

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE VIÇOSA**

**DALIANE CLÁUDIA DE FARIA**

**EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO DIRETA À QUENTE (ESL-DQ): UMA  
ABORDAGEM SUSTENTÁVEL PARA A DETERMINAÇÃO DO TEOR LIPÍDICO  
EM GRÃOS DE CAFÉ**

**VIÇOSA – MINAS GERAIS**

**2023**



**DALIANE CLÁUDIA DE FARIA**

**EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO DIRETA À QUENTE (ESL-DQ): UMA  
ABORDAGEM SUSTENTÁVEL PARA A DETERMINAÇÃO DO TEOR LIPÍDICO  
EM GRÃOS DE CAFÉ**

Dissertação apresentada à  
Universidade Federal de Viçosa, como  
parte das exigências do Programa de  
Pós-Graduação em Agroquímica, para  
obtenção do título de *Magister  
Scientiae*.

Orientador: Fábio Junior Moreira  
Novaes

Coorientadora: Maria Eliana Lopes  
Ribeiro de Queiroz

**VIÇOSA - MINAS GERAIS**

**2023**

**Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca Central da  
Universidade Federal de Viçosa - Campus**

T

F224e  
2023

Faria, Daliane Cláudia de, 1997-  
Extração sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ): uma abordagem sustentável para a determinação do teor lipídico em grãos de café / Daliane Cláudia de Faria. - Viçosa, MG, 2023.  
1 dissertação eletrônica (67 f.): il. (algumas color.).  
Inclui anexos.  
Orientador: Fábio Junior Moreira Novaes  
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Química, 2023.  
Referências bibliográficas: .  
DOI: <https://doi.org/10.47328/ufvbbt.2023.776>  
Modo de acesso: World Wide Web.

1. Extração (Química); 2. Extração por solventes; 3. Café; 4. Lipídios; I. Novaes, Fábio Junior Moreira II. Universidade Federal de Viçosa.. Departamento de Química. Programa de Pós-Graduação em Agroquímica III. Título

CDD 22. ed. 660.2842

Bibliotecário(a) responsável: EUZEBIO LUIZ PINTO CRB-6/3317

DALIANE CLÁUDIA DE FARIA

**EXTRAÇÃO SÓLIDO-LÍQUIDO DIRETA À QUENTE (ESL-DQ): UMA  
ABORDAGEM SUSTENTÁVEL PARA A DETERMINAÇÃO DO TEOR LIPÍDICO  
EM GRÃOS DE CAFÉ**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Agroquímica, para obtenção do título de Magister Scientiae.

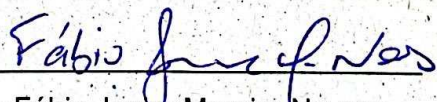
APROVADA: 21 de julho de 2023.

Assentimento:



Daliane Cláudia de Faria

(Autora)



Fábio Junior Moreira Novaes

(Orientador)

***Aos meus pais e irmão.***

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por não me deixar desistir da caminhada.

Agradeço aos meus pais, José e Almerinda, ao meu irmão Jhonata, os quais me apoiaram em todos os momentos, auxiliando-me a manter-se de pé, não desistir e por sempre me lembrarem do meu valor.

Agradeço a Universidade Federal de Viçosa pelas oportunidades de me graduar e pós-graduar.

Agradeço ao Professor Fábio Junior Moreira Novaes pela orientação, apoio, paciência, incentivo e por confiar mais em mim do que eu mesma. Sou grata pelos ensinamentos repassados a mim, adquiridos em vossa experiência profissional e, em especial, aqueles que me deixaram mais próxima de Deus.

Agradeço a professora Maria Eliana pela coorientação e pelos ensinamentos profissionais e de vida. Sou grata por cada abraço reconfortante e por se preocupar comigo.

Agradeço ao grupo LAQUA (laboratório de Química Analítica) pelo companheirismo, em especial, a Diana Cardoso Silva, ao Renato Toledo e a Paula Severo que me auxiliarem na execução deste trabalho, por todo apoio e suporte nos momentos difíceis.

Ao Pesquisador Antônio Carlos Baião de Oliveira da Embrapa Café que cedeu as amostras de café Arábica e informações relevantes para o desenvolvimento desse trabalho.

Aos Professores Hermínia Emília Prieto Martinez (DAA-UFV) e Sérgio Antônio Fernandes (DEQ-UFV) por fornecer espaço físico e equipamento de moagem das amostras de café e aparelhagem *Soxhlet* para as extrações, respectivamente.

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, bolsa de estudos) e da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG, Processo APQ-01574-22).

*“Somos feitos de poeira de estrelas sistematicamente organizadas, para formar seres dotados de consciência, então podemos dizer que somos o universo pensando sobre si próprio.”*

*(Carl Sagan)*

## RESUMO

FARIA, Daliane Cláudia de, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, julho de 2023. **Extração sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ): uma abordagem sustentável para a determinação do teor lipídico em grãos de café.** Orientador: Fábio Junior Moreira Novaes. Coorientadora: Maria Eliana Lopes Ribeiro de Queiroz.

A extração por *Soxhlet* é uma técnica preconizada pela AOAC (Association of Official Analytical Chemists) para determinar o teor lipídico em amostras vegetais. Essa requer um balão acoplado a uma câmara de extração seguida de um condensador. O balão acomoda o solvente extractor ( $\geq 250$  mL), geralmente *n*-hexano (grau 5 de toxicidade) sob aquecimento à temperatura de ebulição por longos períodos (16 h) e o condensador circula água refrigerada para o refluxo (90 L/h). A fim de substituir a extração por *Soxhlet*, um Planejamento Fatorial Completo  $3^3$  foi proposto para a extração sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ) em frascos de 4 mL. A razão entre solvente e massa de amostra (3, 6,5 e 10 mL/mg), temperatura (60, 70 e 80 °C) e tempo (30, 60 e 90) foram avaliados em 30 experimentos e o teor lipídico medido por análise gravimétrica. Os resultados foram ajustados por análise de variância, validados pelo teste  $F$  ( $F_{\text{Calculado}} > F_{\text{Tabelado}}$ ) e pelo coeficiente de determinação de 0,92. Uma condição ótima foi obtida, 10 mL/g, 80 °C e 90 min, a qual se mostrou estatisticamente equivalente ao rendimento por *Soxhlet* (11,5%, m/m) e, portanto, foi utilizada para a determinação do teor lipídico de 50 amostras de café em parceria com a Embrapa Café. O presente estudo oferece uma abordagem analítica alternativa a extração por *Soxhlet* para grãos de café e, possivelmente, para outras matrizes, uma vez que reduz vantajosamente a massa de amostra de 30 g para 0,2 g, o volume de solvente de 300 mL para 2 mL, o tempo de extração de 16 h para 1,5 h, o gasto energético para o aquecimento, além de eliminar o uso de água de refluxo, resultando em uma economia de 1.440 L de água por amostra. Portanto, o método desenvolvido é uma estratégia química-analítica sustentável compatível com os Objetivos 12 e 14 do Desenvolvimento Sustentável das Nações Unidas.

Palavras-chave: Óleo, *Coffea arábica*, análise gravimétrica, Agenda 2030

## ABSTRACT

Faria, Daliane Cláudia de, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, July, 2023.

**Direct hot solid-liquid extraction (ESL-DQ): a sustainable approach for determining lipid content in coffee beans.** Adviser: Fábio Junior Moreira Novaes. Co-adviser: Maria Eliana Lopes Ribeiro de Queiroz.

Soxhlet extraction is a technique recommended by the AOAC (Association of Official Analytical Chemists) to determine the lipid content in plant samples. This requires a flask and specific glassware, which consists of a tube containing a cartridge and siphon to extract compounds from the sample, *n*-hexane ( $\geq 250$  mL) as extracting solvent (degree 5 of toxicity) and heating to the boiling temperature of the solvent for long periods (16 h) of extraction, resulting in a high consumption of refrigerated water for reflux ( $90 \text{ L h}^{-1}$ ). In order to replace Soxhlet extraction, a 33 Full Factorial Design was proposed for ESL-DQ in 4 mL vials. The ratio between solvent and sample mass (R: 3, 6.5 and  $10 \text{ mL g}^{-1}$ ), temperature (T: 60, 70 and  $80 \text{ }^\circ\text{C}$ ) and time (t: 30, 60 and 90) were evaluated in 30 experiments and lipid content measured by gravimetric analysis. The results were adjusted by analysis of variance, validated by the F test ( $F_{\text{Calculated}} > F_{\text{Tabled}}$ ) and the correlation coefficient of 0.92. An optimal condition was obtained,  $10 \text{ mL g}^{-1}$ ,  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  and 90 min, which was statistically equivalent to the Soxhlet yield (11.5%, m/m). The present study offers an effective analytical approach for determining the lipid content in green coffee beans and, possibly, for other matrices, with Soxhlet extraction being an alternative, as it advantageously reduces the sample mass from 30 g to 0.2 g, the volume of solvent from 300 mL to 2 mL, the extraction time from 16 h to 1.5 h, the energy expenditure required for heating, in addition to eliminating the use of reflux water, resulting in a saving of 1,440 L of water per sample. Therefore, the method developed is a sustainable chemical-analytical strategy compatible with United Nations Sustainable Development Goals 12 and 14.

Keywords: *Coffea arabica*, Vegetable oil, *Coffea arabica*, Gravimetric analysis, Agenda 2030.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1 – Representação de imagem A) Grãos de café verde (cru) e B) Grãos de café torrado. .... Pág. 23
- Figura 2 – Composição química percentual do grão de café verde Arábica e algumas de suas estruturas moleculares. ....Pág. 24
- Figura 3 – Classificação sensorial dos cafés com base na escala da SCAA e na legislação brasileira.....Pág. 25
- Figura 4 – Distribuição granulométrica do café moído.....Pág. 29
- Figura 5 – Superfícies de respostas e linhas de contorno que ilustram o efeito positivo das variáveis temperatura (T), razão (R) e tempo (t) sobre o rendimento lipídico. ....Pág. 32
- Figura 6 – Perfil dos valores previstos e desejáveis para a extração lipídica. ....Pág. 33
- Figura 7 – Gráfico de Pareto para os efeitos estimados na ESL-DQ de lipídios..... Pág. 34
- Figura 8 – Cromatograma do óleo de café Arábica obtido por prensagem com realce para as regiões de eluição. Siglas: Cafestol (C), cafeol (K), palmitato (P), oleato (O), linoleato (L), estearato (S), araquidato (A), e linoleneato (Ln)..... Pág. 38
- Figura 9 – Comparação do percentual de extração Soxhlet e do menor e maior percentual de extração da nova metodologia. ....Pág. 41
- Figura 10 – Correlação matemática entre o teor lipídico com qualidade da bebida.....Pág. 45

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Níveis de variáveis no Planejamento Experimental Fatorial Completo.....	Pág. 30
Tabela 2 – Planejamento experimental e valores de rendimento obtidos...	Pág. 31
Tabela 3 – Análise de variância (ANOVA) para validação do modelo matemático.....	Pág. 34
Tabela 4 – Parâmetros dos efeitos estimados para o estudo sobre a ESL-DQ. .....	Pág. 35
Tabela 5 – Rendimento de óleo de café (%) versus tempo de extração (min). Mantendo a proporção de 10 mL g <sup>-1</sup> e temperatura de 80°C.....	Pág.36
Tabela 6 – Análise de variância para os valores de extração de óleo da Tabela 5.....	Pág.37
Tabela 7 – Composição química percentual do óleo de café Arábica .....	Pág. 39
Tabela 8 – Rendimento lipídico (%) da extração por Soxhlet a partir de grãos verdes de café Arábica.....	Pág. 40
Tabela 9 – Comparação da viabilidade das extrações lipídicas em café cru via ESL-DQ e Soxhlet.....	Pág. 42
Tabela 10 – Descrição das amostras e o teor lipídico obtido pelo método desenvolvido.....	Pág.43

## LISTA DE ABREVIATURAS

°C - Grau celsius

µL - Microlitro

µm - Micrometro

A – Araquidato (terminação éster molecular)

ABIC - Associação Brasileira das Indústrias de Café

ANOVA - Análise de variância

AOAC - *Association of Official Analytical Chemists*

C - Cafestol

CAS – Número de identificação de substâncias químicas

CG - Cromatógrafo a gás

CG-EM - Cromatografia a gás acoplada ao espectrômetro de massas

CNPq - Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico

COVID-19 - Corona vírus

*d* - Densidade

DAA - Departamento de Agronomia

DEQ - Departamento de Química

DP - Desvio padrão

DPR - Desvio padrão relativo

EPAMIG - Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais

ESL-DQ - Extração sólido-líquido direta à quente

FAPEMIG - Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais

$F_{Calculado}$  - Fator *F* calculado

$F_{Tabelado}$  - Fator *F* tabelado

g - Grama

GSLs - German Society of Lipid Science (Sociedade Alemã de Ciência Lipídica)

h - Hora

HPLC - Cromatografia líquida de alta eficiência

ICO - *Organização Internacional do Café*

K – Caveol

kg - Quilograma

L – Linoleato (terminação éster molecular)

L - Litro

L - Termo linear do modelo matemático

LAQUA - laboratório de Química Analítica da UFV

Ln – Linoleneato (terminação éster molecular)

m - Metro

MG - Minas Gerais

min - Minuto

mL - Mililitro

MM - Massa molar

mm - Milímetro

O – Oleato (terminação éster molecular)

P – Palmitato (terminação éster molecular)

p - Pontos central

PE - Ponto de ebulição

PF - Ponto de fulgor

PIB - Produto interno Bruto

psi - Libra por polegada quadrada

PTFE - poli-tetra-flúor-etileno, comercialmente conhecido como Teflon®

Q - Termo quadrático do modelo matemático

R - Razão

R\$/L - Valor em real por litro

R<sup>2</sup> - Coeficiente de determinação

S - Estearato

s - Segundo

S - Sul

SCAA - *Specialty Coffee Association of America*

T - Temperatura

$t$  - Tempo

TAGs – Triacilgliceróis

UFV - Universidade Federal de Viçosa

VBP - Valor Bruto da Produção

W - Oeste

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>14</b>
<b>2. REVISÃO DA LITERATURA.....</b>	<b>16</b>
2.1 A importância do café.....	16
2.2 O café brasileiro.....	17
2.2.1 O café em Minas Gerais.....	17
2.3 A Química do café.....	18
2.4 Avaliação sensorial do café e marcadores químicos de qualidade.....	24
<b>3. OBJETIVOS.....</b>	<b>26</b>
3.1. Objetivo geral.....	26
3.2. Objetivos específicos.....	26
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>27</b>
4.1. Amostras de café.....	27
4.2. Extração sólido-líquido por Soxhlet.....	27
4.3. Extração sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ).....	27
4.4. Análise qualitativa e semi-quantitativa por Cromatografia Gasosa.....	28
4.5. Análise estatística.....	29
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>30</b>
5.1. Extração lipídica de grãos verdes de café Arábica por prensagem.....	30
5.2. Identificação e semi-quantificação dos componentes lipídicos do café.....	30
5.3. Extração lipídica de grãos verdes de café Arábica por outras técnicas.....	32
5.3.1. Extração lipídica por Soxhlet a partir de grãos verdes de café Arábica...32	
5.3.2. Extração lipídica sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ).....	33
5.3.2.1. Planejamento Experimental aplicado a ESL-DQ.....	33
5.3.2.2. Otimização da ESL-DQ.....	39
5.3.2.3. Validação da ESL-DQ frente a extração por Soxhlet.....	40
5.4. Correlação lipídica de grãos verdes de café Arábica com a qualidade da bebida.....	42
<b>6. CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS.....</b>	<b>46</b>
<b>7. REFERÊNCIAS.....</b>	<b>47</b>

## 1. INTRODUÇÃO

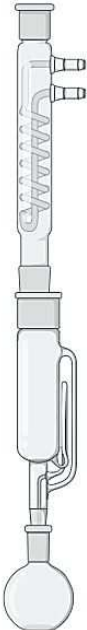
A qualidade dos grãos de café é influenciada por seus constituintes químicos e atributos sensoriais (OSSANI *et al.*, 2021). Para aprimorar a sua qualidade, é necessário estabelecer correlações entre fatores como cultivo, processamento e condições edafoclimáticas (SILVA, 2013). A análise sensorial, realizada por provadores certificados, é essencial na avaliação dos atributos do café, mas variações individuais podem ocorrer (ALMEIDA, 2022). Compostos químicos foram relacionados com a qualidade, por exemplo, Oliveira *et al.* (2005) indicaram que as aminas, histamina e a triptamina, apresentaram correlação negativa com a qualidade do café. Por outro lado, a presença de açúcares naturalmente presentes no grão e do ácido 3,4-dicafeoilquínico foram correlacionadas positivamente com cafés de boa qualidade (FARAH *et al.*, 2006). Novaes *et al.* (2015) relataram que a relação cafestol/caveol como um preditor da qualidade dos cafés verdes. Para os autores, quando essa razão é maior que 1 há associação com qualidade superior, aqueles classificados como "Mole" ou acima. Por outro lado, quando era inferior a 1 aos grãos de bebida Dura à Rio Zona.



