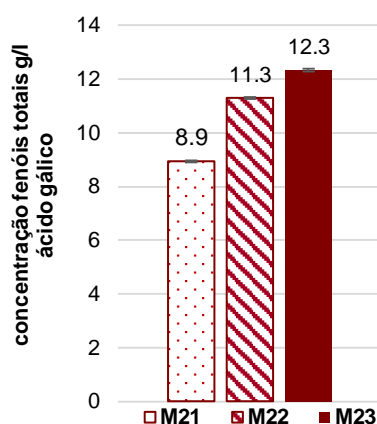


Figura 65. Influência do grau de moagem, no *blend* M, na concentração de fenóis totais (g/l de ácido gálico) (n=3).

Os resultados obtidos neste ensaio contrastam com os observados na determinação de extrato aquoso, em que as moagens mais finas são as que apresentam os maiores valores de extrato aquoso a quente, levantando a questão que o processo de solubilização dos fenóis por expressão ocorre de uma forma diferente e facilitada nas moagens mais grossas.

Quando se comparou o teor de fenóis entre diferentes *blends* nas mesmas granulometrias, (M com L no grau de moagem 22 e M com R no grau de moagem 23 verificou-se que a maior proporção de robusta do *blend* M leva a um maior teor de fenóis totais (figura 66).

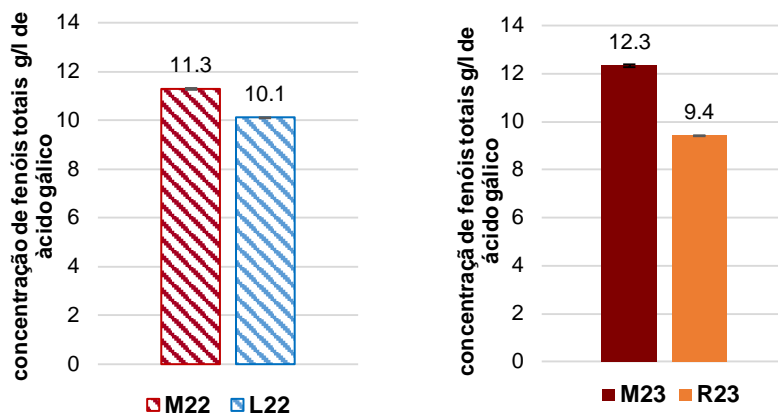


Figura 66. Influência do grau de moagem na concentração de fenóis totais (g/l de ácido gálico) em diferentes *blends* (n=3).

Fernandes *et al.* (2000), verificaram que o café arábica apresentou teores de polifenóis inferiores comparativamente com o café robusta. Segundo Fernandes *et al.* (2003), o teor de polifenóis nos arábicas oscilou entre 4,2 e 4,3 % enquanto que o café robusta foi de 6,2 %. Lima *et al.*, 2010, ao determinar o conteúdo de polifenóis de dois tipos de bebida do café submetido a diferentes processamentos (integral e descafeinização) verificou que a concentração de polifenóis foi de 4,1 e 4,7 g equivalentes ácido tânico/100 g de café.

A concentração de fenóis totais pode ser correlacionada com outros parâmetros analisados como o pH (devido à presença de ácidos fenólicos), e os atributos sensoriais acidez (ácidos fenólicos) e adstringência (devida aos taninos). Tanto os ácidos fenólicos como os taninos são compostos com importante atividade antioxidante. Os ácidos fenólicos são muitas vezes mais abundantes em certas origens de arábica enquanto os taninos possuem maior concentração importantes nos robustas o que pode explicar os valores superiores encontrados no *blend* M.

Os flavonoides são fenóis com duplas ligações, caracteristicamente com elevada atividade antioxidante. A análise dos flavonoides presentes nos *blends* M e R com o mesmo grau de moagem (23) apresentou a mesma tendência encontrada para os fenóis totais, ou seja, o *blend* M com maior proporção de robusta é o que apresenta maior concentração de flavonoides (figura 67). O *blend* M com 90% de robusta apresenta maior teor destes compostos do que o *blend* R com 40% de robusta, sugerindo que quanto maior for a percentagem de robusta que compõe o *blend* maior será a percentagem de flavonoides.

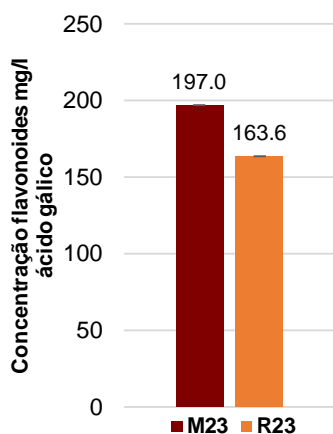


Figura 67. Concentração de flavonoides (mg/l de ácido gálico) no blend M e R com grau de moagem 23 (n=3).

Os resultados obtidos seguem a mesma tendência que os fenóis totais, ou seja, o produto com maior proporção de robusta apresenta concentração superior de flavonoides. O *blend* M apresenta maior teor destes compostos do que o *blend* R (40% de robusta), sugerindo que para o grau de moagem 23, quanto maior for a percentagem de robusta que compõe o *blend* maior será a percentagem de flavonoides.

A maior ou menor riqueza em fenóis totais e especificamente em taninos e flavonoides dos vários blends e a diferente moagem utilizada na sua extração poderá permitir obter produtos finais com diferente atividade antioxidante.

