

16^o Encontro Nacional do Café

2^o Agrotech Baiano, Inovação, Ciência e Tecnologia



RECUPERAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS BIOATIVAS DA BORRA DO CAFÉ POR EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO ASSISTIDA POR ULTRASSOM, ESTUDO DE OTIMIZAÇÃO UTILIZANDO METODOLOGIA DE SUPERFÍCIE DE RESPOSTA **COSTA, IA¹; ROCHA, CDS²; AMORIM, ITC²; SILVA, GC²; RIBEIRO, EP²; MOREIRA, BO³** assuncao.icarocosta@gmail.com

Resumo

A extração assistida por ultrassom (EAU) destaca-se como técnica eficiente e sustentável na obtenção de substâncias bioativas de matrizes vegetais. Este estudo teve como objetivo otimizar a extração de substâncias fenólicas e cafeína da borra de café (RBC) e do café moído (CM), utilizando planejamento experimental e metodologia de superfície de resposta. Foram aplicados planejamento de misturas (PM), planejamento fatorial fracionado (PFF) e matriz de Doehlert (MD). A eficiência foi avaliada por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC-DAD), espectrofotometria e ensaios de atividade antioxidante. A composição do solvente influenciou diretamente o rendimento das substâncias, sendo a mistura ternária (acetona, etanol e água) mais eficiente. A condição otimizada resultou em maior recuperação de cafeína e ácido clorogênico. O RBC apresentou teores comparáveis aos CM, evidenciando potencial como fonte de substâncias de valor agregado e reforçando sua aplicação dentro da economia circular.

Palavras-chave: Atividade antioxidante. HPLC-DAD. Planejamento experimental.

1. Introdução

A cafeína (CAF) é a principal substância química mais abundante no café e a responsável por seu sabor amargo, além de exercer efeito estimulante sobre o sistema nervoso central (Baeet *al.*, 2014). Os grãos de café contêm também polifenóis, como os ácidos

¹Discente do Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - UESB, Jequié, Bahia.

² Discente de Iniciação Científica do Instituto Multidisciplinar em Saúde da Universidade Federal da Bahia - UFBA, Vitória da Conquista, Bahia.

³ Docente do Instituto Multidisciplinas em Saúde da Universidade Federal da Bahia - UFBA, Vitória da Conquista, Bahia.

clorogênicos (ACG) e ácidos cafeoilquínicos (CQA), compostos com poder antioxidante que têm sido associados a diversos benefícios à saúde (Luet *et al.*, 2020).

Após a extração dos compostos desejáveis no preparo da bebida, o resíduo gerado, conhecido como borra de café, ainda contém uma rica diversidade de compostos bioativos, incluindo ácidos fenólicos, cafeína, lipídeos, proteínas e minerais. Esses compostos conferem ao resíduo da borra de café (RBC) propriedades antioxidantes, anti-inflamatórias e antimicrobianas, o que tem atraído crescente interesse por sua reutilização em diversas aplicações industriais, como em fertilizantes, ração animal, biodiesel e como adsorvente de metais tóxicos (Oliveira *et al.*, 2024).

Dentro das técnicas mais sustentáveis para a extração de compostos bioativos a partir do RBC, destaca-se a extração assistida por ultrassom (EAU). A EAU é frequentemente aplicada em processos de química verde devido à sua capacidade de obter altos rendimentos em menores tempos de extração e com menores temperaturas, o que contribui para a preservação das propriedades bioativas (Tzani *et al.*, 2023).

Não há consenso sobre as condições ótimas da EAU, o que justifica estudos de otimização. Para otimizar as condições de extração, técnicas de modelagem, como a metodologia de superfície de resposta (MSR), são frequentemente aplicadas. A MSR permite uma avaliação eficaz da interação entre diversos fatores de extração, como tempo, temperatura e concentração de solvente, e auxilia na identificação das condições ideais para maximizar o rendimento das substâncias bioativas extraídas do RBC.

Este estudo tem como objetivo otimizar a extração de compostos bioativos do RBC por meio da técnica de EAU, utilizando planejamento experimental e MSR para maximizar o rendimento e a eficiência do processo. Para isso, foi desenvolvido e validado um método analítico por RP-HPLC-DAD para a quantificação de CAF e ACG, além da caracterização da composição bioativa do resíduo.

2. Material e Métodos

2.1 Coleta e preparo das amostras: Amostras de resíduo de borra de café (RBC) foram coletadas em doze cafeterias selecionadas aleatoriamente em Vitória da Conquista, Bahia. Todas utilizavam grãos da espécie *Coffea arabica* L. Amostras de café moído (CM) foram utilizadas para comparação. As amostras foram secas e armazenadas.

2.2 Planejamento experimental: Foi empregado planejamento de mistura (PM) para avaliar a mistura de acetona, etanol e água, seguido de planejamento fatorial fracionário (PFF) 2^{5-1} para triagem de variáveis. A otimização foi conduzida por matriz de Doehlert (MD). A robustez do método de extração foi avaliada por planejamento fatorial completo (PFC) ²³.

2.3 *Extração assistida por ultrassom (EAU):* A EAU foi realizada utilizando como solvente a mistura otimizada (42,6% acetona, 26,8% etanol e 30,6% água), sob as seguintes condições: 28,1 min, 31,9 °C, 30 W e 80 kHz. Os extratos foram filtrados e secos.

2.4 *Identificação e quantificação de substâncias bioativas:* A quantificação de CAF e ACG foi realizada por RP-HPLC-DAD, utilizando coluna C18, com detecção em 273 nm e 327 nm, respectivamente (De Luca, 2018; Debona *et al.*, 2020). O método foi validado quanto à linearidade, precisão, exatidão, LD e LQ (Ribani *et al.*, 2004).