Os lipídios são um dos principais constituintes dos grãos de café verde, responsáveis por conduzirem à formação do aroma durante a torra por meio de reações de oxidação e decomposição (BARBOSA *et al.*, 2019). Decazy *et al.*, (2003), França *et al.*, (2005), Amorim *et al.*, (2009) Zhu *et al.*, (2021) e Pérez *et al.*, (2023) relataram que grãos de café verde com maior teor de lipídios apresentaram melhor qualidade. Com isso, a análise dos lipídeos é de extrema importância para a indústria cafeeira, uma vez que a qualidade do café é um fator crítico para o mercado.

A extração por Soxhlet (Figura 1) é a técnica tradicional e amplamente empregada para a determinação do teor de lipídeos totais e/ou de seus componentes a partir de matrizes vegetais ou animais (IUPAC, 1979; KLUCZKOVSKI *et al.*, 2021; SILVA *et al.*, 2023; SOXHLET, 1879; VALDÉS, 2023), sendo a mais empregada em grãos de café (ARAÚJO; SANDI, 2007; GUERCIA *et al.*, 2016; LAM *et al.*, 1982; LERCKER *et al.*, 1995; NOVAES *et al.*, 2015; OIGMAN *et al.*, 2012; PÉREZ *et al.*, 2023; PETTITT JR., 1987). Essa

requer uma manta para aquecimento de um balão que é acoplado a uma câmara de extração seguida de um condensador. O balão acomoda o solvente extractor ( $\geq 250$  mL), geralmente *n*-hexano, um solvente volátil de ponto de ebulição (P.E.) a  $68,8^{\circ}\text{C}$ , de baixo custo (R\$ 320,00  $\text{L}^{-1}$ ) e de fácil obtenção pela origem petroquímica, (SIGMA-ALDRICH, 2023) contudo, possui grau de toxicidade igual a 5, não é renovável e de impacto ambiental alto ((NOVAES *et al.*, 2023). Esse, permanece sob aquecimento a temperatura de ebulição por longos períodos (16 h), sendo evaporado e então condensado no interior do extrator de Soxhlet, vidraria específica dessa técnica que consiste em um tubo contendo um cartucho com a amostra triturada e um sifão para remoção do extrato em direção ao balão, onde o solvente é novamente evaporado para retomada do ciclo (BERTHOUCHE *et al.*, 2018; CASCANT *et al.*, 2017; JOSHI, 2019; LI *et al.*, 2014; YARA-VARON *et al.*, 2016). O processo de refluxo no condensador resulta em um descarte de 90 L de água para cada 1 h de uso (Pinto e Silva, 2012). Por tudo isso, a busca por alternativas sustentáveis se faz necessária, visando reduzir o alto consumo energético, de solvente e de amostra requerida ( $\sim 30$  g) (DOS SANTOS *et al.*, 2023). Além disso, um novo método deve permitir realizar múltiplas extrações simultâneas e reduzir ou eliminar o uso de água para refluxo.





Figura 1 – Extrator de Soxhlet e seus atributos.



Determinação do teor lipídico em amostras vegetais (grão de café cru)  

**Extração por Soxhlet** é o método preconizado pela **AOAC (Association of Official Analytical Chemists)**

As condições para o preparo **por amostra** são:

- 30 g de amostra 
- 300 mL *n*-hexano (solvente com grau 5 de toxicidade) 
- 16 h de extração 
- 90 L de água refrigerada por hora para o refluxo 

Fonte: Aatoria própria.

## **2. REVISÃO DA LITERATURA**

### **2.1 A importância do café**

O café faz parte de uma das mais complexas cadeias de alimentação do mundo, envolvendo US\$ 200 bilhões ao ano no Mercado Global que abrange o plantio, produção, industrialização até o consumidor final (SAMPER; GIOVANNUCCI; VIEIRA, 2017).

O consumo de café pelo mundo tem aumentado constante, mesmo com a crise mundial gerada pela pandemia do novo Corona vírus (COVID-19). Segundo a Associação Brasileira das Indústrias de Café (ABIC), o consumo interno de café no país teve um crescimento de 21,2 milhões de sacas de 60 kg entre novembro de 2019 a outubro de 2020, o que representa uma alta de 1,34% com relação ao mesmo período anterior (ROCHA, 2021). De acordo com a Organização Internacional do Café (ICO - International Coffee Organization), representante da cafeicultura mundial, em seu relatório do mercado cafeeiro de setembro de 2021, afirmou que com o controle da COVID-19 e a recuperação econômica na maioria dos países, o consumo seja maior do que o registrado durante a pandemia (COFFEE MARKET REPORT, 2021).

O café é um produto economicamente importante para o Brasil, sendo significativo componente das exportações (CARVALHO *et al.*, 2017). A produtividade alta do café possibilita um aumento no Produto Interno Bruto (PIB), a soma de todos os bens e serviços finais produzidos. As exportações de café em grão proporcionaram uma renda para o país de R\$ 11 bilhões no PIB e R\$ 729 milhões em impostos líquidos (SESSO *et al.* 2021).

Os consumidores estão familiarizados com o sabor do café, possibilitando aproveitar a associação positiva que temos com o café para criar bebidas que possam ser aceitas no mercado, assim como está ocorrendo com cafés gelados, além de refrigerantes, balas e doces oriundos de café (GONÇALVES 2009). Por essas e outras razões, faz-se necessário aprimorar as técnicas de cultivo do café a fim de abastecer um mercado consumidor em contínua expansão.

## **2.2 O café brasileiro**

Em razão da extensa faixa territorial e os diversos biomas do Brasil, a produção cafeeira brasileira tem uma grande variedade de cultivos e sistemas de produção (VOLSI *et al.*, 2019). Sistemas esses necessários para abastecer o mercado interno e externo, visto que, há mais de 100 anos o Brasil tem uma colocação importante no mercado mundial de café, sendo líder de produção por controlar com cerca de 40% a produção global (SCOLARI, 2006). Em relação ao consumo, no período de 2019/2020, mais de 9,96 milhões de toneladas de grão de café foram consumidas em todo o mundo, sendo o Brasil responsável por 13,4% do consumo total, o que o coloca como o segundo país que mais consome café, atrás apenas dos Estados Unidos (16,2%) (OIC, 2021).

A distribuição da indústria cafeeira no Brasil compreende quinze estados. A produção é espacialmente espalhada por 2,2 milhões de hectares, 287 mil produtores, em 1.900 municípios no Brasil, principalmente em mini e pequenas propriedades (SOUZA, 2014). Os estados de Minas Gerais, Espírito Santo e São Paulo são os maiores produtores contribuindo com cerca de 87% da produção total do país (MAYA *et al.*, 2014). A cadeia do café brasileiro é produtiva, competitiva e reconhecida internacionalmente (CALDARELLI, 2019).

### **2.2.1 O café em Minas Gerais**

Em 2020, a safra mineira foi recorde e alcançou 2,1 milhões de toneladas de café (34,65 milhões de sacas de 60 kg), representando 54,93% da produção nacional (CONAB, 2020). Com isso Minas Gerais é o maior produtor de café do Brasil, sendo o estado detentor do maior número de microrregiões especializadas em café Arábica, o que corresponde a 60% das microrregiões brasileiras. A espécie Arábica (*Coffea arabica* L., Rubiaceae) é responsável por 75,4% da produção nacional e 81,4% do PIB do estado mineiro, o que destaca a importância de Minas Gerais na economia cafeeira brasileira (VOLSI *et al.*, 2019).

O cerrado de Minas Gerais abriga uma produção de café moderna e de alta produtividade. O relevo permite o uso de irrigação e ferramentas agrícolas, na preparação do solo, para um plantio e colheita que proporciona uma expansão da área de cultivo e maior produção (AZEVEDO 2018; VOLSI *et al.* 2019).

Em 2020, a safra da região do Sul de Minas foi de 19,2 milhões de sacas e respondeu por 55% da produção estadual, que está entre as melhores do mundo em qualidade dos grãos, resultado do clima favorável e as modernas técnicas de cultivo e administração empregadas que permitem a colheita de um produto refinado e diferenciado comparado aos demais produzidos em outras regiões do país (CONAB, 2020). O sul de Minas Gerais possui predomínio da mecanização em áreas planas e de baixo uso de maquinários nas serras, com um misto de mecanização e trabalhadores contratados (PIRES *et al.*, 2003). Minas Gerais ainda possui duas microrregiões especializadas na produção da espécie *Coffea canephora* Pierre ex A. Froehner, sendo estas na região do norte do estado (BAFFA, 2014).

Diante disso, é notável que Minas Gerais é o estado com a principal região produtora de café do Brasil (VOLSI *et al.* 2019).

### **2.3 A Química do café**

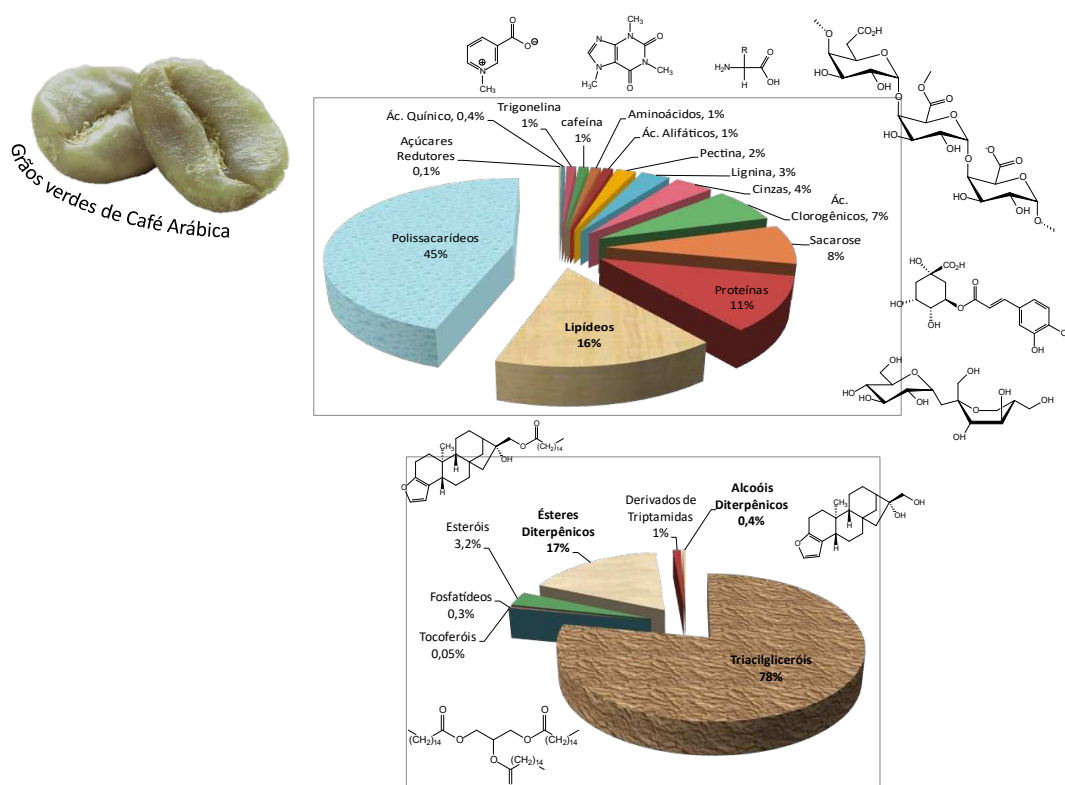
O grão de café é uma matriz complexa, que após a torra obtém-se um alimento aromático (TOLEDO *et al.*, 2016). A infusão do café libera cerca de 1000 compostos orgânicos voláteis (VOCs) diferentes, os quais compõem cerca de 1 g kg<sup>-1</sup> do grão (TOCI; FARAH, 2014). O café verde (cru) (Figura 2A), antes de ser torrado (Figura 2B), contém cerca de 800 substâncias não-voláteis, como polissacarídeos, lipídios (FARAH, 2012; NOVAES *et al.*, 2018; SPEER; KÖLLING-SPEER, 2006), a cafeína (BURDAN, 2015; GASPAR; RAMOS, 2016), ácidos clorogênicos (HALL; TREVISAN; DE VOS, 2022; MUBARAK *et al.*, 2012; SATO *et al.*, 2011) entre outros. A Figura 3 apresenta um gráfico da composição química percentual dessa matriz.

Figura 2 – Representação de imagem A) Grãos de café verde (cru) e B) Grãos de café torrado.



Fonte: Autoria própria.

Figura 3 — Composição química percentual do grão verde de café Arábica, sua fração lipídica e algumas das estruturas moleculares que os compõem.



Fonte: Reproduzida do livro Química para o Desenvolvimento Sustentável na Gestão de Resíduos Industriais e Agroindustriais, de Fábio Junior Moreira

Novaes e outros, p. 27, copyright 2022, com permissão da Sociedade Brasileira de Química (Termo de autorização no Anexo I).

A fração lipídica do café (Figura 3) pode ser extraída a partir do grão cru por prensagem, maceração, extração por micro-ondas, ultrassom, solvente acelerado, fluido supercrítico e por *Soxhlet*, sendo esse último o mais citado (BRUM, 2004; SOUZA *et al.*, 2022; TSUKUI, OIGMAN E REZENDE, 2013). A Tabela 1 resume as principais técnicas de extração de óleo de café e condições de trabalho.