4.4.3.2. Atividade antioxidante

A avaliação da atividade antioxidante pelos métodos ABTS e FRAP permitiu determinar a capacidade antioxidante na bebida de café com diferentes proporções de robusta e arábica, e com diferentes graus de moagem. Os resultados sugerem que o *blend* M (90% robusta) apresenta uma capacidade antioxidante superior em todas as granulometrias comparativamente com o *blend* R e L, respetivamente com 60% e 100 % de arábica (tabela 24).

Tabela 24. Capacidade antioxidante avaliada pelos métodos ABTS e FRAP nos *blends* M, R e L com diferentes graus de moagem.

Amostra	Atividade antioxidante	
	ABTS	FRAP
M21	32,8 ± 0,04	57,8 ± 0,01
M22	34,9 ± 0,01	84,1 ± 0,04
M23	65,2 ± 0,04	94,3 ± 0,01
R23	41,9 ± 0,04	64,9 ± 0,01
L22	24,9 ± 0,02	77,9 ± 0,01

Os resultados apresentados correspondem à média ± desvio padrão (n=3)

Pelo método ABTS, verificou-se uma correlação direta entre as diluições e a atividade antioxidante expressa em equivalentes trolox, verificando-se a mesma tendência no *blend* M (figura 68).

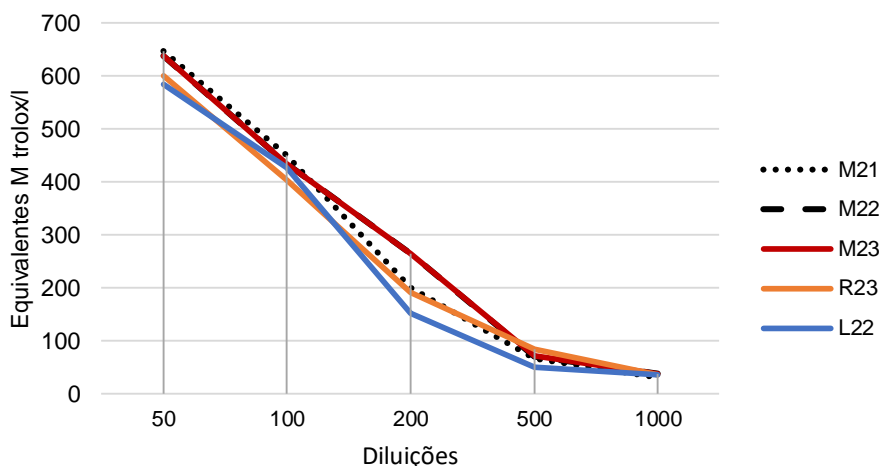


Figura 68. Atividade antioxidante dos blends M, R e L pelo método ABTS em diferentes diluições (n=3).

Os polifenóis totais presentes no café possuem uma correlação elevada com a capacidade antioxidante (Tabart *et al.*, 2009; Vignoli *et al.*, 2011). A relação entre o teor de polifenóis totais e a capacidade antioxidante já tem sido evidenciada em outros produtos alimentares (Tabart *et al.*, 2009). Neste contexto, o método FRAP evidenciou elevada presença de atividade antioxidante,

equivalente a 58-94 g do agente antioxidante trolox, que se correlaciona diretamente com o teor de fenóis nos vários *blends* (figura 54 e 55). Estes resultados sugerem que a moagem mais grossa (23) potencia a atividade antioxidante no produto final M (90% robusta).

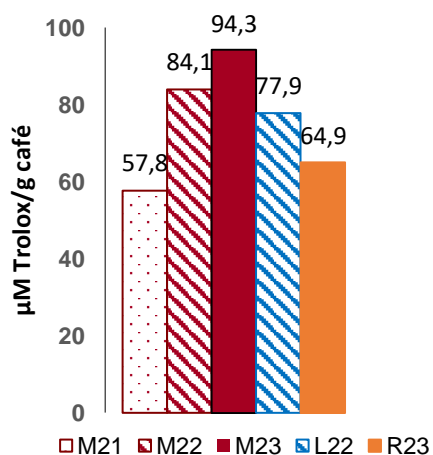


Figura 69. Influência do grau de moagem na atividade antioxidante pelo método FRAP na bebida de café (*blends* M, R e L) (n=3).

O interesse de compreender a influência do grau de moagem e consequente distribuição de partículas nos fenóis totais extraídos dos vários *blends* para aumentar a sua potencial atividade antioxidante ficou patente e seria importante aprofundar com maior número de dados e condições para confirmar as tendências observadas.

5. CONCLUSÕES

Neste trabalho foi possível compreender o processo de transformação de café verde até ao café encapsulado, aprender as metodologias utilizadas no controlo de qualidade de café torrado moído e ainda a possibilidade de aprofundar conhecimento na operação unitária moagem com vários tipos de moinhos e para vários produtos. A disponibilidade de dois equipamentos específicos para avaliação da granulometria de cafés torrados por peneiração e difração a laser com álcool isopropílico como agente dispersante permitiu comparar as duas metodologias e verificar as vantagens e potencialidades das duas metodologias e estabelecer novos procedimentos adequados ao estudo e controlo de qualidade de café torrado moído.

A avaliação da distribuição das partículas permitiu caracterizar produtos obtidos após uma fase de pré-moagem desenvolvida para reduzir o tempo de desgaseificação e otimizar as fases posteriores de produção de café encapsulado, tendo-se correlacionando uma menor distância entre rolos com uma moagem mais fina.