2.5 *Análise de teor de fenólicos totais (TFT) e atividade antioxidante (AA):* O TFT foi determinado pelo método de Folin-Ciocalteu expressos em EAG/g. A AA foi avaliada por DPPH, CAT e β -caroteno.

2.6 *Tratamento estatístico:* Os dados foram analisados por ANOVA e teste de Tukey ($p < 0,05$).

3. Resultados e Discussão

3.1 Planejamento experimental (DoE)

Os resultados do PM indicou que o componente C (água) tem maior impacto positivo no processo de extração, seguido pelos componentes A (acetona) e B (etanol). As interações entre componentes, como AC e BC, também demonstram efeitos positivos e significativos, enquanto termos mais complexos, como A^2BC e ABC^2 , apresentam influências muito positivas e negativas, respectivamente.

O PFF permitiu identificar as variáveis mais influentes: razão líquido-sólido, tempo de extração, potência do ultrassom, frequência e temperatura do banho. Esses fatores foram posteriormente otimizados pela MD. A análise da robustez demonstrou que desvios de até 5% nas condições testadas não impactaram o rendimento da extração ($p < 0,05$).

3.2 Caracterização cromatográfica e funcional do CM e RBC

O método cromatográfico validado demonstrou ser eficaz e adequado para a análise de cafeína (CAF) e ácido clorogênico (ACG), apresentando boa linearidade nas faixas de concentração avaliadas, com coeficientes de determinação (R^2) superiores a 0,998. Os limites de detecção e quantificação, encontrados, evidenciam a elevada sensibilidade do método para a análise das amostras, mesmo em concentrações reduzidas.

4 Conclusões

A EAU mostrou-se eficiente na recuperação de substâncias bioativas do RBC. A otimização por MSR permitiu identificar as condições que maximizam o rendimento. Os

resultados evidenciam que o RBC é uma fonte rica em substâncias de alto valor agregado, com potencial para aplicações industriais. Sua valorização contribui para a redução de resíduos e fortalecimento de estratégias de economia circular.

5 Referências Bibliográficas

- BAE, J.-H.; PARK, J.-H.; IM, S.-S.; SONG, D.-K., Coffee and health. **Integrative Medicine Research**, v. 3, n. 4, p. 189-191, 2014. DOI: 10.1016/j.imr.2014.08.002.
- DEBONA, D.G.; PINHEIRO, P.F.; PINHEIRO, C.A.; GOMES, W.S.; ABREU, R.O.; MORELI, A.P.; SIQUEIRA, E.A.; PEREIRA, L.L. Evaluation of the chemical composition of Arabica coffee submitted to different roast profiles. **Revista Ipes Ciência**, v. 6, n. 3, p. 124-133, 2020. DOI: 10.36524/ric.v6i3.864.
- DELUCA, S.; CIOTOLIE, E.; BIANCOLILLO, A.; BUCCI, R.; MAGRÌ, A.D.; MARINI, F. Simultaneous quantification of caffeine and chlorogenic acid in coffee green beans and varietal classification of the samples by HPLC-DAD coupled with chemometrics. **Environ. Sci. Pollut. Res. Int.**, v. 25, n. 29, p. 28748-28759, 2018. DOI: 10.1007/s11356-018-1379-6.
- LU, H.; TIAN, Z.; CUI, Y.; LIU, Z.; MA, X. Chlorogenic acid: a comprehensive review of the dietary sources, processing effects, bioavailability, beneficial Properties, mechanisms of action, and future directions. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 19, n. 6, p. 3130-3158. DOI: 10.1111/1541-4337.12620.
- MOREIRA, G.C.; DIAS, F.S. Mixture design and Doehlert matrix for optimization of the ultrasonic assisted extraction of caffeic acid, rutin, catechin and *trans*-cinnamic acid in *Physalis angulata* L. and determination by HPLC-DAD. **Microchemical Journal**, v. 141, p. 247-252, 2018. DOI: 10.1016/j.microc.2018.04.035.
- OLIVEIRA, A.; MOREIRA, T.F.M.; SILVA, B.P.; OLIVEIRA, G.; TEIXEIRA, V.M.C.; WATANABE, L.S.; NIXDORF, S.L.; LEAL, L.E.; PESSOA, L.G.A.; SEIXAS, F.A.V.; GONÇALVES, O.H.; PERON, A.P.; SÁ-NAKANISHI, A.B.; LEIMANN, F.V.; BRACHT, A.; BRACHT, L.; COMAR, J.F. Characterization and bioactivities of coffee husk extract encapsulated with polyvinylpyrrolidone. **Food Research International**, v. 178, p. 113878, 2024. DOI: 10.1016/j.foodres.2023.113878.
- PANEERSELVAM, P.; PANITHASAN, M.S.; VENKADESAN, G. RSM optimization of ultrasound-assisted melia dubia oil extraction with green solvents and their suitability for diesel engine applications. **Renewable Energy**, v. 222, p. 119925, 2024. DOI: 10.1016/j.renene.2023.119925.
- RIBANI, M.; BOTTOLI, C.B.G.; COLLINS, C.H.; JARDIM, I.C.S.F.; MELO, L.F.C. Validation for chromatographic and electrophoretic methods. **Química Nova**, v. 27, n. 5, p. 771-780, 2004. DOI: 10.1590/S0100-40422004000500017.
- TZANI, A.; LYMPEROPOULOU, T.; PITTEROU, I.; KARETTA, I.; BELFQUIH, F.; DETSI, A. Development and optimization of green extraction process of spent coffee grounds using natural deep eutectic solvents. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, v. 34, p. 101144, 2023. DOI: 10.1016/j.scp.2023.101144.