Tabela 1 – Métodos de extração do óleo de café

<b>Técnica de extração</b>	<b>Detalhamento do procedimento</b>	<b>Percentual de óleo no grão (%)</b>	<b>Referência</b>
Soxhlet	20 g de café arábica (verde ou torrado); Hexano em 10 mL g <sup>-1</sup> ; 16 h em temperatura de ebulição	11,4 (Grão verde) – 15,5 (Grão torrado)	Araújo & Sandi, 2006
	30 g de café Arábica verde moído; 300 mL de hexano; 90 °C; 16 h	8,8	Oigman <i>et al.</i> , 2012
	Petroleum ether; 16 h; temperatura de ebulição (35-50 °C)	Não Identificado	AOAC (1965) apud Speer and Kolling-Speer (2006)
	Razão 4:1 de éter de petróleo/amostra grão <i>Arabica</i> verde, por 4 h.	7,5 – 9,5	Tsukui <i>et al.</i> , 2014
	30h de café verde Arábica moído; 300 ml de hexano por 4 e 16h.	10,4 – 10,5	Novaes <i>et al.</i> , 2015
	Éter de petróleo por 8 – 16 horas	Não identificado	Instituto Adolfo Lutz (2008)
	Grãos verdes de café	11,4 % (6h),	Picard, Guyot and Vicent

	<i>Canephora</i> submetidos de 6 – 12h de extração em hexano e dietil éter	11,6% (8h), 11,0% (10h) e 10,9% (12h)	(1984) apud Speer e Kolling-Speer (2006)
	Período de 4 horas de extração com solvente éter de petróleo	Não identificado	Deutsch Frschungsgemeinschaft (1952) apud Speer e Kolling-Speer (2006)
	Grãos verdes de café <i>Canephora</i> submetidos a 16h de extração em hexano	8,3	Dibert, Cros e Andrieu (1989)
	Café <i>Arabica</i> e <i>Canephora</i> submetidos a extração por 5h em metil tert-butil éter (MTBE)	Não identificado	Speer e Kolling-Speer (1989)
	Grãos verdes de café <i>Arabica</i> e <i>Canephora</i> submetidos a 8h de extração em hexano	15 ( <i>Arabica</i> ) e 12 ( <i>Canephora</i> )	Carrera <i>et al.</i> (1998)
	Grão de café <i>Arabica</i> verde submetido por 7h em hexano	8,5	Topala e Tataru (2015)
	Café <i>Arabica</i> submetido por 3-5h em cada um dos solventes: acetona, etanol, etil acetato, hexano, isopropanol e éter de petróleo	8,31 (acetona), 11,78 (etanol), 6,44 (etil acetato), 8,85 (hexano), 10,23 (isopropanol) e 7,67 (éter de petróleo)	Oliveira (2019)
	Café <i>Arabica</i> verde, metil tert-butil eter (MTBE) por 6 horas	18,6	Dias (2009)
Micro-ondas	2 g de grão verde; 8 mL	5,9 – 7,6	Tsukui <i>et al.</i> , 2014

	de éter de petróleo por 45°C por 10 min; 600 rpm		
Extração por solvente acelerado	22 g de café verde moído, 30 mL de Etanol, 3 ciclos, pressão 10,30 Mpa	6,60 – 9,78	Oliveira <i>et al.</i> , 2018
Extração com ultrassom	120 min; hexano/etanol	5,39	Longo <i>et al.</i> , 2020
Extração com fluido supercrítico CO <sub>2</sub>	200 mg de café verde ou torrado moído; 235 - 380 bar; 60 - 90 °C; 25 min total; 1,5 mL min <sup>-1</sup> de CO <sub>2</sub>	10,3 – 14,0	Araújo & Sandi, 2006
	Grão de café Arabica Verde em 300 bar, 90 °C, 695,42 kg/cm <sup>3</sup> de densidade do CO <sub>2</sub> , com 20 min de contato estático seguido de 6h de contato dinâmico.	6,5	Oliveira <i>et al.</i> , 2014
	6 h, 20 min, 30 Mpa e 70 °C	8,8	Oliveira <i>et al.</i> , 2018
Extração por prensagem	Grão cru submetido a prensa	3,5	Sandi, 2003
	Prensa contínua Ecirtec; 485 kg de café verde Arábica	4,0	Turatti, 2001

Fonte: A autora e referencias apresentadas na tabela.

Nota-se que a extração por Soxhlet é a mais empregada devido o maior rendimento de extração comparado as demais tecnologias e ao baixo custo relativo, sendo o método preconizado pela AOAC. São utilizados 30 g da amostra, por períodos de 4 a 16 horas e ciclos de 4 a 6 sifonagens do solvente

(250 mL) por hora na câmara de extração (AOAC 2006). É fundamental evitar refluxo prolongado, por favorecer reações de peroxidação e de hidrólise, comprometendo a quantificação de componentes lipídicos, devido ao aquecimento constante da micela e a exposição ao oxigênio durante o procedimento (BRUM, 2004; KATES, 1972).

Outro procedimento oficial para a extração de lipídios do café utilizando Soxhlet é descrito pela Sociedade Alemã de Ciência Lipídica ("German Society of Lipid Science, GSLS"), que recomenda que o material seja moído, em seguida, seco a 105°C por 30-35 minutos (se o teor de umidade exceder 10%) e extraído por 4 horas com éter de petróleo (faixa de ebulição de 40° a 55°C) (GSLS, 1952). No entanto, tempos de extração mais curtos podem resultar em uma lixiviação incompleta do analito na superfície da matriz. Na extração Soxhlet, n-hexano é o solvente extrator mais utilizado devido à sua polaridade, por ser um solvente volátil (ponto de ebulição igual 68,8 °C) que mantém componentes termolábeis, como terpenos, favorecendo a concentração da amostra por sua vaporização, de custo acessível (R\$ 320,00 por litro) e de origem petroquímica, portanto, facilmente disponível (SIGMA-ALDRICH, 2023). Contudo, o n-hexano possui grau de toxicidade alto, igual a 5, não é de origem renovável, o método requer volumes ( $\geq 250$  mL) de solvente moderados a altos, bem como elevado volume de água para refluxo no condensador (90 L por hora) (AOAC 2006; BRUM, 2004; PINTO & SILVA, 2012).

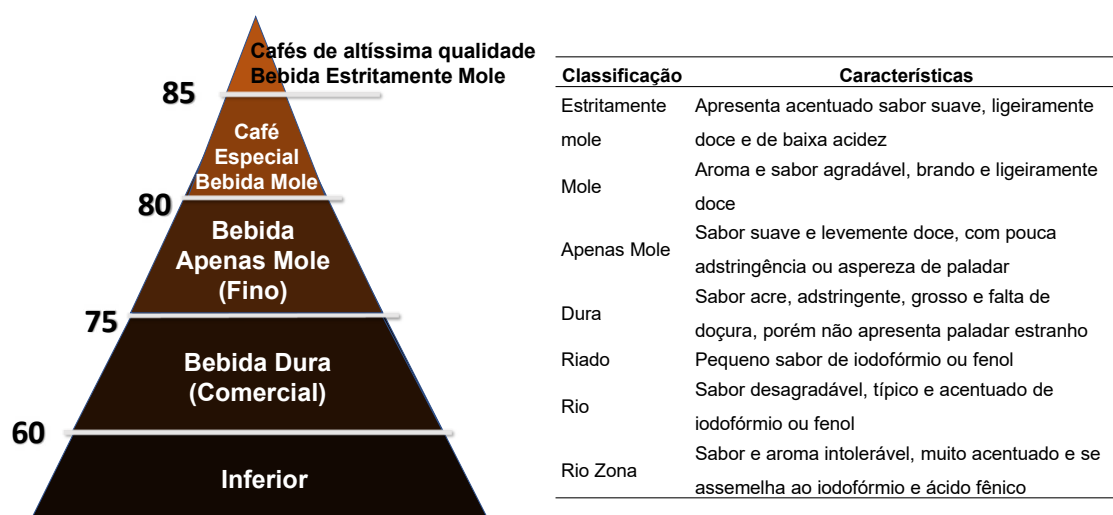
Na análise de lipídios, é crucial adotar práticas sustentáveis, alinhadas aos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) da Agenda 2030 das Nações Unidas. Destacam-se metas específicas, como a redução da exposição a produtos químicos (ODS 3.9) e a eliminação do despejo de águas residuais (ODS 6.3), incluindo o aumento da eficiência do uso da água (ODS 6.4) (NAÇÕES UNIDAS BRASIL, 2023). A superação das limitações do solvente hexano é essencial, considerando seu alto grau de toxicidade, não renovação e impactos ambientais e de saúde. Esta abordagem busca atender aos ODS 9.1, 9.2-3 e 9.4, relacionados ao desenvolvimento confiável, sustentável e inclusivo, bem como a processos ambientalmente corretos e a prevenção, redução e

reciclagem de solventes (NAÇÕES UNIDAS BRASIL, 2023). Adotando uma abordagem que reduz significativamente consumo energético, volume de solvente e amostra, contribui-se para os ODS 11.6 e 12, referentes à redução do impacto ambiental e garantia de padrões sustentáveis de consumo e gestão de produtos químicos e resíduos. O foco na conservação e uso sustentável da água (ODS 14) reforça o compromisso de transformar a extração de lipídios para práticas mais sustentáveis, alinhadas aos ideais da ONU para um futuro equitativo e preservativo (NAÇÕES UNIDAS BRASIL, 2023).

## 2.4 Avaliação sensorial do café e marcadores químicos de qualidade

O teste de xícara é o método utilizado em todo o mundo para avaliar a qualidade do café com base em seu aroma e sabor. O método consiste em adicionar água fervente a 10 g de café torrado (Figura 2B) e moído em uma xícara. Painelistas treinados e certificados conhecidos como *Q-graders* garantem a avaliação sensorial, classificando a bebida em categorias como Extremamente Mole (a melhor qualidade) Mole, Meio Mole, Dura, Riado, Rio e Rio Zona (a pior qualidade) (Figura 4) (BRASIL, 2003).

Figura 4 — Classificação sensorial dos cafés com base na escala da SCAA e na legislação brasileira.



Fonte: SCAA (2022) e BRASIL (2003).

A Associação Americana de Cafés Especiais – SCAA (sigla em inglês *Specialty Coffee Association of America*) estabeleceu um padrão aceito

internacionalmente que avalia 10 atributos na prova de xícara, como fragrância/aroma, sabor, ausência de defeitos, corpo, finalização, harmonia, impressão geral, acidez, uniformidade e doçura (SCAA, 2022). Para esse, a pontuação final varia de zero a 100, dos quais acima de 80 pontos é classificado como cafés especiais e acima de 90 pontos cafés de qualidade superior (Figura 3A). Essa descrição determina a qualidade de um lote de café. No entanto, à diversidade de aromas e sabores presentes no café, os avaliadores estão sujeitos a variações individuais que podem resultar em pequenas diferenças ao final da avaliação (BELCHIOR *et al.*, 2019).

Com base nisso e complementando o que foi discutido na seção 1, é conhecido que marcadores químicos da qualidade do café incluem a relação cafestol/caveol, que é apontada como preditor da qualidade do café (NOVAES *et al.*, 2015). Além disso, um maior teor de lipídios é indicativo de uma melhor qualidade do grão (BARBOSA *et al.*, 2019). Devido à crescente demanda de métodos de extração mais sustentáveis, torna-se essencial investir na criação de metodologias confiáveis para determinar o teor lipídico e, posteriormente, avaliar a qualidade do grão. Essa abordagem pode complementar a análise sensorial, uma vez que os avaliadores estão sujeitos a variações individuais.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. Objetivo geral**

Esboçar uma nova abordagem para avaliar se o teor lipídico do grão verde de café Arábica possui correlação com a qualidade da bebida, sendo este um potencial marcador descrito na literatura.

#### **3.2. Objetivos específicos**

- Desenvolver método de extração alternativo ao *Soxhlet* e o aplicá-lo para a determinação do teor lipídico em amostras de café verde;
- Avaliar a hipótese que a análise química de grãos de cafés verdes pode ser utilizada para prever a qualidade sensorial da bebida de cafés.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Amostras de café

Grãos verdes de café Arábica foram cedidos pelo Departamento de Fitopatologia da Universidade Federal de Viçosa (UFV) – MG (Viveiro de Café, 20° 44' 53" S, 42° 15' 106" W, 667 m de altitude; colhidos no mês de junho de 2021). Esses foram utilizados para avaliar os processos extrativos (itens 4.2 e 4.3) e também prensados em prensa de parafuso infinito pela empresa Cooxupé a fim de se obter a composição química percentual por cromatografia gasosa acoplada ao espectrômetro de massas (CG-EM) (item 4.4).

Amostras de grãos verdes de cafés Arábica de diferentes notas sensoriais foram fornecidas pela Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais (EPAMIG), as quais foram codificadas e discriminados quanto altitude de cultivo e parâmetros de qualidade.

### 4.2. Extração sólido-líquido por Soxhlet

Trinta gramas de grãos de café verde foram moídos em moinho (SL 38, SOLAB, Piracicaba - São Paulo) e tamisados em peneira (Modelo 15P4040.08.C, Bronzinox, São Paulo) para obtenção de partículas de 0,686 a 1,651 mm. A extração por *Soxhlet* foi realizada empregando com 300 mL de *n*-hexano (Grau HPLC, Sigma-Aldrich, São Paulo) por 4 h (4 ciclos/h), realizados em triplicata (AOAC, 2003). Após extração e resfriamento do sistema, os extratos foram concentrados em evaporador rotativo (RV 3, IKA, Campinas) sob pressão reduzida, cuja massa do extrato foi pesada para determinação do teor lipídico (Equação 1).

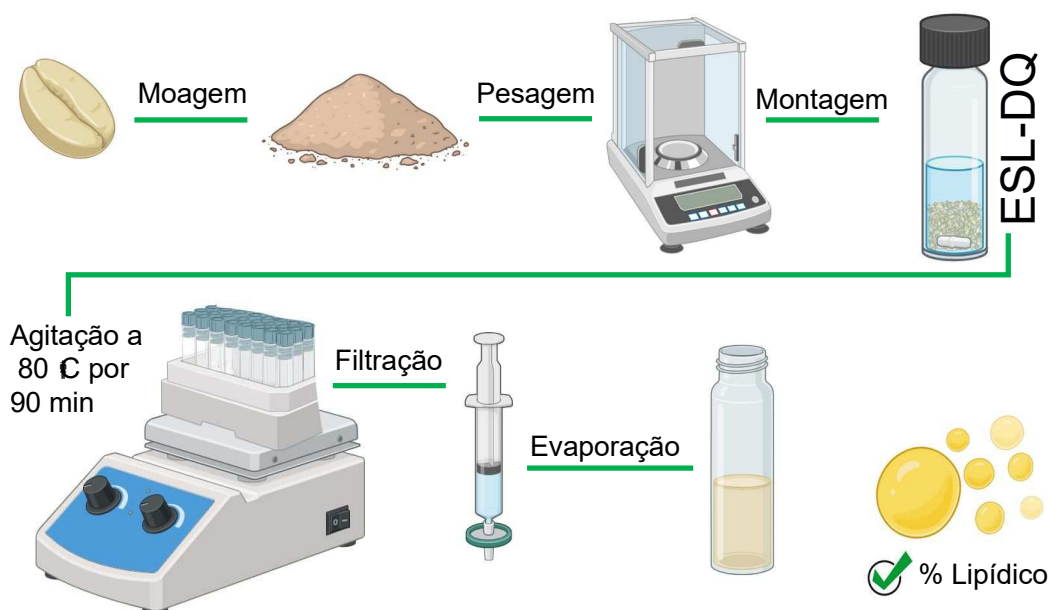
$$\text{Extração (\%)} = \frac{\text{Massa de óleo extraído}}{\text{Massa de grão de café}} \times 100\% \quad (1)$$

### 4.3. Extração sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ)

Duzentos miligramas de amostra triturada foram transferidos para um frasco de rosca (4 mL), posteriormente acrescido de uma barra magnética e 2 mL de *n*-hexano. O frasco hermético foi fechado com uma tampa de rosca contendo

selo interno de PTFE e submetido à extração direta a 80 °C por 90 min sob vigorosa agitação. A suspensão resultante foi filtrada utilizando um filtro de seringa (membrana de Teflon, 13 mm × 0,45 µm, Labquip Technologies, Melbourne, Austrália) e o filtrado aplicado evaporado para análise gravimétrica do teor lipídico (Equação 1). Um esquema do procedimento é apresentado na Figura 5.

Figura 5 – Esquema do procedimento de extração ESL-DQ.



Fonte: Autoria própria.

#### 4.4. Análise qualitativa e semi-quantitativa por Cromatografia Gasosa

Cromatógrafo a gás (CG) Agilent Technologies, Inc. (Palo Alto, CA, USA) modelo 7820A equipado com amostrador automático G4513A e espectrômetro de massas quadrupolar (EM) Agilent (MSD 5977B Network). Gás carreador hélio a 2,0 mL min<sup>-1</sup> em modo de vazão constante. Coluna capilar DB-17HT (50 % fenila e 50 % metilsiloxana, 10 m, 0,25 mm D.I., 0,15 µm). Injetor com divisão de fluxo (1:50) a 315 °C com pulso de pressão de entrada de 25 psi durante os 25 s iniciais; volume de injeção de 1,0 µL. Programa de temperatura do forno do CG: 50 °C (1 min) // 30 °C min<sup>-1</sup> até 120 °C // 25 °C min<sup>-1</sup> até 265 °C // 5 °C min<sup>-1</sup> até 350 °C (5 min).