A técnica de difração a laser, recentemente aplicada a café, revelou-se mais eficaz do que a torre de crivos, para o tipo de granulometria adequado às máquinas de extração de café torrado encapsulado. Este equipamento permite separar as partículas de dimensão inferior que tendem a compactar nos crivos aumentando as frações superiores e permite um conhecimento muito mais detalhado de toda a distribuição de partículas. Contudo, o analisador de partículas por difração a laser não é adequado para produtos com granulometria superior a 2000 μm (pré-moídos), sendo mais adequado recorrer à torre de crivos.

Concluiu-se que a técnica de difração a laser fornece um método robusto para monitorizar o tamanho das partículas de café torrado moído, permitindo controlar de forma reprodutível a moagem, a conformidade dos produtos face às suas especificações técnicas e a sua manutenção ao longo do tempo. Permitiu ainda relacionar a necessária afinação dos moinhos de cada linha com os padrões de distribuição das partículas e as características de qualidade dos produtos finais.

A otimização do procedimento e utilização do equipamento de análise por difração a laser, efetuado no decurso do estágio, permitiu obter curvas de distribuição de partículas reprodutíveis (CV 5-10%), numa escala de 0,01-1500 μm e nas gamas de dimensões 0-250, 250-500, 500-1000 e > 1000 μm . Este estudo permitiu uma definição mais rigorosa da Especificação Técnica dos produtos finais e para comparar com o histórico de resultados de técnicas anteriormente utilizadas para avaliar a granulometria do café moído e face às exigências de desenvolvimento de novos produtos para potenciais clientes.

A análise das partículas foi apresentada de forma simplificada em gamas de partículas com o intuito de comparar com o histórico de resultados de peneiração por crivos nessas mesmas gamas. Os estudos efetuados e conclusões apresentadas são válidas para os graus de moagem estudados, mas terá que ser alargada a todo o espectro de graus de moagem utilizadas em cada linha.

Foi possível caracterizar a distribuição média das partículas dos *blends* M, R e L, produzidos durante o estágio, quer na sua totalidade quer diferenciando por sistemas de cápsulas/linhas de produção e ainda por graus de moagem. A dificuldade de comparação com base nas curvas fornecidas pelo A22 foi ultrapassada pela análise estatística por MANOVA (testes Fisher LSD e Tukey HSD). Este estudo estatístico permitiu analisar as diferenças significativas. Com esta ferramenta será possível que a empresa perceba se os seus produtos moídos estão a ser produzidos da mesma forma em diferentes linhas ou proceder às afinações necessárias para padronizar a granulometria e conseqüente extração e características finais da bebida.

Para avaliar a influência da distribuição das partículas nas características dos produtos procedeu-se a uma comparação de vários parâmetros físico-químicos e sensoriais dos vários *blends* em que a distribuição de partículas fora estudada tendo-se encontrado alguns aspetos correlacionáveis com o grau de moagem e distribuição das partículas nomeadamente no extrato aquoso e em alguns atributos sensoriais como o creme, o aroma ou o corpo. Este modelo poderá vir a ser desenvolvido e implementado pela empresa para de uma forma sistemática contribuir para o controlo da qualidade do produto e dos processos.

Os valores da atividade antioxidante, tanto avaliados pelo método ABTS como pelo método FRAP, foram significativamente elevados e proporcionais ao teor de fenóis totais apresentados por cada *blend* e cada moagem. Verificou-se um padrão semelhante tanto no teor de fenóis como na atividade antioxidante influenciados pelo grau de moagem e composição do *blend*. Os flavonoides presentes podem ser responsáveis por esta atividade, no entanto, atendendo à acidez e à adstringência pelos *blends* seria importante analisar os teores de taninos e de ácidos fenólicos presentes em cada *blend* e cada grau de moagem. A atividade antioxidante encontrada pelos dois métodos estudados está de acordo com a encontrada na literatura, sendo de interesse um maior aprofundamento do efeito relevante do grau de moagem e da distribuição de partículas. A inovação e desafio representado pela otimização da utilização deste novo equipamento de avaliação de partículas e a sua interação com outros aspetos do controlo de qualidade de cafés permitiu que este estágio fosse extremamente útil e eficaz para uma adequada preparação para o mercado de trabalho. Com esta dissertação pretendeu-se sintetizar vários meses de trabalho e numerosos dados que ultrapassaram o âmbito da dissertação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abrahão, S., Pereira, R., Lima, A., Ferreira, E. e Malta, M. (2008). Compostos bioativos em café integral e descafeinado e qualidade sensorial da bebida. *Pesq. Agropecuária. Brasil*, 43 (12): 1799-1804.
- Abrahão, S., Pereira, R., Lima, A., Ferreira E e Malta M. (2010). Compostos bioativos e atividade antioxidante do café (*Coffea arabica* L.). *Revista Ciênc. Agrotec*, Lavras, 34: 414-420.
- AICC. (2016). *Associação Industrial e Comercial do Café*. Disponível em: <http://aicc.pt/origem/>, consultado a 8 de abril de 2017.
- AICC. (2016a). *Associação Industrial e Comercial do Café*. Disponível em <http://aicc.pt/projecto/>, consultado a 5 de janeiro de 2018
- Albanese, D., Di Matteo, M., Poiana, M., e Spagnamusso, S. (2009). Espresso coffee (EC): Study of thermal profile during extraction process and influence of water temperature on chemical-physical and sensorial properties. *Food Research International*, 42: 727-732.
- Almeida, M. e Benassi, M. (2011). Atividade antioxidante e estimativa do teor de melanoidinas em cafés torrados comerciais. *Semina: Ciências, Agrárias, Londrina*, 32 (1): 1893-1900.
- Alves, G., Campos, C., Moretto, E., Philippi, J., Archer, R., Goulart, R. e Goulart M. (1989). *Controle de qualidade dos cafés comercializados em Santa Catarina no segundo semestre de 1986*. *Boletim Bromasc*, [S.l.], 1: 72-80.
- Alves, R., Almeida, I., Casal, S. e Oliveira M. (2010). Method development and validation for isoflavones quantification in coffee. *Food Chemistry*, 122 (3): 914-919.
- Antunes, F. (2016). *Estudo da capacidade antioxidante da Physalis e revisão da sua aplicação na área da saúde*. Dissertação de Mestrado Integrado em Ciências Farmacêuticas, Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz, pp. 43-47.
- Andueza, S., Peña, M., e CID C. (2003). Chemical and sensorial characteristics of espresso coffee as affected by grinding and torrefacto roast. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51: 7034-7039.
- Araújo, J. (2001). *Química de Alimentos: Teoria e Prática*. 2ª ed. Viçosa: UFV.
- Azevedo, S. (2004). *Tudo o que você sempre quis saber sobre café*. Lisboa. Produções Editoriais.
- Banks, M., McFadden, C. e Atkinson, C. (2000). *Manual Enciclopédico do Café*. Lisboa: Editorial Estampa.
- Belitz, H., Grosch, W. e Schieberle P. (2009). *Food chemistry. Springer* (chapter 21), 4: 1070.
- Berbert, P., Queiroz, D., Sousa, E., Molina, M., Melo, E. e Faroni, L. (2001). PH—Postharvest Technology: Dielectric Properties of Parchment Coffee. *Journal of Agricultural Engineering Research*, 80(1): 65-80.
- Bicho, N., Lidon, F., Ramalho, J., Leitão, A., e Oliveira, J. (2005). Caracterização física do café verde numa perspetiva da qualidade alimentar e do valor comercial. *Biol. Veg. Agro-industrial*, 2: 269-292.
- Bicho, N., Oliveira, J., Lidon, F., Ramalho, J. e Leitão, A. (2011). *O Café: origens, produção, processamento e definição de qualidade*. Lisboa escolar editora.
- Buffo, R. e Cardelli-Freire, C. (2004). Coffee flavour: an overview. *Flavour and Fragrance Journal*, 19 (2): 99-104.
- Butt, M. e Sultan, M. (2011). Coffee and its consumption: benefits and risks. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 51 (4): 363–373.

- Borrelli, R., Visconti, A., Mennella, C., Anese, M. e Fogliano, V. (2002). Chemical characterization and antioxidant properties of coffee melanoidins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 6527–6533.
- Bowen, P. (2002). Particle Size Distribution Measurement from Millimeters to Nanometers and from Rods to Platelets. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 23 (5): 631-662.
- Campos, H. e Baylin, A. (2007). Coffee consumption and risk of type 2 diabetes and heart disease. *Nutrition Reviews*, 65 (4): 173-179.
- Caprioli, G., Cortese, M., Sagratini, G. e Vittori, S. (2015). The influence of different types of preparation (espresso and brew) on coffee aroma and main bioactive constituents. *Food Composition and Analysis*, 66 (5): 505-513.
- Cardello, A. (1995). Food quality: relativity, context and consumer expectations. *Food quality and preference*, 6: 163-170.
- Cardoso, A. (1994) *Café-Cultura e tecnologia primária*. Instituto de Investigação Tropical, 169.
- Carrêlo, M. (2014). *A influência da marca nespresso no comportamento de compra da máquina e cápsulas de café*. Dissertação de mestrado publicidade e marketing. Escola Superior de Comunicação Social. Lisboa.
- Carvalho, V., Chagas, S., e Chalfoun S. (1997) Fatores que afetam a qualidade do café. In: *Informe Agropecuário*, 18, pp. 5-20.
- Casal, S. (2004). *Compostos nitrogenados do café: Desenvolvimento de metodologias analíticas e sua aplicação na discriminação de espécies e no controlo da intensidade da torra*. Dissertação de doutoramento Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto. Porto.
- Castillo, M., Ames, J. e Gordon, M. (2002). Effect of roasting on the antioxidant activity of coffee brews. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50: 3698-3703.
- Cepeda, M. (2012). *Caraterização e avaliação da bioatividade do café instantâneo*. Dissertação de mestrado em Bioquímica, Universidade de Aveiro Departamento de Química.
- Chen, Z., Guo, G. e Deng, S. (2009). Isothermal titration calorimetry study of the interaction of sweeteners with fullerenols as na artificial sweet taste receptor model. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57 (7): 2945-2954.
- Clarke, R. (1987). Grading, Storage, Pre-treatments and Blending. *Coffee Technology*, London, 2, pp. 35-58.
- Clarke, R. e Vitzthum, O. (2001). *Coffee: Recent Developments*. Blackwell Science, Oxford.
- Clarke, R., Caballero, B., Trugo, L. e Fingias, P. (2003). *Green coffee*. Encyclopedia of Food Science and Nutrition, Eds.: Academic Press, London, pp. 1481-1487.
- Colombini. (2013). *Colombini TA250-400*. Disponível em: <http://www.icoperfex.it/en/grinders/range-of-grinding-machines/ta-series/colombini-ta250-400.html>, consultado a 20 de novembro de 2017.
- Colombini. (2015). *Grinding Icoperfex Disc System*. Report Colombini.
- Colombini. (2016). *Manual 250/400 series Industrial Grinder*. Edition 7.
- Correia, A. (1995). *Manual da Tecnologia do Café*. Associação de Técnicos de Culturas Tropicais, Porto, pp. 177.
- Correia, M. (1990). *Influência da torra na evolução dos ácidos clorogénicos do café*. Dissertação de Doutoramento, Instituto Superior de Agronomia. Universidade Técnica de Lisboa, pp. 281.
- Dicum, G. e Luttinger, N. (1999). *The coffee book: anatomy of an industry from crop to the last drop*. New Press.