Condições de operação do Espectrômetro de Massas (EM): temperatura da fonte iônica, 230 °C; temperatura da interface, 365 °C; temperatura do quadrupolo, 200 °C; voltagem de ionização de 70 eV. Espectros de massas obtidos no modo de varredura (50-800 Da). Aquisição e processamento dos dados foram realizados utilizando o software MassHunter GC/MS Aquisition B.07.04.2260 (Agilent Technologies, Inc) e identificação dos compostos baseado em valores de correspondência (Match)  $\geq 750$  obtidos na biblioteca NIST/EPA/NIH Mass spectral Library (Version 2.2, 2014, Standard Reference Data Program of the NIST, USA).

#### **4.5. Análise estatística**

Todo o planejamento experimental e a análise estatística foi realizada utilizando software Statistica versão 7.0 (Statsoft, Inc., Tulsa, OK), considerando 5% como nível de significância. Um modelo quadrático sobre um Planejamento Experimental Fatorial Completo  $3^3$  foi usado para descrever o teor lipídico como uma função dos três fatores estudados: temperatura ( $T$ , °C), tempo ( $t$ , min) e a relação entre volume de solvente e a massa de grãos verdes de café moídos ( $R$ , mL g<sup>-1</sup>).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

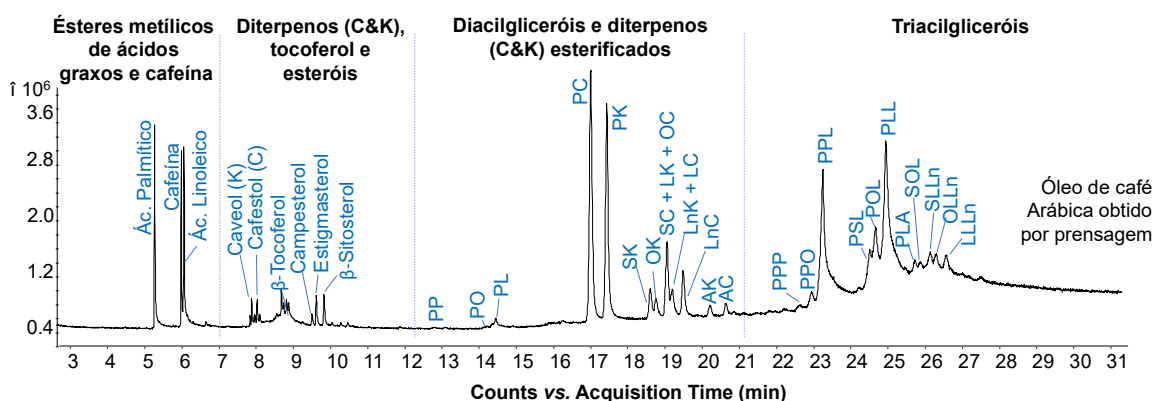
### 5.1. Extração lipídica de grãos verdes de café Arábica por prensagem

Uma amostra de grãos verdes de café Arábica foi prensada pela empresa Cooxupé, utilizando prensa tipo Expeller parafuso sem fim, obtendo rendimento igual a 3,35% *m/m* de óleo para grão cru (SILVA, 2023; TURATTI, 2001). O procedimento é usado na indústria, contudo não descreve o teor lipídico com exatidão devido a ineficiência de extração.

### 5.2. Identificação e semi-quantificação dos componentes lipídicos do café

A fim de obter a composição lipídica do café Arábica, o óleo obtido por prensagem de grãos verdes foi analisado por CG-EM. A Figura 6 apresenta o cromatograma com destaque para as regiões de eluição por classe de compostos. Na primeira é observado os picos de metil ésteres de ácidos graxos e da cafeína. A segunda, os diterpenos cafestol e caveol (C&K),  $\beta$ -tocoferol e três esteróis triterpênicos. A terceira há diacilgliceróis e ésteres diterpênicos do C&K. Já na última região os triacilgliceróis (TAGs) (Figura 6).

Figura 6 — Cromatograma do óleo de café Arábica verde obtido por prensagem com realce para as regiões de eluição. Siglas: Cafestol (C), caveol (K), palmitato (P), oleato (O), linoleato (L), estearato (S), araquidato (A), e linoleneato (Ln).



Fonte: Autoria própria.

Todos os picos foram identificados e listados na Tabela 2, a qual apresenta os nomes dos compostos baseado na biblioteca NIST 14 e os respectivos valores de área.

Tabela 2 — Composição química percentual do óleo de café Arábica.

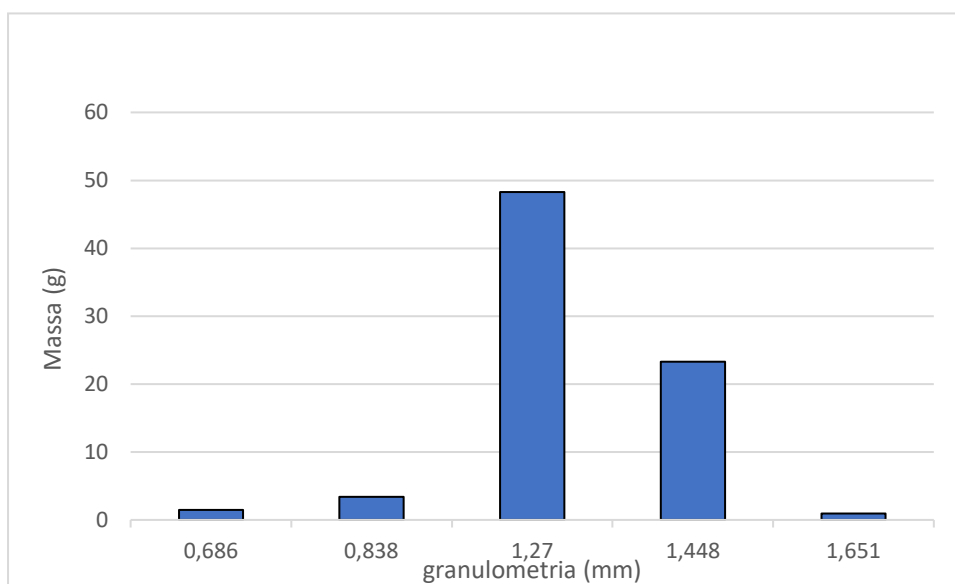
Componentes da amostra	Tempo de Retenção (t <sub>R</sub> )	Valor de área	
		(Counts)	(%)
Ácido palmítico	5,71	1429377	5,64
Cafeína	6,39	1431295	5,65
Ácido linoleico	6,47	788984	3,11
Caveol	9,07	174527	0,69
Cafestol	9,12	153634	0,61
β-Tocoferol	9,23	129069	0,51
Campesterol	9,82	371059	1,46
Estigmasterol	9,94	81641	0,32
β-sitosterol	10,15	215047	0,85
Palmitato de caveol	17,22	5905190	23,29
Palmitato de cafestol	17,64	4316196	17,03
1,2-dipalmitoil-3-linoleoil glicerol (PPL)	23,11	3207356	12,65
1-palmitoil-2-stearoil-3-linoleoil-glicerol (PSL)	23,41	235216	0,93
1-palmitoil-2-oleoil-3-linoleoil-glicerol (POL)	24,75	604568	2,38
1-palmitoil-2,3-dilinoleoil-glicerol (PLL)	24,81	4283580	16,90
1-palmitoil-2-linoleoil-3-araquidonoil-glicerol (PLA)	25,08	115122	0,45
1-stearoil-2-oleoil-3-linoleoil-glicerol (SOL)	25,85	67861	0,27
1-stearoil-2-linoleoil-3-linolenil-glicerol (SLLn)	25,96	361903	1,43
1-oleoil-2-linoleoil-3-linolenil-glicerol (OLLn)	26,24	408259	1,61
1,2-dilinoleoil-3-linolenil-glicerol (LLLn)	26,42	486507	1,92
	<b>Área total</b>	<b>25351353</b>	<b>100</b>

Fonte: Autoria própria.

### 5.3. Extração lipídica de grãos verdes de café Arábica por outras técnicas

Com o objetivo de obter o teor lipídico em grãos verdes de café Arábica por outras técnicas, os grãos foram moídos e tamisados entre 0,686 e 1,651 mm. A Figura 7 apresenta a distribuição em tamanho de partícula, cuja amostra foi reservada para posterior extração.

Figura 7 — Distribuição granulométrica do café verde Arábica moído.



Fonte: Autoria própria.

#### 5.3.1. Extração lipídica por Soxhlet a partir de grãos verdes de café Arábica

Os métodos oficiais GSLS e AOAC são usados para extração lipídica em amostras de café utilizando aparelhagem *Soxhlet* por 4 h ou 16 h, respectivamente (AOAC, 2006). Contudo, esses tempos de extração se apresentaram estatisticamente equivalentes em rendimento de óleo obtido, utilizando 30 g de amostra e 300 mL de solvente (NOVAES *et al.*, 2015). Por essa razão, o período de 4 h foi empregado para avaliação do teor lipídico na amostra como método de referência, sendo realizado em triplicata. A Tabela 3 apresenta

os teores obtidos, cujo percentual médio foi de 11,56%, valor condizente com dados da literatura, os quais variam de 7 a 17% m/m para grãos verdes de café Arábica (Tabela 1) (SPEER, KÖLLING-SPEER, 2006; NOVAES *et al.*, 2015, 2018; FARAH, 2019).

Tabela 3 — Rendimento lipídico (%) da extração por *Soxhlet* a partir de grãos verdes de café Arábica.

<b>Experimento</b>	<b>Rendimento (%)</b>
Replicata 1	11,54
Replicata 2	11,50
Replicata 4	11,65
Média	11,56
Desvio padrão	0,08
Coefficiente de variação (%)	0,60

Fonte: Autoria própria.

### **5.3.2. Extração lipídica sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ)**

#### **5.3.2.1. Planejamento Experimental aplicado a ESL-DQ**

A fim de encontrar uma alternativa a extração por *Soxhlet*, uma nova metodologia utilizando *n*-Hexano foi proposta, para a qual menor quantidade de amostra e solvente se fazem necessários devido a pouca quantidade de amostras em certos momentos e também devido ao grau de toxicidade do solvente. Por esses motivos, uma extração sólido-líquido direta à quente (ESL-DQ) foi avaliada quanto a recuperação do óleo extraído sob uma escala menor que a *Soxhlet* e comparada ao final com esta. Para isso, um Planejamento Experimental Fatorial Completo  $3^3$  foi utilizado, variando temperatura ( $T$ , °C), tempo ( $t$ , min) e a relação entre volume de solvente e a massa de grãos verdes de café moídos ( $R$ , mL g<sup>-1</sup>), consideradas no planejamento como variáveis independentes, sendo a resposta obtida em função do rendimento da extração de óleo (%) a partir de grãos verdes de café moído como variável dependente. Ao todo, foram realizado 30 experimentos, 27 oriundos do planejamento e 3 replicatas no ponto central. As variáveis de respostas e níveis são apresentados na Tabela 4, enquanto que a matriz experimental contendo os resultados obtidos estão na Tabela 5.



Tabela 4 — Níveis de variáveis no Planejamento Experimental Fatorial Completo.

Variável	Níveis		
	Inferior (-1)	Central (0)	Superior (+1)
<i>T</i> , temperatura (°C)	60	70	80
<i>R</i> , razão entre volume de solvente e massa de café (mL g <sup>-1</sup> )*	3:1 (2 mL 0.667 g <sup>-1</sup> )	6,5:1 (2 mL 0.308 g <sup>-1</sup> )	10:1 (2 mL 0.200 g <sup>-1</sup> )
<i>t</i> , tempo (min)	30	60	90

\*Valores escolhidos de modo a não exceder 75% da capacidade do frasco do reator de 4 mL.

Tabela 5 — Planejamento experimental e valores de rendimento obtidos.

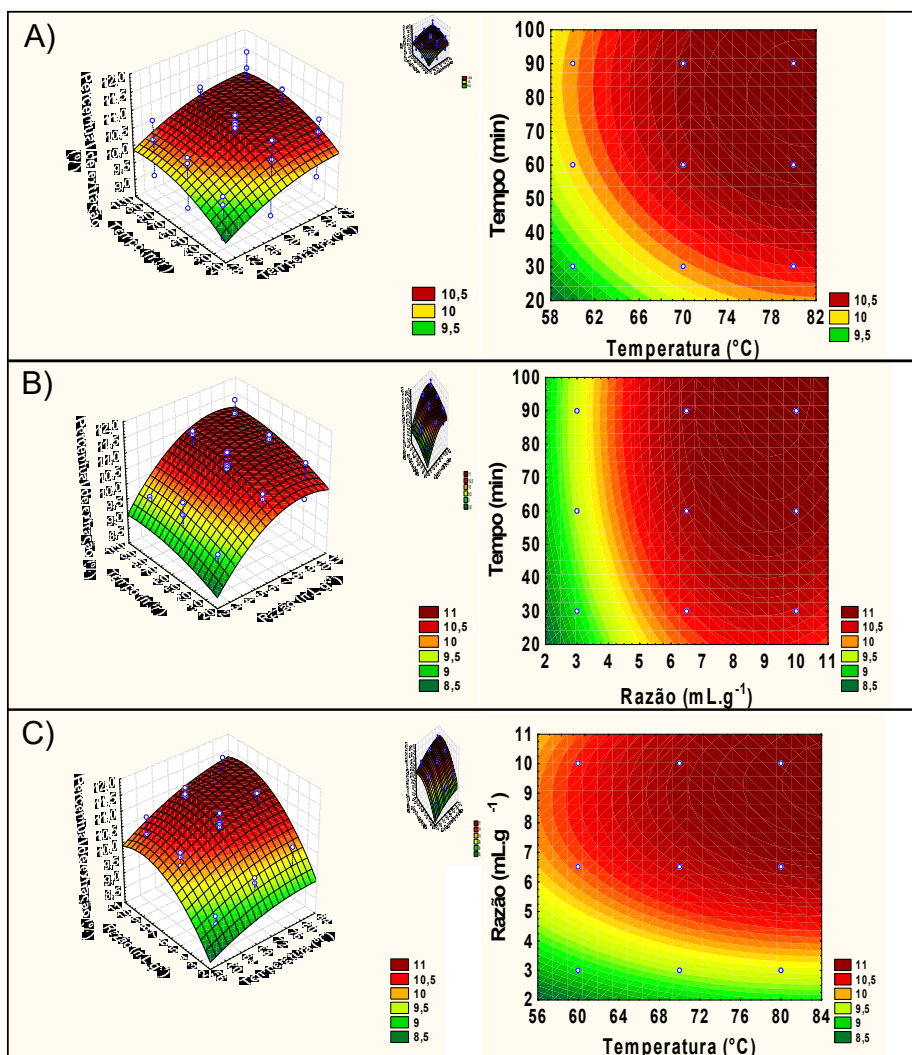
Experimento	<i>T</i> (°C)	<i>R</i> (mL g <sup>-1</sup> )	<i>t</i> (min)	Recuperação de óleo (%)
1	60	3.0	30	9,46
2	60	3.0	90	10,64
3	60	3.0	60	9,71
4	60	6.5	90	10,52
5	60	6.5	60	10,42
6	60	6.5	30	10,26
7	60	10.0	60	10,68
8	60	10.0	30	10,55
9	60	10.0	90	11,02
10	70	3.0	90	9,44
11	70	3.0	60	8,02
12	70	3.0	30	9,37
13	70	6.5	60	10,67
14	70	6.5	30	9,79
15	70	6.5	90	10,32
16	70	10.0	30	9,93
17	70	10.0	90	9,33
18	70	10.0	60	10,69
19	80	3.0	60	10,13
20	80	3.0	30	9,48
21	80	3.0	90	8,14
22	80	6.5	30	9,80
23	80	6.5	90	8,83
24	80	6.5	60	10,18
25	80	10.0	90	10,77
26	80	10.0	60	10,80
27	80	10.0	30	9,16
28	70	6.5	60	10,22
29	70	6.5	60	10,15
30	70	6.5	60	10,25
Média dos pontos centrais (Exp. 28-30)				10,21
Desvio Padrão (DP)				0,04
Desvio Padrão Relativo (DPR, %)				0,05

$T$ : temperatura;  $t$ : tempo;  $R$ : Razão entre volume de solvente e massa de grão de café verde moído.

Os teores lipídicos foram obtidos com satisfatória reprodutibilidade entre as replicadas (desvio padrão relativo <0,05%) e pequena variação (Tabela 5). O maior rendimento é apresentado pelo experimento 9 (11,02%).

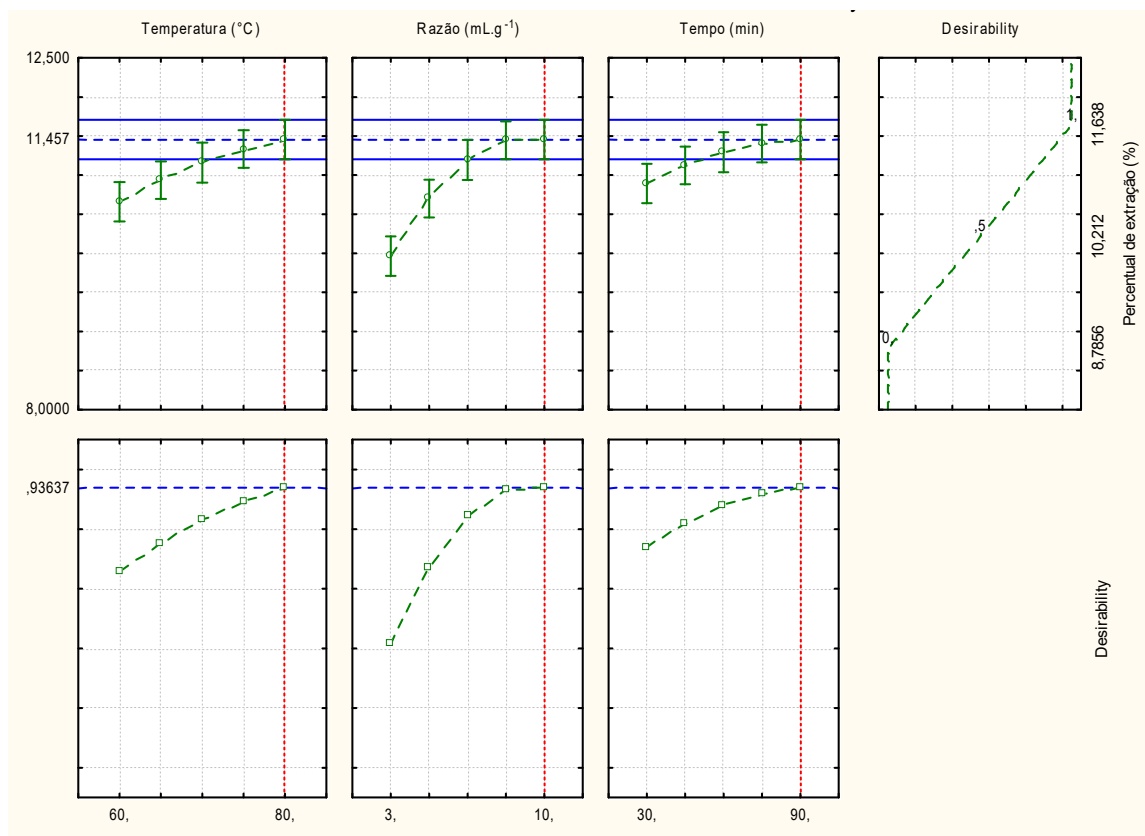
A Figura 8 apresenta os gráficos de superfície de resposta e linhas de contorno que ilustram o efeito positivo de cada variável ( $T$ ,  $R$  e  $t$ ) utilizada na extração lipídica. A superfície de resposta também indica os pontos axiais superiores (Tabela 1: nível +1) como a melhor condição para a realização da extração: 80 °C, 10 g L<sup>-1</sup> e 90 min. A melhor condição de extração também é obtida pela função de desejabilidade, indicada pelas curvas dos gráficos presentes na Figura 9, e o valor de 0,93637 para a função.

Figura 8 — Superfícies de respostas e linhas de contorno que ilustram o efeito das variáveis temperatura ( $T$ ), razão ( $R$ ) e tempo ( $t$ ) sobre o rendimento lipídico.



Fonte: Statistica.

Figura 9 — Perfil dos valores previstos e desejáveis para a extração lipídica.



Fonte: Statistica.

Os dados experimentais foram ajustados ao modelo proposto pela análise de variância (ANOVA) (Tabela 6). O modelo foi validado pelo teste  $F$  ( $F_{Calculado} > F_{Tabelado}$ ) obtendo bom coeficiente de determinação de 0,9233 e reprodutibilidade entre os pontos centrais igual a 0,05% (Tabela 5).

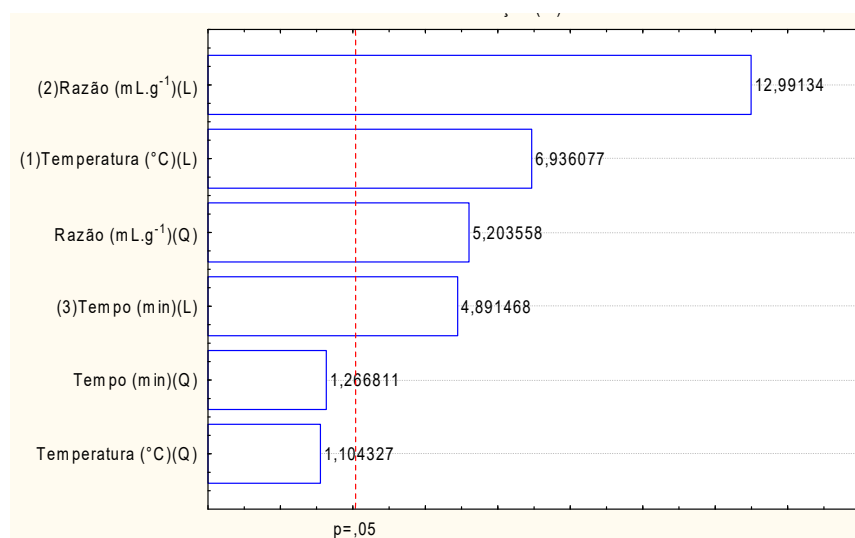
Tabela 6 — Análise de variância (ANOVA) para validação do modelo matemático.

Fator	Soma Quadrática	Grau de Liberdade	Média Quadrática	F <sub>Calculado</sub>	F <sub>Tabela</sub>	Valor de p
Temperatura (T, L)	2,8575	1	2,8575	48,1092	2,42	<0,0001
Temperatura (T, Q)	0,0724	1	0,0724	1,2195	2,42	0,2809
Razão (R, L)	10,0245	1	10,0245	168,7750	2,42	<0,0001
Razão (R, Q)	1,6083	1	1,6082	27,0770	2,42	<0,0001
Tempo (t, L)	1,4211	1	1,4211	23,9265	2,42	<0,0001
Tempo (t, Q)	0,0953	1	0,0953	1,6048	2,42	0,2179
Resíduos			0,0594			
Falta de Ajuste						
Erro Puro	1,3661	23	0,0594			
Total	17,8195	29				

Fonte: Statistica.

O gráfico de Pareto (Figura 10) apresenta os termos lineares (L) da razão (R) e da temperatura (T) como os mais importantes para a extração, seguidos do termo quadrático (Q) da razão (R) e o termo linear do tempo (t). O Gráfico de Pareto apresenta concordância com o teste *F* (Tabela 6), com os resultados dos valores previstos e desejáveis para a extração (Figura 9) e com as superfícies de respostas apresentadas na Figura 5.

Figura 10 — Gráfico de Pareto para os efeitos estimados na ESL-DQ de lipídios.



Fonte: Statistica.

As estimativas de efeito calculadas pelo software *Statistic* apresentam os coeficientes presentes na Tabela 7 para cada um dos fatores. Novamente os fatores lineares para *R*, *T* e *t*, seguidos pelo fator quadrático para *R* foram considerados significantes para descrever o experimento por apresentar valor de  $p < 0,05$ .

Tabela 7 — Parâmetros dos efeitos estimados para o estudo sobre a ESL-DQ.

<b>Fator</b>	<b>Efeito</b>	<b>Coefficiente</b>	<b>Erro padrão do coeficiente</b>	<b>Valor de <math>p</math></b>
Mean/Interc.	10,26617	10,26617	0,045413	0,000000
Razão (R, L)	1,49253	0,74627	0,057443	0,000000
Temperatura (T, L)	0,79686	0,39843	0,057443	0,000000
Tempo (t, L)	0,56197	0,28098	0,057443	0,000061
Razão (R, Q)	0,48429	0,24214	0,046534	0,000028
Tempo (t, Q)	0,11790	0,05895	0,046534	0,217901
Temperatura (T, Q)	0,10278	0,05139	0,046534	0,280871

Fonte: Statistica.

A Equação 2 apresenta o polinômio que descreve o experimento, os coeficientes de cada termo são apresentados na Tabela 7.

$$y = 10,27 + 0,75R + 0,40T + 0,28t + 0,24R^2 + 0,24R^2 + 0,06t^2 + 0,05T^2 \quad (2)$$

Os resultados apresentados corroboram para afirmar que em temperaturas maiores obtêm-se o efeito positivo sobre a extração dos lipídios, pois acarreta na redução da viscosidade do solvente, facilitando sua permeação nos interstícios do grão, aumentando a solubilidade dos lipídios no solvente e, portanto, a transferência de massa. Temperaturas maiores que 80 °C não foram consideradas no experimento devido a termolabilidade dos diterpenos cafestol e caveol, componentes lipídicos do café (NOVAES *et al.*, 2023).

Uma quantidade maior de solvente em relação a massa de café ( $R = 10$ ) proporcionou maior rendimento de extração por não saturar o solvente, ou seja, exceder sua capacidade de solvatação. Além disso, razões menores são indesejáveis para possibilitar a transferência do extrato e para posterior

determinação gravimétrica. Pelas razões mencionadas acima, foi escolhido empregar a temperatura de 80 °C e a razão de 10 para a ESL-DQ dos lipídios do café.

### 5.3.2.2. Otimização da ESL-DQ

Um novo experimento foi sugerido a fim de observar se havia uma extração exaustiva pelo acréscimo do tempo no procedimento. Nesse sentido, uma análise univariada foi realizada ao estender o tempo de extração de 90 min para 120 e 150 min. A Tabela 8 apresenta esses resultados e também a reprodução da extração em 90 min, sendo observado rendimentos de extração equivalentes em função dos valores médios e os respectivos coeficientes de variação.

Tabela 8 — Rendimento de óleo de café (%) versus tempo de extração (min). Mantendo a proporção de 10 mL g<sup>-1</sup> e temperatura de 80°C.

Rendimento (%)	Tempo de extração (min)		
	90	120	150
Réplica 1	11,75	11,73	11,38
Réplica 2	11,74	11,83	11,49
Réplica 3	11,29	11,34	11,50
Média (%)	11,59	11,63	11,46
Desvio padrão (%)	0,26	0,26	0,07
Coeficiente de variação (%)	2,27	2,23	0,58

Fonte: Aatoria própria.

Essa equivalência nos resultados é confirmada pela análise de variância (Tabela 9), cujo valor de  $F$  esperado (5,143) foi maior do que  $F$  calculado (0,5497), indicando não haver diferença significativa entre os dados, assegurando o uso de 90 min para a extração lipídica.

Tabela 9 — Análise de variância para os valores de extração de óleo da Tabela 8.

Fator	Soma Quadrática	Grau de Liberdade	Média Quadrática	F <sub>Calculado</sub>	F <sub>Tabelado</sub>	Valor de p
Entre grupos	0,0515	2	0,0257	0,5497	2,42	0,6037
Dentro de grupos	0,281	6	0,0468			
Total	0,3325	8				

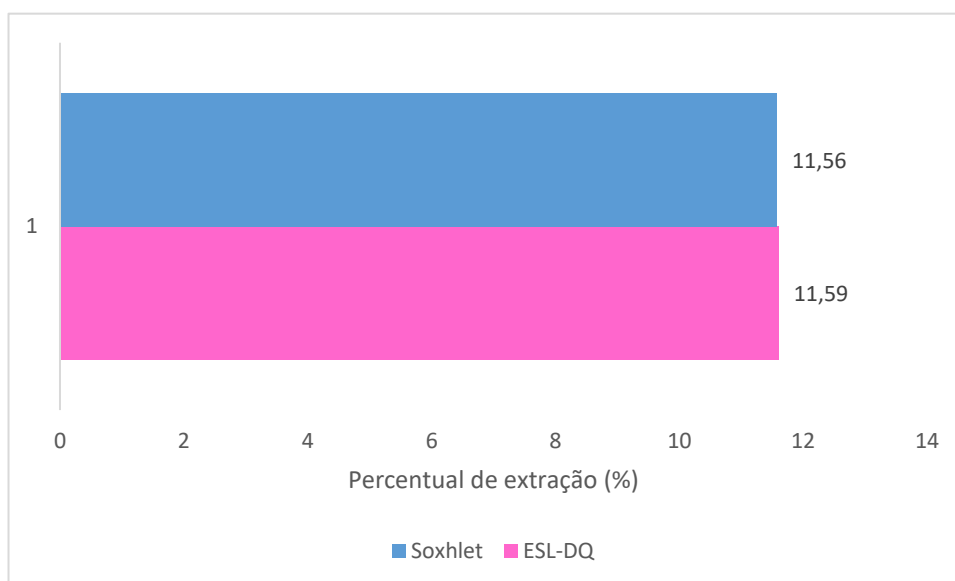
Fonte: Statistica.

Por fim, o tempo de extração de 90 min foi escolhido e aplicado em conjunto com a temperatura de 80 °C e razão de 10 mL g<sup>-1</sup>, como a metodologia otimizada para a determinação do teor lipídico em amostras de grãos verdes de café Arábica.

### 5.3.2.3. Validação da ESL-DQ frente a extração por Soxhlet

Ao comparar a média dos resultados obtidos pela extração por *Soxhlet* (Tabela 3: 11,56%) com a média obtida pela ESL-DQ otimizada (Tabela 8: 11,59%), obtêm-se o gráfico de comparação desses percentuais (Figura 11) que demonstra equivalência entre os resultados.

Figura 11 – Comparação da eficiência de extração por *Soxhlet* e ESL-DQ.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 11 apresenta um gráfico de barras que compara os percentuais de extração obtidos por dois métodos distintos: o tradicional método de extração por *Soxhlet*, representado pelo valor de 11,56%, e a avançada técnica de extração por ESL-DQ otimizada, cuja média alcançada foi de 11,59%, conforme detalhado na Tabela 3 e Tabela 8, respectivamente. A representação gráfica reforça visualmente a equivalência notável entre os percentuais de extração alcançados pelos métodos ESL-DQ otimizado, revelando uma diferença mínima de 0,03% e destacando a eficácia dessa abordagem na extração dos compostos desejados em comparação com o método convencional de *Soxhlet*.

Para fundamentar estatisticamente a equivalência dos percentuais de extração obtidos pelos métodos de extração por *Soxhlet* e ESL-DQ otimizada, realizou-se uma análise de variância (ANOVA), que permite avaliar se existem diferenças significativas entre as médias dos grupos. Os resultados desta análise são apresentados na Tabela 10 a seguir, oferecendo uma perspectiva robusta sobre a comparabilidade estatística entre os métodos.

Tabela 10 — Análise de variância para os valores de validação da ESL-DQ comparada a extração *Soxhlet*.