Dotti, J. (2015). *Nicola Cafés Capsules Compatible with Nespresso Machines: Risky Marketing Decision*. Dissertation MSc in Business Administration at Universidade Católica Portuguesa. Lisboa.

EUFIC. (2010). *European Food Information Council: Caffeine and health*. Disponível em: <http://www.eufic.org/article/en/page/FTARCHIVE/artid/caffeine>, consultado a 27 de fevereiro de 2017.

Esquivel, P. e Jiménez, V. (2012). Functional properties of coffee and coffee by-products. *Food Research International*, 46(2): 488-495.

Euromonitor. (2017). *Ranked: Top 25 Coffee-Drinking Countries- Fresh vs Instant*. Disponível em: <https://blog.euromonitor.com/2017/09/ranked-top-25-coffee-drinking-countries-fresh-vs-instant.html>, consultado a 16 de março de 2018.

Fabbri, A., Cevoli, C., Alessandrini, L. e Romani, S. (2011). Numerical modeling of heat and mass transfer during coffee roasting process. *Journal of Food Engineering*, 105(2):264-269.

Farah, A., Monteiro, M., Calado, V., Franca, A. e Trugo, L. (2006) *Correlation between cup quality and chemical attributes of Brazilian coffee*. *Food Chemistry*, 98(2):373-380.

FAO. (2015) *FAO Statistical Pocketbook Coffee 2015*. Rome, pp. 14-18.

Fernandes, J. e Ferreira, M. (2000). Combined ion-pair extraction and gas chromatography-mass spectrometry for the simultaneous determination of diamines, polyamines and aromatic amines in Port wine and grape juice, *Journal of Chromatography A*, 886: 183-195.

Fernandes, S., Pereira, R., Pinto, N., Nery, M. e Pádua, F. (2003). Constituintes químicos e teores de extrato aquoso de cafés arábica (*Coffea arabica* L.) e Conilon (*Coffea canephora* Pierre) torrados. *Ciência e Agrotecnologia*, 27(5):1076-1081.

Ferrão, J. (2005). *A aventura das plantas e os descobrimentos portugueses*. Lisboa: Chaves Ferreira Publicações S. A.

Ferrão, J. (2009). *O Café, a bebida negra dos sonhos claros*. Lisboa, Chaves Ferreira Publicações.

Filho, T., Lucia, S., Saraiva, S. e Lima, R. (2015). Características físico-químicas de bebidas de café tipo expresso preparadas a partir de blends de café arábica e conilon. *Rev.Ceres, Viçosa* 62(4):333-339.

Fritsch. (2014). *Fritsch GmbH: Milling and Sizing*. Software manual MaS Control, version 9.

Fritsch. (2018). *ISO 13320*. Disponível em <http://www.fritsch-international.com/particle-sizing/static-light-scattering/iso-13320/> consultado a 26 de janeiro de 2018.

Fritsch. (2018a). *Particle sizing*. Disponível em <http://www.fritsch-international.com/particle-sizing/static-light-scattering/details/product/laser-particle-sizer-analysette-22-wet-dispersion-unit/>, consultado a 15 de março de 2018.

Hattox, R. (1985). *Coffee and coffeehouses: the origins of a social beverage in the medieval near east*. University of Washington Press, pp. 178.

Higdon, J. e Frei, B. (2006). Coffee and health: a review of recent human research. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, Philadelphia, 46 (2): 101-123.

ICO. (2010). *International Coffee Organization: Bean to cup - Botanical Aspects*. Disponível em http://www.ico.org/botanical.asp?section=About_Coffee, consultado a 25 de novembro de 2017.

ICO. (2012). *Tendências do consumo de café em países importadores selecionados*. Conselho Internacional do café 109ª sessão, Londres. Disponível em <http://www.ico.org/documents/icc-109-8p-trends-consumption.pdf> consultado a 31 de maio 2017.

- ICO. (2017). *International Coffee Organization: Coffee statistics 2015*. Disponível em https://infogram.com/_/S268nTQ9nsOy58h5VJZH consultado a 26 de janeiro de 2018.
- ICO. (2018). *International Coffee Organization: Relatório sobre o mercado de café fevereiro 2018*. Disponível em <http://www.ico.org/>, consultado a 14 de fevereiro de 2018.
- Illy, E. (2002). The complexity of coffee. *Scientific American*, 6: 92–98.
- Illy, E. e Navarini, L. (2011). Neglected food bubbles: The espresso coffee foam. *Food Biophysics*, 6: 335-348.
- Illy, A. e Viani, R. (1995). Espresso Coffee: the chemistry of quality. *Academic Press Limited*, London.
- Illy, A., Viani, R., Illy, E., Macrae, R., Petracco, M., Sondahl, M. e Valussi, S. (1998). *Espresso Coffee: The Chemistry of Quality*, 3rd ed. London.
- Illy, A. e Viani, R. (2004). *Espresso Coffee: The Science of quality*. Academic Press. 2nd Edition.
- Illy. (2014). *Illy café*. Disponível em <http://www.illy.com/wps/wcm/connect/pt/coffee/cafe-mundo>, consultado a 11 de novembro de 2017.
- Jillavenkatesa, A., Dapkunas, S. e Lum, L-S. (2001). Particle Size Characterization. National Institute of Standards and Technology
- Kaffa. (2017). *Controlo de qualidade do produto*. Procedimentos SIG Kaffa, Rio de Mouro, Portugal.
- Kaffa. (2018). *Kaffa cafés*. Disponível em <http://kaffa.pt/kaffa-a-empresa/qualidade/> consultado a 25 de fevereiro de 2018.
- Labuza, T., Cardelli, C., Anderson, B. e Shimoni, E. (2001) Physical Chemistry of roasted and ground coffee: shelf life improvement for flexible packaging, *In: Proceedings of the 19th International Scientific Colloquium on Coffee*.
- LeRoy, T., Ribeyre, F., Bertrand, B., Charmetant, P., Dufour, M., Montagnon, C., Marraccini, P. e Pot, D. (2006). Genetics of coffee quality. *Braz. Journal Plant Physiology*.18(1):229-242.
- Li, Y., Hong, Y., Han, Y., Wang, Y., e Xia, L. (2016). Chemical characterization and antioxidant activities comparison in fresh, dried, stir-frying and carbonized ginger. *Journal of Chromatography B: Analytical Technologies in the Biomedical and Life Sciences*, 1011: 223–232.
- Licciardi, R., Pereira, R., Mendonça, L. e Furtado, E. (2005). Avaliação físico-química de cafés torrados e moídos, de diferentes marcas comerciais, da região sul de minas gerais. *Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas*, 25(9): 425-429.
- Lima, A., Pereira, R. e Abrahão, S. (2010). Compostos bioativos do café: Atividade antioxidante in vitro do café verde e torrado antes e após a descafeinação. *Quim Nova*, 33 (1): 20-24.
- López-Galilea, I., Andueza, S., Di Leonardo, I., Peña, M. e Cid C. (2006). Influence of torrefacto roast on antioxidant and pro-oxidant activity of coffee. *Food Chemistry*, 94: 75-80.
- Ma, Z., Merkus, H., Smet J., Heffels, C. e Scarllet B. (2000). New developments in particle characterization by laser diffraction: size and shape. *Powder Technology* 111: 66-78.
- Malvern. (2015). *Measuring the particle size distribution of coffee grounds using laser diffraction*, pp. 1-4.
- Marques, J. (2011). *Transformações físico-químicas e sensoriais durante o envelhecimento de café torrado em grão*. Dissertação de Mestrado em Qualidade e Segurança Alimentar, Instituto Superior de Agronomia. Universidade Técnica de Lisboa.
- Marques, P. (2013). *Os efeitos do país de origem e comércio justo na criação de valor de marca e a sua influência na intenção de compra do consumidor de café em Portugal*. Dissertação de Doutoramento em Economia Empresarial. Universidade Autónoma de Lisboa.