<b>Fator</b>	<b>Soma Quadrática</b>	<b>Grau de Liberdade</b>	<b>Média Quadrática</b>	<b>F<sub>Calculado</sub></b>	<b>F<sub>Tabelado</sub></b>	<b>Valor de p</b>
Entre grupos	0,0014	1	0,0014	0,0360	7,7086	0,8588
Dentro de grupos	0,1501	4	0,0375			
Total	0,1515	5				

Fonte: Statitica

A Tabela 10 apresenta o valor-p de 0,8588 indicando que não há evidências suficientes para rejeitar a hipótese nula, sugerindo que os percentuais de extração são estatisticamente iguais. Adicionalmente, o  $F_{\text{calculado}}$ , que é de 0,0360, é menor do que o  $F_{\text{crítico}}$  (7,7086). Este resultado fortalece a conclusão de que não há diferenças significativas entre os métodos, consolidando a ESL-DQ

otimizada como uma alternativa estatisticamente equivalente e potencialmente mais eficiente ao método tradicional de Soxhlet.

Além da equivalência no poder extrativos das duas técnicas de extração, a ESL-DQ é um procedimento mais seguro, utilizando 2 mL de solvente contra 300 mL da extração por Soxhlet – devido estrutura física da vidraria que requer maior quantidade de amostra. Outra vantagem é que o método necessita de menor tempo (1,5 h), enquanto que o Soxhlet demanda de 4 a até 16 h, exigindo maior gasto energético. Além dessas questões, a extração por Soxhlet necessita elevado consumo de água para refrigeração no condensador. Pinto e Silva (2012) estimaram um descarte de 90 L de água para cada 1 h de uso condensador e o método proposto não utiliza água para arrefecimento. A quantidade de amostra é outro fator importante, visto que pode haver pequena quantidade desta disponível, reduzindo também custos e tempo para moagem do material, onde é possível haver perdas. Finalmente, o procedimento desenvolvido permite fazer 24 extrações simultâneos sobre uma placa de aquecimento, contra apenas 1 por *Soxhlet*, embora há sistemas que permitem conter 6 ou mais extratores de *Soxhlet* em uso simultaneamente. Essas vantagens são resumidas na Tabela 11.

Tabela 11 – Comparação da viabilidade das extrações lipídicas em café cru via ESL-DQ e Soxhlet.

<b>Estimativa por amostra</b>	<b>Soxhlet</b>	<b>ESL-DQ</b>
Tempo necessário	4 a 16 h	1,5 h
Volume de <i>n</i> -hexano	300 mL	2 mL
Resíduo de água	90 L por hora	0
Massa de amostra	30 g	0,2 g
Extração de lipídios em café verde (cru)	11,56%	11,59%

Esses ganhos estão de acordo com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável das Nações Unidas: (objetivo 3.9) redução da exposição a produtos químicos e seus impactos a saúde humana; (6.3) eliminar despejo de águas residuais e (6.4) aumentar a eficiência do uso da água; (9.1) desenvolvimento confiável, sustentável e (9.2-3) inclusivo com (9.4) processo ambientalmente correto; (11.6) redução do impacto ambiental negativo, (12) garante padrões de

consumo e gestão sustentáveis de produtos químicos e seus resíduos, reduzindo a geração e liberação destes para o meio ambiente e os impactos a saúde humana por meio da prevenção, redução e possível reciclagem e reuso do solvente; (14) conservação e uso sustentável da água (NAÇÕES UNIDAS BRASIL, 2023).

#### 5.4. Correlação lipídica de grãos verdes de café Arábica com a qualidade da bebida

A partir do método de ESL-DQ desenvolvido, foi determinado o teor lipídico de 50 amostras de grãos verdes de café, apresentadas na Tabela 12. Essas amostras foram previamente avaliadas sensorialmente por painelistas treinados a fim de verificar a existência de uma correlação da qualidade da bebida com o teor lipídico.

Tabela 12 — Descrição das amostras e o teor lipídico obtido pelo método desenvolvido.

Código	Variável	Origem	Altitude (m)	Pontos	Teor lipídico (%)
1 Ex	Guatimi - Natural	Ibiraci	1085	80	8,58
3 Ex	22 IV (EP20-15) Desp.	CELP/Epamig (Leopoldina)	228	82	7,14
6 Ex	2 D (EP19-13) Desp.	Viçosa	730	82,5	9,14
7 Ex	2 N (EP19-13) Nat.	Viçosa	730	85	10,48
8 Ex	RCS3-01 (RCS2-41)	UFV	660	84	10,19
9 Ex	Catiguá Am. MS-FBS-Nat.	Airões-Paula Cândido	779	86	10,68
10 Ex	Catiguá Am. MS-FBS-Desp.	Airões-Paula Cândido	779	83	11,43
1 EP 20-1	Paraíso MG H419-1 (FOV-Lavras)	São Miguel do Anta	661	85	9,85
2 EP 20-1	MGS Paraíso 2 (FOV-Lavras)	São Miguel do Anta	661	85,5	7,98
3 EP 20-1	MGS Ametista (CEPC)	São Miguel do Anta	661	85	9,23
4 EP 20-1	MGS Aranãs (CEPC)	São Miguel do Anta	661	89	10,00
5 EP 20-1	Catiguá MG2 (CESP)	São Miguel do Anta	661	88,5	9,58
6 EP 20-1	Arara (Procafé)	São Miguel do Anta	661	92	9,53
7 EP 20-1	Catucaí Amarelo 2SL (Procafé)	São Miguel do Anta	661	87,5	9,69

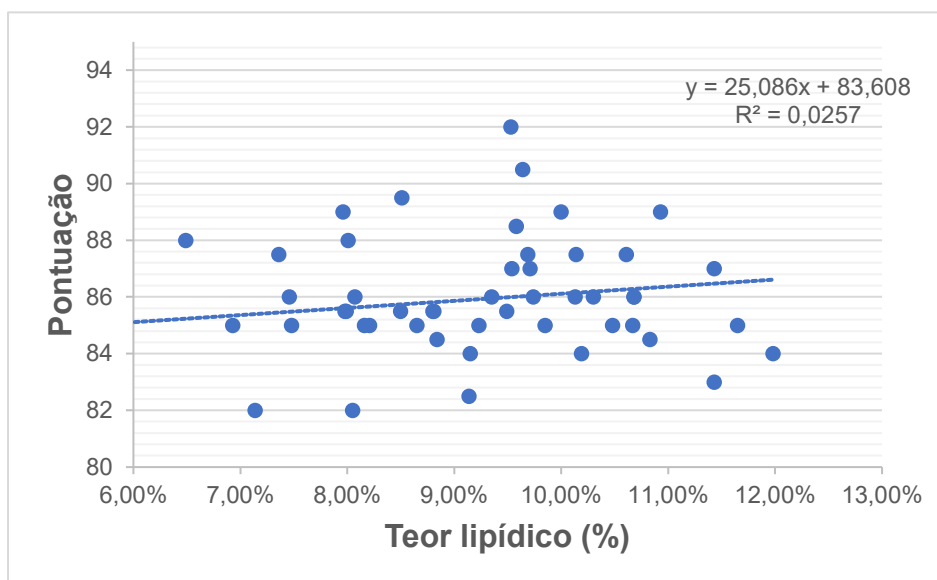
8 EP 20-1	Catuaí Amarelo 24/137 (Procafé)	São Miguel do Anta	661	89	10,93
9 EP 20-1	IAC Catuaí SH3	São Miguel do Anta	661	89	7,96
10 EP 20-1	Catiguá Amarelo-FOV Lavras	São Miguel do Anta	661	88	8,01
11 EP 20-1	Catiguá Amarelo 6-MS-FBS	São Miguel do Anta	661	86	9,74
12 EP 20-1	Catiguá Amarelo 9-MS-FBS	São Miguel do Anta	661	85,5	9,49
13 EP 20-1	MGS Turmalina-BB (Faz. Amizade-C. Altos)	São Miguel do Anta	661	90,5	9,64
14 EP 20-1	MGS Turmalina-BV (Faz. Amizade-C. Altos)	São Miguel do Anta	661	87	9,54
15 EP 20-1	Pioneira (FOV-Lavras)	São Miguel do Anta	661	84	11,98
16 EP 20-1	Pau-Brasil 2 (CEPC)	São Miguel do Anta	661	85	7,48
18 EP 20-1	H427-2-3-301-MS (Montanari)	São Miguel do Anta	661	86	10,68
19 EP 20-1	Oeiras MG 6851 (FBS)	São Miguel do Anta	661	84,5	10,83
20 EP 20-1	Catuaí Vermelho IAC 144 (FBS)	São Miguel do Anta	661	87	11,43
21 EP 20-1	Catuaí Amarelo IAC 62 (FBS)	São Miguel do Anta	661	87	9,71
22 EP 20-1	Topázio MG1190 (FBS)	São Miguel do Anta	661	85,5	7,99
1 EP 19-7	IPR 103	Araponga	1240	85	10,67
2 EP 19-7	IPR 99	Araponga	1240	86	10,13
3 EP 19-7	IPR 100	Araponga	1240	85	8,65
4 EP 19-7	Catuaí Amarelo IAC 62	Araponga	1240	84	9,15
5 EP 19-7	Catuaí Vermelho IAC 144	Araponga	1240	86	9,35
6 EP 19-7	MGS Ametista	Araponga	1240	87,5	10,61
8 EP 19-7	Oeiras MG6851	Araponga	1240	85,5	8,50
9 EP 19-7	Acauã Novo CV-8	Araponga	1240	86	8,07
10 EP 19-7	MGS Paraíso 2	Araponga	1240	85	8,16
11 EP 19-7	Catigua MG2	Araponga	1240	85	6,93
12 EP 19-7	IAC 125 RN	Araponga	1240	86	10,30
15 EP 19-7	Catuaí Amarelo 24/137	Araponga	1240	85,5	8,81
16 EP 19-7	MGS Aranãs	Araponga	1240	87,5	10,14
18 EP 19-7	34 I P42 FV PN (H419-6-2-5-2-14)	Araponga	1240	82	8,05
18-2 EP 19-7	32 I P30 FV PN (H419-6-2-7-3-2)	Araponga	1240	85	11,65

19 EP 19-7	32 I P30 FV PN (H419-6-2-7-3-2)	Araponga	1240	85	8,21
20 EP 19-7	24 I P28 FA PN (H419-6-2-3-4-10)	Araponga	1240	87,5	7,36
22 EP 19-7	16 I MS (I.F. Machado)	Araponga	1240	89,5	8,51
24 EP 19-7	19 I MS (I.F. Machado)	Araponga	1240	86	7,46
25 EP 19-7	Arara	Araponga	1240	88	6,49
26 EP 19-7	MGS Catiguá 3	Araponga	1240	85,5	8,80
28 EP 19-7	Trat2-RII (Gilmar Coimbra) Catiguá Am. H514-7-8-3-3-1-3-1-1	Araponga	1240	84,5	8,84

Fonte: Embrapa Café.

A Tabela 12 apresenta os códigos das amostras e sua sua descrição, juntamente com a cidade e a altitude de cultivo, a pontuação e o percentual lipídico obtido pela ESL-DQ. Os resultados da correlação entre a pontuação e o teor lipídico são apresentados graficamente na Figuras 12.

Figura 12 — Correlação matemática entre o teor lipídico com qualidade da bebida.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 12 descreve não haver correlação estatística entre o teor lipídico com qualidade da bebida em virtude do baixo valor do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) obtido. Entretanto, as amostras avaliadas são de cultivares

diferentes e, portanto, possuem carga genética variada, além de terem sido colhidas em diferentes regiões das Matas de Minas, podendo ter sofrido processos pré e pós-colheita particulares, incluindo variáveis ao estudo que não foram consideradas. Por fim, a faixa nos valores de qualidade é curta (Tabela 12: Pontuação 80-92) e, por conseguinte, maior erro é esperado. Assim, a pergunta “Se o teor lipídico é um parâmetro de qualidade sensorial para a bebida de café?” é ainda uma incógnita a ser respondida, carecendo de mais amostras que serão recebidas, analisadas e correlacionadas com sua respectiva pontuação, sendo este um trabalho futuro deste projeto.

## 6. CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS

A ESL-DQ proposta demonstrou rendimento extrativo equivalente a extração por Soxhlet após uso de um Planejamento Experimental Fatorial Completo 3<sup>3</sup>, variando tempo, temperatura e razão entre o volume de solvente e massa de café. O melhor resultado foi obtido com 90 min, a 80°C e razão igual a 10 mL g<sup>-1</sup>, resultando em 11,6% *m/m* de óleo de café Arábica cru. Portanto, a ESL-DQ é uma abordagem sustentável por reduzir significativamente a escala amostral, o volume de solvente utilizado, o tempo de extração e por eliminar o uso de água e sistema para sua circulação. Além disso, permite a realização de até 24 extrações simultâneas em comparação com a extração por Soxhlet, proporcionando uma abordagem mais produtiva e econômica.

Apesar de não ter encontrada uma correlação significativa entre o teor lipídico e a qualidade da bebida de café, é importante destacar que todas as 50 amostras analisadas apresentaram pontuações de qualidade superiores a 80. Para uma validação completa deste estudo, recomenda-se incluir uma maior variedade de classificações de qualidade das amostras.

## 7. REFERÊNCIAS

AGNOLETTI, B. Z.; FOLLI, G. S.; PEREIRA, L. L.; PINHEIRO, P. F.; GUARÇONI, R. C.; OLIVEIRA, E. C. da S.; Figueiras, P. R. “*Multivariate Calibration Applied to Study of Volatile Predictors of Arabica Coffee Quality.*” **Food Chemistry**, v. 367, p. 130679, janeiro 2022. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130679>

ALCANTRA, G.M.R.N.; DRESCH, D.; MELCHERT, W. R. “Use of Non-Volatile Compounds for the Classification of Specialty and Traditional Brazilian Coffees Using Principal Component Analysis.” **Food Chemistry**, v. 360, p.130088, outubro, 2021. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2021.130088>.

ALMEIDA, Vinícius Gonçalves. **Compatibilidade das avaliações sensoriais de provadores de cafés especiais.** 2022. 81 f. Dissertação (Mestrado em Fitotecnia) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2022.

AOAC – Association of Official Analytical Chemists. AOAC 2003.06-2006, *Crude Fat in Feeds, Cereal Grains, and Forages*. Disponível em: [http://www.aocofficialmethod.org/index.php?main\\_page=product\\_info&products\\_id=1552](http://www.aocofficialmethod.org/index.php?main_page=product_info&products_id=1552). Acessado em 16 jul. 2023.

AZEVEDO, A.D.S. **As Cafeiculturas do cerradomineiro e do sul de minas no escopo das singularidades institucionais.** 2018.139 f . Dissertação (Mestrado em Gestão de Negócios, Economia e Mercado) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG, 2018.

BAFFA, David Carlos Ferreira. Diversidade Genética entre Acessos de Coffea canephora do Banco de Germoplasma de Minas Gerais. 2014. Tese de Doutorado em Genética e Melhoramento.

BARBOSA, M. de S. G.; SCHOLZ, M B. S.; KITZBERGER, C. S. G.; BENASSI, Marta de T. 2019. *Correlation between the Composition of Green Arabica Coffee Beans and the Sensory Quality of Coffee Brews.* **Food Chemistry**, v. 292, p. 275-280, setembro, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.04.072>.

BARROS, G.S.C.; CASTRO, N.R.; MACHADO, G.C.; ALMEIDA, F.M.S; SILVA, A.F.; FACHINELLO, A.L. **Mercado de Trabalho do Agronegocio Brasileiro.**

BELCHIOR, V.; BOTELHO, B. G.; OLIVEIRA, L. S.; FRANCA, A. S. Attenuated Total Reflectance Fourier Transform Spectroscopy (ATR-FTIR) and Chemometrics for Discrimination of Espresso Coffees with Different Sensory Characteristics. *Food Chemistry*, v. 273, p.178–85, fevereiro de 2019. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2017.12.026>.

Boletim PIB Do Agronegócio de MINAS GERAIS - CENTRO DE ESTUDOS AVANÇADOS EM ECONOMIA APLICADA (CEPEA) E FUNDAÇÃO DE ESTUDOS AGRÁRIOS LUIZ DE QUEIROZ (FEALQ), n. 4, PIRACICABA, 2020.