- Martins, M. (2013). *Atitude relativamente à máquina de café em cápsula: estudo sobre razões de compra*. Dissertação de mestrado em publicidade e marketing, Escola Superior de Comunicação Social. Lisboa.
- Muchow, M., Schmitz, El., Despatova, N., Maincent, P. e Müller, R. (2009). Omega-3 fatty acids-loaded lipid nanoparticles for patientconvenient oral bioavailability enhancement. *Pharmazie*, 64(8): 499-504.
- Navarini, L. e Rivetti, D. (2010). Water quality for Espresso coffee. *Food Chemistry*, 122(2): 424-428.
- Nunes, F. e Coimbra, M. (1998). Influence of polysaccharide composition in foam stability of espresso coffee. *Carbohydrate Polymers*, 37(3): 283-285.
- Nunes, F., Reis, A., Domingues, M. e Coimbra M. (2006). Characterization of galactomannan derivatives in roasted coffee beverages. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(9): 3428-3439.
- NP 3659 (1991). Café torrado. Determinação da perda de massa por secagem. *Instituto Português da Qualidade*. Lisboa.
- NP 3595 (1993). Café torrado e sucedâneos. Determinação do teor de extrato aquoso a quente. *Instituto Português da Qualidade*. Lisboa.
- Oliveira, G. (2013) *Propriedades físicas e termodinâmicas da sorção do café torrado, inteiro e moído, durante o armazenamento*. Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais, Brasil.
- Oliveira, G., Silva, D., Pereira, R., Paiva, L., Prado, G. e Batista, L. (2013). Effect of different roasting levels and particle sizes on ochratoxin A concentration in coffee beans. *Food Control* 34, 651-656.
- Pay, E. (2009). *The market for organic and fair trade coffee. Increasing incomes and food security of small farmers in West and Central Africa through exports of organic and fair-trade tropical products*. Food and Agriculture Organization of the United Nations: 1-19.
- Paolino, D. e Cosco, D. (2014). *Advance Technologies in Food Science I – Innovative techniques for food analysis, characterization and quality control*”, 6(1): 40-60.
- Parenti, A., Guerrini, L., Masella, P., Spinelli, S., Calamai, L. e Spugnoli P. (2014). Comparison of espresso coffee brewing techniques. *Journal of Food Engineering* 121: 112-117.
- Parras, P., Martínez-Tomé, M., Jiménez, A. e Murcia, M. (2007). Antioxidant capacity of coffees of several origins brewed following three different procedures. *Food Chemistry* 102, 582–592.
- Perez, R., Sousa, R., Ramos, A., Faria, R., Passaglia, L., Oliveira, E. e Rocha, R. (2008). *Agroindústria de café torrado e moído: viabilidade técnica e económica*. Viçosa: UFV, pp. 119.
- Petracco, M. (2001). *Beverage preparation: brewing trends for the new millennium. In Coffee, Recent Developments* (R.J Clarke and O.G. Vitzthum, eds.). Blackwell Science, London, pp. 140–164.
- Pimenta, C. (2003). *Qualidade do café*. Editora UFLA, Lavras. pp. 304.
- Pintão, A. (2013). *Anexo1 - Tabela de classificação parâmetros análise sensorial e glossário de análise sensorial de café torrado*. Procedimentos Controlo de Qualidade, SIG KAFFA. Rio de Mouro, Portugal.
- Pintão, A. (2013a). *Análise granulométrica no café torrado moído*. Procedimentos Controlo de Qualidade, SIG KAFFA. Rio de Mouro, Portugal.
- Pintão, A. (2013b). *Café torrado - Determinação do extrato aquoso a quente*. Procedimentos Controlo de Qualidade, SIG KAFFA. Rio de Mouro, Portugal.
- Pintão, A. (2013c). *Determinação do pH no café torrado moído*. Procedimentos Controlo de Qualidade, SIG KAFFA. Rio de Mouro, Portugal.

- Pintão, A. (2013d). *Determinação da perda de peso no café torrado moído*. Procedimentos Controlo de Qualidade, SIG KAFFA. Rio de Mouro, Portugal.
- Pintão, A.M. (2014). *Análise Sensorial*. Procedimentos Controlo de Qualidade, SIG KAFFA. Rio de Mouro, Portugal.
- Pintão, A. e Carapito, T. (2017). *Instrução de trabalho e procedimento de análise granulométrica de café torrado moído encapsulado*. KAFFA SIG. Rio de Mouro, Portugal.
- Pinto, N. (2002). *Composição química e qualidade da bebida e “blends” do café arábica cru e torrado*. Dissertação de doutoramento em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, pp. 92.
- Prabha, R e Vasantha K. (2011). Antioxidant, Cytotoxicity and Polyphenolic Content of *Calotropis procera* (Ait.) R. Br. Flowers. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 1 (7): 136-140.
- Primavera, R., Barbacanae, R., Congia, M., Locatteli, M. e Celia, C. (2014). Laser diffraction and light scattering techniques for the analysis of food matrices. *Advances in Food Safety and Health*, 6(1): 40-44.
- Reis, M., Martins, M., Pinto, P., Pereira, P. e Duarte, V. (2012). *Como se fazem cápsulas de café*. Curso de Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto.
- Ribeiro, V. (2012) *Desenvolvimento de um blend de café com potencial impacto positivo para a saúde pública*. Universidade Nova de Lisboa. Dissertação para obtenção do Grau de Doutor em Qualidade Alimentar.
- Ribeiro, V., Lidon, F., Campos, P., Pais, I., Leitão, A. e Ramalho, J. (2016). From coffee blend formulation until beverage production: Change within fatty acids profile. *Emirates Journal of Food and Agriculture*, 28(10): 676-682.
- Roginsky, V. e Lissi, E. (2005). Review of methods to determine chain-breaking antioxidant activity in food. *Food Chemistry* 92: 235-254.
- Rohr, A., Luddecke, K., Drusch, S., Muller, M. e Alvensleben, R. (2005). Food quality and safety –consumer perception and public health concern. *Food Control*, 16: 649-655.
- Rossetti, R. (2007). *Determinação de fenóis totais em frutos do café: avaliações em diferentes estados de maturação*. Dissertação de Mestrado em Ciências. Instituto de Química da USP, Brasil.
- Sacchetti, G., Mattia, C., Pittia, P. e Mastrocola, D. (2009). Effect of roasting degree, equivalent thermal effect and coffee type on the radical scavenging activity of coffee brews and their phenolic fraction. *Food Engineering*, 90: 74-80.
- Salamanca, C., Fiol, N., González, C., Saez, M. e Villaescusa, I. (2017). Extration of espresso coffee by using gradient of temperature: Effect on physichemical and sensorial characteristics of espresso. *Food Chemistry* 214: 622-630.
- Sánchez-Gonzalez, I., Jiménez-Escrig, A. e Saura-Calixto, F. (2005). In vitro antioxidant activity of coffees brewed using different procedures (Italian, espresso and filter). *Food Chemistry*, 90:133–139.
- Scalbert, A., Johnson, I. e Saltmarsh, M. (2005). Polyphenols: antioxidants and beyond. *The American Journal of Clinical Nutrition*, 81:215S-217S.
- Severini, C., Pili, T., Romani, S. e Pinnavia G. (1999). Quality characteristics of espresso coffee, A study performed through coffee shops [Northen and Central Italy]. *Ind. Aliment*, 38:1279-1284.
- Severini, C., Ricci, I., Marone M., Derossi, A. e De Pili, T. (2015). Changes in the Aromatic Profile of Espresso Coffee as a Function of the Grinding Grade and Extraction Time: A Study by the Electronic Nose System. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 63: 2321-2327.
- Silva, D., Nascimento, M. e Moreira, A. (2007). *Verificação da presença de compostos fenólicos com propriedades antioxidantes em amostras de café*. *Nutrire Rev. Soc. Bras. Aliment*. 32: 41–58.
- Smith, R. (1987). *A history of coffee*. In: *Coffee, botany, biochemistry and production of beans and beverage*. Edited by Clifford MN, Wilson KC. New York: Croom Helm e Methuen Inc:1-12.