BRUM, Aelson Aloir Santana. **Métodos de extração e qualidade da fração lipídica**. Dissertação (Mestrado) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2004. 66 p.

BSCA - Associação de cafés especiais do Brasil. Origens de café no Brasil. Disponível em: <https://brazilcoffeenation.com.br/assets/map/mapa-regioes-brasil-2021.pdf>. Acessado em: 16 jul 2023

BURDAN, F. **Caffeine in Coffee**. In: *Coffee in Health and Disease Prevention*, p. 201–207, 2015.

CALDARELLI, C. E.; GILIO, L.; ZILBERMAN, D. 2019. *The Coffee Market in Brazil: Challenges and Policy Guidelines*. *ResearchGate*, v. 39 (69): p.1–21, julho de 2019. <https://doi.org/10.5380/re.v39i6967891>.

CÁRDENAS, C.; QUESADA, A.R.; MEDINA, M.A. *Insights on the antitumor effects of kahweol on human breast cancer: Decreased survival and increased production of reactive oxygen species and cytotoxicity*. **Biochemical and Biophysical Research Communications**, v. 447, n. 3, p. 452-458, 2014.

CÁRDENAS, C.; QUESADA, A. R.; MEDINA, M. A. **Kahweol, a coffee diterpene with anti-inflammatory properties** In book: *Coffee in Health and Disease Prevention*, cap. 70, p.627-633, 2015.

CARVALHO, A. C.; CARVALHO, D. F.; FILGUEIRAS, G.C.; ARAÚJO, A. C. S.; CARVALHO, A. V.2017. Panorama e Importância Econômica Do Café No Mercado Internacional de Commodities Agrícolas: Uma Análise Espectral.

**Agroecossistemas**, v. 9, n. 2, p. 223-249, 2017. DOI: <http://dx.doi.org/10.18542/ragros.v9i2.5003>.

CAVATON, T.; FERREIRA, L. T. **Produção dos Cafés do Brasil da espécie arábica corresponde a 47% da mundial.** Disponível em: <https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/50525698/producao-dos-cafes-do-brasil-da-especie-arabica-corresponde-a-47-da-mundial>>. Acesso em: 28 fev. 2022.

CASCANT, M. M.; BREIL, C.; GARRIGUES, S.; LAGUARDIA, M. de; FABIANO-TIXIER, A. S.; CHEMAT, F. *A green analytical chemistry approach for lipid extraction: computation methods in the selection of green solvents as alternative to hexane.* **Analytical And Bioanalytical Chemistry**, v. 409, n. 14, p. 3527-3539, 7 abril de 2017.

CASPERSEN, Beth Ann. *A Well-Rounded Palate. A Guide to the Coffee Taster's Flavor Wheel*, p. 39–46, 2017.

CHARLES, Sarah. *A Evolução Da Roda de Aromas e Sabores Do Café - PDG Brasil*, 2022. Disponível em: <https://perfectdailygrind.com/pt/2021/07/13/como-a-roda-de-aromas-e-sabores-do-cafe-evoluiu-ao-longo-dos-anos/>.

Coffee Market Report, Londres, 202. Disponível em: <http://www.ico.org/documents/cy2020-21/cmr-0921-e.pdf>, acessado em 15 julho de 2022.

CONAB. **1º Levantamento da safra de café.** Disponível em: [www.conab.gov.br](http://www.conab.gov.br).

CONAB. *Acompanhamento da Safra Brasileira de Café. v.6 – Safra 2020, n. 4 - Quarto Levantamento, Brasília, p. 1-46, dezembro de 2020.*

CRAIG, A. P.; BOTELHO, B. G.; OLVERA, L. S.; FRANCA, A. S. *Mid Infrared Spectroscopy and Chemometrics as Tools for the Classification of Roasted Coffees by Cup Quality.* **Food Chemistry**, v. 245, p.61-1052, 2018 <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2017.11.066>.

**Diário Oficial da União.** Portaria nº 570, de 9 de maio de 2022. Acesso em: 20/09/2023. Disponível em: [<https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/portaria-sda-n-570-de-9-de-maio-de-2022-398971389>].

DIAS, R. C. E.; FARIA-MACHADO, A. F.; MERCADANTE, A. Z.; BRAGAGNOLO, N.; BENASSI, M.T. *Roasting process affects the profile of diterpenes in coffee.* **Food Research and Technology**, v. 239, p. 961–970, 2014.

DOS SANTOS, A. P.; DE SOUZA, J. C.; DUVOISIN JUNIOR, S.; DE CASTRO, D. A. R. Avaliação do processo de extração do óleo essencial do caule da preciosa (*Aniba canelilla*). *Brazilian Journal of Development*, v. 9, n. 1, p. 3183–3201, 2023.

DRUMOND, Débora. PIB Do Agronegócio de Minas Gerais Teve Saldo Positivo Em 2020. Fundação João Pinheiro - FJP, 2021. Disponível em : <http://fjp.mg.gov.br/pib-do-agronegocio-de-minas-gerais-teve-saldo-positivo-em-2020/> acessado em 20 outubro de 2022.

Emater - Empresa de Assistência Técnica e Extensão Rural do Estado de Minas Gerais. Governador Se Reúne Com Produtores de Café Em Guaxupé, No Sul de Minas, 2021. Disponível em: [https://emater.mg.gov.br/portal.do/site-noticias/governador-se-reune-com-produtores-de-cafe-em-guaxupe-no-sul-de-minas/?flagweb=novosite\\_pagina\\_interna\\_noticia&id=25998](https://emater.mg.gov.br/portal.do/site-noticias/governador-se-reune-com-produtores-de-cafe-em-guaxupe-no-sul-de-minas/?flagweb=novosite_pagina_interna_noticia&id=25998), Acessado em 25 de outubro de 2022.

EREN, F. H.; BESLER, T. H. *Bioactive diterpenes (cafestol and kahweol) in Turkish coffees: Impact of roasting.* *International. Food Research Journal*, v. 29, p. 328–337, 2022. <https://doi.org/10.47836/ifrj.29.2.11>

FARAH, A.; MONTEIRO, M. C.; CALADO, V.; FRANCA, A. S.; TRUGO, L. C. 2006. *Correlation between Cup Quality and Chemical Attributes of Brazilian Coffee.* **Food Chemistry**, v. 98, p.80-373, 2006. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2005.07.032>.

FARAH, A. **Coffee: production, quality and chemistry.** 1ª Ed. Royal Society of Chemistry, London. <https://doi.org/10.1039/9781782622437>.

FOLMER, B.; BLANK, Imre; FARAH, Adriana; GIULIANO, Peter; SANDERS, Dean; WILLE, Chriss. *The Craft of Science of Coffee*, 2017.

FOLSTAR, P. *Coffee-chemistry. Lipids*, v. 1, p. 203–220, 1985.

GARRETT, R. *et al.* **Coffee origin discrimination by paper spray mass spectrometry and direct coffee spray analysis**. *Analytical Methods*, v. 5, p. 5944-5948, 2013.

GARRETT, R. *et al.* **Ambient mass spectrometry employed for direct analysis of intact Arabica coffee beans**. *Journal of Brazilian Chemical Society*, v. 25, p.1172-1177, 2014.

GASPAR, S., RAMOS, F. **Caffeine: Consumption and Health Effects**. Reference Module in Food: Science Encyclopedia of Food and Health, p. 573–578, 2016.

Giuliani, Julio Cesar. 2016. **Caracterização Edafoclimática e Sua Influência Sobre a Qualidade Enológica Em Vinhedos Da Campanha Gaúcha**. 2016. 140 f. Tese (Doutorado em fitotecnia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2016.

German Society for Lipid Sciences (GSLs, “Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft, DGF”), *Einheitsmethoden 1950-1975*, No. B-1b, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH, Stuttgart. 1952.

GONÇALVES, ALINE C. A. 2009. **DESENVOLVIMENTO DE BEBIDA À BASE DE CAFÉ ADICIONADA DE CONCENTRADO PROTÉICO DE SORO: DA PESQUISA MERCADOLÓGICA À AVALIAÇÃO SENSORIAL**. 2012. 111 f. Dissertação (Mestrado em ciências de alimentos) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, MG, 2012.

GUIMARÃES, E. R. **Terceira onda do café: base conceitual e aplicações**. 2016. 135 f. Dissertação (Mestrado em Administração) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2016.

GUZZO, L. S. *et al.* **Involvement of endogenous opioid peptides in the peripheral antinociceptive effect induced by the coffee specific diterpene kahweol.** *Pharmacological Reports*, v. 67, p. 1010–1015, 2015

HALL, R. D.; TREVISAN, F.; DE VOS, R. C. H. **Coffee berry and green bean chemistry – Opportunities for improving cup quality and crop circularity.** *Food Research International*, v. 151, p. 110825, 1 jan. 2022.

HENDRE, P. S., PHANINDRANATH, R., ANNAPURNA, V., LALREMRUATA, A., AGGARWAL, R. K. **Development of new genomic microsatellite markers from robusta coffee (*Coffea canephora* Pierre ex A. Froehner) showing broad cross-species transferability and utility in genetic studies.** *BMC Plant Biology*, v. 8, p. 1-19, 2008.

IAMANAKA, B. T. *et al.* **Potential of volatile compounds produced by fungi to influence sensory quality of coffee beverage.** *Food Research International*, v. 64, p. 166–170, 1 out. 2014.

ILLY, ANDREA; VIANI RINANTONIO, *Espresso Coffee The Science of Quality*, Edited by First published 1995 Second edition 2005.

INDI. Agronegócio - Agência de Promoção de Investimento e Comércio Exterior de Minas Gerais, 2019. <https://www.indi.mg.gov.br/agronegocio/>.

Instrução Normativa 8/2003 - Regulamento Técnico de Identidade e de Qualidade Para a Classificação Do Café Beneficiado Grão Cru. Brasil, 2003. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/inspecao/produtos-vegetal/legislacao-1/normativos-cgqv/pocs/instrucao-normativa-no-8-de-11-de-junho-de-2003-cafe-grao-cru/view>.

IWASA, Keiko; SETA, Harumichi; MATSUO, Yoshihide; NAKAHARA, Koichi. *Evaluation of 3-methylbutanoic Acid Methyl Ester as a Factor Influencing Flavor Cleanliness in Arabica Specialty Coffee.* ***Applied Sciences***, v. 11, p. 12, Nova Zelândia, 2021. <https://doi.org/10.3390/APP11125413>.

KATES, M. Techniques of lipidology: isolation, analysis and identification of lipids. London: Elsevier Applied Science, 1972. cap. 3, p. 347-353: Lipid extraction procedures.

KITZBERGER, C. S. G.; SCHOLZ, M. B. D. S.; PEREIRA, L. F. P.; VIEIRA, L. G. E.; SERA, T.; SILVA, J.; BENASSI, M. D. T. B. G. D. Diterpenes in Green and Roasted Coffee of *Coffea Arabica* Cultivars Growing in the Same Edapho-Climatic Conditions. ***Journal of Food Composition and Analysis***, v. 30, p. 52–57.

Kluczkovski, AM; Oliveira, L. B.; Maciel, BJ; Kluczkovski-júnior, A. Caracterização e remoção do óleo de castanha-do-Brasil: revisão. *Avanços em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Volume 3, Capítulo 29*, p. 391-402. Data de publicação: 01/04/2021.

KÖLLING-SPEER, I., STROHSCHNEIDER, S., SPEER, K. **Determination of free diterpenes in green and roasted coffees**. *Journal of High Resolution Chromatography*, v. 22, p. 43–46, 1999.

LANIA, B. G.; VELHO, P. E. N. F.; MAIA, N. B. **Composição e formulação a base de óleo de café e usos**. Patente Registro INPI: BR1020120291630, 2012.

LI, Y.; FINE, F.; FABIANO-TIXIER, Anne-S.; ABERT-VIAN, M.; CARRE, P.; PAGES, X.; CHEMAT, F. *Evaluation of alternative solvents for improvement of oil extraction from rapeseeds*. ***Comptes Rendus Chimie***, v. 17, n. 3, p. 242-251, março de 2014.

LITMAN, I.; NUMRYCH, S. *The role lipids play in the positive and negative flavors of food*. ***Proceedings of the ACS Symposium Series***, v. 75, p. 1–17, 1978.

MAIA, G. B. S., PINTO, A.R., SCHIRMER, J.R.R., MARQUES, C.Y.T., LYRA, D. D., Produção, rentabilidade e decisão de investimento do setor cafeeiro brasileiro. *BNDES Setorial*, Rio de Janeiro, n. 39, p. 135-154, mar. 2014.

MALTA, M. R. Discrimination of genotypes coffee by chemical composition of the beans: Potential markers in natural coffees. *Food Research International*, v. 134, p. 109219, 2020.

MANUEL, M. N. B. *et al.* **One-class classification of special agroforestry Brazilian coffee using NIR spectrometry and chemometric tools.** *Food Chemistry*, v. 366, p. 130480, 1 jan. 2022.

Manuel, M. N. B.; SILVA, A. C. ; LOPES, G. S.; RIBEIRO, L. P. D. One-Class Classification of Special Agroforestry Brazilian Coffee Using NIR Spectrometry and Chemometric Tools. ***Food Chemistry***, v. 366, p. 130480, janeiro de 2022. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2021.130480>.

MAHMUD, M. M.; CHAYAN, S. R. A.; KEAST, R. *Unravelling the relationship between aroma compounds and consumer acceptance: Coffee as an example, Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, v. 19, p. 2380–2420. 2020. Available at: <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12595>.

MAPA – Ministério da Agricultura e Agropecuária. p.Inicial. 2016. Acessado em 20 de janeiro de 2023: <http://www.agricultura.mg.gov.br/>.

Mendes, Geissy de A.; OLIVEIRA, M. A. L.; RODARTE, M. P.; ANJOS, V. de C.; BELL, M. J. V. *Origin Geographical Classification of Green Coffee Beans (Coffea Arabica L.) Produced in Different Regions of the Minas Gerais State by FT-MIR and Chemometric.* ***Food Science*** v. 5, p. 298–305. Janeiro de 2022. <https://doi.org/10.1016/J.CRFS.2022.01.017>.

Merck. Cotação de solventes. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com>. Acessado em: 03 julho de 2023.

MOEENFARD, Marzieh; ALVES, Arminda. New Trends in Coffee Diterpenes Research from Technological to Health Aspects. ***Food Research International***, v. 134, p. 109207, outubro de 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109207>.

MONTILLA, A.; Ruiz-Matute, A. I.; SANZ, M. L.; Martínez-Castro, I.; CASTILLO, M. D. D. *Diffructose Anhydrides as Quality Markers of Honey and Coffee.* ***Food Research International*** v. 39 (7): p. 6-801, 2006. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2006.03.002>.

MUBARAK, K. *et al.* **Acute effects of chlorogenic acid on nitric oxide status, endothelial function, and blood pressure in healthy volunteers: A randomized trial.** *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 60, p. 9130–9136, 2012.

Nações Unidas Brasil. Agenda 2030 para o Desenvolvimento sustentável. Disponível em: <https://brasil.un.org/pt-br/91863-agenda-2030-para-o-desenvolvimento-sustent%C3%A1vel>. Acessado em: 15 julho 2023.

NOVAES, Fábio Junior Moreira. **ÉSTERES DITERPÊNICOS DE CAFÉ ARÁBICA: Obtenção e Análise Por Cromatografia Gasosa Unidimensional e Bidimensional Abrangente.** 2017. 154 f. Tese (Doutorado em Ciências de alimentos) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.

NOVAES, Fábio J. M.; LIMA, F. A.; CALADO, V.; MARRIOTT, Philip J.; NETO, F. R. de A.; REZENDE, C. M. *Isolating Valuable Coffee Diterpenes by Using an Inexpensive Procedure.* **Industrial Crops and Products**. v. 152, p. 112494, setembro de 2020. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2020.112494>.