- Siqueira, H. e Abreu, C. (2006). Composição físico-química e qualidade do café submetido a dois tipos de torração e com diferentes formas de processamento. *Ciência e Agrotecnologia*, Lavras,30(1): 112-117.
- Shimoni, E. e Labuza, T. (2000). Degassing kinetics and sorption equilibrium of carbon dioxide in fresh roasted and ground coffee. *Journal of Food Process Engineering*, 23: 419–436.
- Steel, R.; Torri,J; Dickey, D. (1997). *Principles and Procedures of Statistics: A Biometrical Approach*. McGraw Hill, 3ª edition, pp. 178.
- Strezov, V. e Evans, T. (2005). Thermal Analysis of the Reactions and Kinetics of Green Coffee During Roasting. *International Journal of Food Properties*, 8(1): 101-111.
- Soares, S. (2002). Ácidos fenólicos como antioxidantes. *Rev. Nutr.*, 15(1): 71–81.
- Thainpong, K., Boonprakob, U., Crosby, K., Cisneros-Zevallos, L. e Bryne, D. (2006). Comparison of ABTS, DPPH and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. *Journal of Food Composition and Analysis*,19: 669-675.
- Tabart, J., Kevers, C., Pincemail, J., Defraigne, J-O. e Dommes, J. (2009) Comparative antioxidante capacities of phenolic compounds measured by various tests. *Food Chemistry*, 113(4):1226-1233.
- Tang, Y., He, W., Wang, S., Tao, Z. e Cheng, L. (2014). The superiority of silver nanoellipsoids synthesized via a new approach in suppressing the coffee-ring effect during drying and film formation processes. *Nanotechnology*, 25(12):125602.
- Tohma, H., Gülçin, İ., Bursal, E., Gören, A., Alwasel, S., e Köksal, E. (2017). Antioxidant activity and phenolic compounds of ginger (*Zingiber officinale* Rosc.) determined by HPLC-MS/MS. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 11(2): 556–566.
- Tressl, R., Grunewald, K., Koopler, H. e Silwar, R. (1978). Phenols in roasted coffees of diferente varieties. *Unters. Forsch*, 167, pp. 108.
- Trugo, L., Caballero, B. e Fingias, P. (2003) *Analysis of coffee products*. Encyclopedia of Food Science Eds. Academic Press: London, pp. 1498-1506.
- Uman, E., Colonna-Dashwood, M., Colonna-Dashwood L., Perger, M., Klatt, C., Leighton, S., Miller, B., Butler, K., Melot, B., Speirs, R. e Hedon, C. (2016). The effect of bean origin and temperatura on grinding roasted coffee. *Scientific Reports* 6 (24483):1-8.
- Vignoli, J., Bassoli, D. e Benassi, M. (2011). Antioxidant activity, polyphenols, caffeine and melanoidinas in soluble coffee: The influence of processing conditions and raw material. *Journal Food Chemistry*, 124: 863-868.
- Ximenes, M. (2010). *A Tecnologia Pós-Colheita e Qualidade Física e Organolética do Café Arábica de Timor*. Dissertação de mestrado Engenharia Alimentar. Instituto Superior de Agronomia Universidade Técnica de Lisboa.
- Xu, R. (2002). *Particle charaterization: Light Scattering Methods*. Kluwer Academic Publishers. Miami U.S.A.
- Wang, X., William, J., Fu, Y. e Lim L-T. (2016). Effects of capsule parameters on coffee extraction in single-serve brewer. *Food Research International*, 89: 797-805.
- Washington, C. (2005). *Particle size analysis in pharmaceuticals and other industries: Theory and practice*. CRC Press book, Taylor & Francis group.
- Witt, Gasetechnik GmbH & Co KG. (2018). Disponível em <http://www.wittgas.com/us/products/gas-analyzers/mobile-analyzers/gas-analyzer-oxybaby-60.html>, consultado a 13 de janeiro de 2018.
- Zhang, Z., Zhang, X., Xin, Z., Deng, M., Wen, Y. e Song, Y. (2013). Controlled inkjetting of a conductive pattern of silver nanoparticles based on the coffee-ring effect. *Adv Mater*, 25(46): 6714-6718.
- Zuleta, A., Esteve, M. e Frígola, A. (2009). ORAC and TEAC assays comparison to measure the antioxidant capacity of food products. *Food Chemistry*, 114 (1): 310-316.