NOVAES, F. J. M.; OIGMAN, S. S.; SOUZA, R. O. M. A.; REZENDE, C. M.; NETO, F. R. D. A. *New Approaches on the Analyses of Thermolabile Coffee Diterpenes by Gas Chromatography and Its Relationship with Cup Quality.* **Talanta**, v. 139, p. 159-166, julho de 2015. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2014.12.025>.

NOVAES, F. J., DE FARIA, D. C., FERRAZ, F. Z., & RADLER, F. (2023). Hansen Solubility Parameters Applied to the Extraction of Phytochemicals. **Plants**, 12(16), 3008.

OIC - Organização Internacional do Café. **World coffee consumption**, 2021. Disponível em: <https://www.ico.org/prices/new-consumption-table.pdf>. Acessado em 05/09/2021. Acessado em 20 abril de 2023.

OIC, Organização Internacional do Café. **Crop year production by country**, 2021a: Disponível em: <https://www.ico.org/prices/po-production.pdf>. Acessado em 05/09/2021.

OLIVEIRA, S. D. *et al.* **The effect of roasting on the presence of bioactive amines in coffees of different qualities.** *Food Chemistry*, v. 90, n. 1–2, p. 287–291, 1 mar. 2005.

ONGO, E. A.; MONTEVECCHI, G.; ANTONELLI, A.; SBERVEGLIERI, V.; SEVILLA, F. *Metabolomics Fingerprint of Philippine Coffee by SPME-GC-MS for Geographical and Varietal Classification.* ***Food Research International***, v.134, p. 109227, agosto de 2020. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2020.109227>.

OSSANI, P. C.; ROSSONI, D. F.; CIRILLO, M. Ângelo; BORÉM, F. M. Classification of specialty coffees using machine learning techniques. *Research, Society and Development*, v. 10, n. 5, e13110514732, 2021.

PACETTI, D.; BOSELLI, E.; BALZANO, M.; FREGA, N.G. *Authentication of Italian Espresso coffee blends through the GC peak ratio between kahweol and 16-O-methylcafestol.* ***Food Chemistry***, v. 135, p. 1569–1574, 2012.

Página de Pesquisa Da Empresa: *The Good Scents*.n.d. Acessado em novembro de 2021. <http://www.thegoodscentscompany.com/search3.php>.

PEREIRA, Lucas L.; GUARÇONI, R. C.; PINHEIRO, P. F.; OSÓRIO, V. M.; PINHEIRO, C. A.; MOREIRA, T. R.; CATEN, C. S. *New Propositions about Coffee Wet Processing: Chemical and Sensory Perspectives.* ***Food Chemistry***, v. 310, p.125943–125943, dezembro de 2019. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2019.125943>.

PEREIRA, L. L.; Moreira, T. R.; *Quality Determinants In Coffee Production; Food Engineering* ©Springer Nature Switzerland AG 2021. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-54437-9>.

PERFIL DO AGRONEGÓCIO MINEIRO-AGRÍCOLA SUBSECRETARIA DO AGRONEGÓCIO. SECRETARIA DE ESTADO DE AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. 13ª ed., p. 88, fevereiro de 2017, Brasil. Disponível em : [http://www.agricultura.mg.gov.br/images/Arq\\_Relatorios/Perfil/MG/agricola/perfil\\_mg\\_agricola\\_fev\\_2017.pdf](http://www.agricultura.mg.gov.br/images/Arq_Relatorios/Perfil/MG/agricola/perfil_mg_agricola_fev_2017.pdf).

PÉREZ, V. O.; PÉREZ, L. G. M.; FERNANDEZ-ALDUENDA, M. R.; BARRETO, C. I. A.; AGUDELO, C. P. G.; RESTREPO, E. C. M.; *Chemical Composition and Sensory Quality of Coffee Fruits at Different Stages of Maturity*. **Agronomy**, v. 13, p. 341, 2023. <https://doi.org/10.3390/agronomy13020341>.

PICCINO, S.; BOULANGER, R.; DESCROIX, F.; SING, A. S. C. *Aromatic Composition and Potent Odorants of the 'Specialty Coffee' Brew 'Bourbon Pointu' Correlated to Its Three Trade Classifications*. **Food Research International**, v. 61, p.71-264, 2014. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2013.07.034>.

PIRES, M. D. M., CAMPOS, A. C., BRAGA, M. J., & RUFINO, J. L. D. S. (2003). Impactos do crescimento do consumo de cafés especiais na competitividade inter-regional da atividade cafeeira. *Revista de Economia e Sociologia Rural*, 41, 53-71.

Quality Management Systems, Principles and Terminology. Geneva: International Organization for Standardization. ISO 9000:2000. 3<sup>a</sup> ed.; p.23, 2000.

QUINTERO, M.; SANTANDER, M. J.; VELÁSQUEZ, S.; ZAPATA, J.; CALA, M. P. *Exploring Chemical Markers Related to the Acceptance and Sensory Profiles of Concentrated Liquid Coffees: An Untargeted Metabolomics Approach*. *Foods*, v. 11, 2022 . <https://doi.org/10.3390/FOODS11030473>.

RENDÓM, M. Y.; SANTOS, S.; SCHOLZ, M. B.; BRAGAGNOLO, N. *Is cafestol retained on the paper filter in the preparation of filter coffee*, **Food Research International**, v. 100, p. 798–803, 2017.

RESTUCCIA, D. *et al.* **Brewing effect on levels of biogenic amines in different coffee samples as determined by LC-UV**. *Food Chemistry*, v. 175, p. 143–150, 15 maio 2015.

RIPPER, B.; BARRETO, M. S.; NOVAES, F. J. M.; GODOY, M. G.; FREIRE, D. M. G.; REZENDE, C. M.; NUNES, J. C.; PERRONE, D. *Comprehensive Composition of Flavor Precursors in Kopi Luwak and Jacu Exotic Green Bioprocessed Coffees*. *Frontiers in Sustainable Food Systems*, v. 6, p. 233, 2022. <https://doi.org/10.3389/FSUFS.2022.824929/BIBTEX>

ROCCHETTI, G.; BRACESCHI, G. P.; ODELLO, L.; BERTUZZI, M.T.; LUCINI, L.

*Identification of Markers of Sensory Quality in Ground Coffee: An Untargeted Metabolomics Approach.* **Metabolomics**, v. 16, p.1–12, 2020. <https://doi.org/10.1007/S11306-020-01751-6/FIGURES/3>.

ROCHA, Aluizio; ABIC - Associação Brasileira Da Indústria de Café - Indicadores Da Indústria de Café 2020. 2021. <https://estatisticas.abic.com.br/estatisticas/indicadores-da-industria/indicadores-da-industria-de-cafe-2020/>. Acessado em 25 de novembro de 2022.

ROCHA, B.; MICHEL, A. C.; MARÇO, P. H.; MANDRONE, M.; POLI, F.; VALDERRAMA, P. *Integrated 1H NMR Fingerprint with NIR Spectroscopy, Sensory Properties, and Quality Parameters in a Multi-Block Data Analysis Using ComDim to Evaluate Coffee Blends.* **Food Chemistry**, v. 355, p.129618, setembro de 2021. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2021.129618>.

RUEDA, X., LAMBIN, E. F. **Linking globalization to local land uses: How eco-consumers and gourmards are changing the Colombian coffee landscapes.** *World Development*, v. 41, p. 286–301, 2013.

SAMPER, L.; GIOVANNUCCI, D.; VIEIRA, L. **The powerful role of intangibles in the coffee value chain.** 2017.

SANTOS, J.; FERREIRA, L. T. **Estimativa do faturamento dos Cafés do Brasil atinge R\$ 71 bilhões.** Disponível em: <[https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/68349060/estimativa-do-faturamento-dos-cafes-do-brasil-atinge-r-71-bilhoes-em-2022?p\\_auth=4ZBPQCDX](https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/68349060/estimativa-do-faturamento-dos-cafes-do-brasil-atinge-r-71-bilhoes-em-2022?p_auth=4ZBPQCDX)>. Acesso em: 1 mar. 2022.

SATO, Y., *et al.* **In vitro and in vivo antioxidant properties of chlorogenic acid and caffeic acid.** *International Journal of Pharmaceutics*, v. 403, p. 136–138, 2011

SCA - Associação de Cafés Especiais. *Coffee Taster's Flavor Wheel*, 2021. <https://sca.coffee/research/coffee-tasters-flavor-wheel>.

SCAA - Associação Americana de Cafés Especiais. *Specialty Coffee Association of America - SCAA Protocols - Cupping Specialty Coffee*, 2015. <http://www.scaa.org/PDF/resources/cupping-protocols.pdf>.

SCOLARI, Dante D.G. Produção agrícola mundial: o potencial do Brasil. Revista da Fundação Milton Campos, Brasília, DF, v. 25, p. 09-86, 2006.

SICAIRE, Anne-Gaëlle; VIAN, M.; FINE, F.; JOFFRE, F.; CARRÉ, P.; TOSTAIN, S.; CHEMAT, F. *Alternative Bio-Based Solvents for Extraction of Fat and Oils: solubility prediction, global yield, extraction kinetics, chemical composition and cost of manufacturing. International Journal Of Molecular Sciences*, v. 16, n. 12, p. 8430-8453, 15 abril de 2015.

Sigma-Aldrich. N-Hexano. Disponível em: <  
<https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/search/n-hexano?focus=products&page=1&perpage=30&sort=relevance&term=n-hexano&type=productURL>>. Acesso em: 28/05/2023.

Silva, Diana Cardoso. **Composição Química e Ação Cicatrizante de Óleos de Café Arabica de Grãos Crus (Verde, Cereja e Boia) e Torrados (Diferentes Níveis de Torra)**. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Agroquímica) - Universidade Federal de Viçosa, 2023.

SILVA, M.P.M.; TEIXEIRA, L.N.; TRAJANO, A.E.M.; PEREIRA, S.L.; JESUS, A.A.. Evolution of the supercritical extraction of oilseeds matrix cultivated in brasil: a review, v. 2, n. 4, p. 476–522, 2023. Acesso em: 24 jun. 2023.

Silva, Vanderley Almeida. **Adulterantes em café (Coffea arabica L.) torrado e moído e suas implicações na qualidade físico-química e sensorial da bebida**. Lavras: UFLA, 2013. 90p. Tese (doutorado) – Universidade Federal de Lavras, 2013.

SITTIPOD, S.; SCHWARTZ, E.; PARAVISINI, L.; PETERSON, D. G. *Identification of Flavor Modulating Compounds That Positively Impact Coffee Quality. Food Chemistry* v. 301, p. 125250, dezembro de 2019. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125250>.

SOUTO, U. T. C. P.; PONTES, M. J. C. P.; SILVA, E. C.; GALVÃO, R. K. H. G.; ARAÚJO, M. C. U.; SANCHES, F. A. C.; CUNHA, F. A. S.; OLIVEIRA, M. S. R. *UV–Vis Spectrometric Classification of Coffees by SPA–LDA. Food Chemistry*, v. 119, p. 1-368, 2009. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2009.05.078>.

SOUZA, C. M. D.; RODRIGUES, D. da C.; SOUSA, P. H. M. D. 2022. *Development of the Coffee Taster's Emotion Wheel for the Coffee Drinking Experience. International Journal of Gastronomy and Food Science*, v. 27, p. 100451, março de 2022. <https://doi.org/10.1016/J.IJGFS.2021.100451>.

SOUZA, Luiza Monteiro. **Indicadores de sustentabilidade em três propriedades da cafeicultura familiar em Araponga – MG: uma análise descritiva**. Tese de mestrado em agroecologia e desenvolvimento rural. Universidade Federal de São Carlos, 2014.

SOUZA, R. R.; GASPAROTI, P. S.; PAULA, J. A. M. Obtenção de extratos de plantas medicinais: uma revisão de escopo dos métodos extrativos modernos em comparação ao método clássico por Soxhlet. *Revista Movimento*, v. 1, pág. 1-14, 2022. ISSN: 1984-4298.

SPEER, K.; Kölling-Speer, I. *The lipid fraction of the coffee bean. Brazilian Journal of Plant Physiology*, v. 18, p. 201–216, 2006.

SPENCER, M.; SAGE, E.; VELEZ, M., GUINARD, J. X. *Using Single Free Sorting and Multivariate Exploratory Methods to Design a New Coffee Taster's Flavor Wheel. Journal of Food Science* v. 81, p. 2997–3005, 2016. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.13555>.

SRIDEVI, V.; GIRIDHAR, P.; RAVISHANKAR, G.A. *Evaluation of roasting and brewing effect on Antinutritional diterpenes-cafestol and kahweol in coffee, Global Journal of Medical research*, v. 11, 2011.

SRIDEVI, V.; GIRIDHAR, P.; RAVISHANKAR, G. A. *Free diterpenes cafestol and kahweol in beans and in vitro cultures of Coffea species. Current Science*, v. 99, p. 1101-1104, 2010

TOCI, A. T.; FARAH, A. *Volatile Fingerprint of Brazilian Defective Coffee Seeds: Corroboration of Potential Marker Compounds and Identification of New Low Quality Indicators. Food Chemistry*, v.153, p. 298–314, junho de 2014. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2013.12.040>.

TOLEDO, P. R. A. B., PEZZA, L.; PEZZA, H. R.; TOCI, A. T. *Relationship Between the Different Aspects Related to Coffee Quality and Their Volatile Compounds. Comprehensive Reviews. Food Science and Food Safety*, v. 15, p. 705–19, 2016. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12205>.

TSUKUI, A., Oigman S. S., Rezende C. M. Óleo de Grãos de Café Cru: Diterpenos Cafestol e Caveol. *Revista Virtual de Química*, v 6, No. 1, p.16-33, 2013.

TSUKUI, Anna. **Abordagem Metabolômica de Mapeamento Químico Dos Grãos de Café Cru (Coffea Arabica L.) Do Paraná**. 2017. 141 f. Tese (Doutorado em Ciências de Alimentos) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2017.

TURATTI, Jane M. Extração e caracterização de óleo de café. Trabalho apresentado no II Simpósio de Pesquisa dos Cafés do Brasil (2. : 2001 : Vitória, ES). In: Resumos. Brasília, D.F. : Embrapa Café, 2001, p. 1533-1539: il.

URGERT, R; VAN DER WEG, G.; KOSMEIJER-SCHUIL, T. G.; VAN DE BOVENKAMP, P.; HOVENIER, R.; KATAN, M.B. *Levels of the Cholesterol-Elevating Diterpenes Cafestol and Kahweol in Various Coffee Brews*, **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.43, p. 2167–2172, 1995.

Valdés, Maria Fernanda Moreno. Compuestos bioativos em descartes agroindustriais: revisão bibliográfica do potencial uso para alimentos funcionais. 2023. (Trabalho de conclusão de curso em Engenharia de Alimentos) - Universidade do Chile - Facultad de Ciencias Químicas e Farmacêuticas, Santiago, Chile.

VIENCZ, T.; ACRE, L. B.; ROCHA, R. B.; ALVES, E. A.; RAMALHO, A. R.; BENASSI, M. de T. *Caffeine, trigonelline, chlorogenic acids, melanoidins, and diterpenes contents of Coffea canephora coffees produced in the Amazon*. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 117, p. 105140, 2023. <https://doi.org/10.1016/J.JFCA.2023.105140>

VOLSI, B.; TELLES, T. S.; CALDARELLI, C. E.; CAMARA, M. R. G. *The Dynamics of Coffee Production in Brazil*. **PLOS ONE**, v. 14, p. 0219742, 2019. <https://doi.org/10.1371/JOURNAL.PONE.0219742>.

WAGEMAKER, T. A. L. *et al.* **Unsaponifiable matter from oil of green coffee beans: cosmetic properties and safety evaluation.** *Drug Development and Industrial Pharmacy*, v. 42, n. 10, p. 1695-1699, 2016.

WILLIAMSON, K.; HATZAKIS, E. *Evaluating the effect of roasting on coffee lipids using a hybrid targeted-untargeted NMR approach in combination with MRI*, **Food Chemistry**, v. 299, p. 125039.

World Coffee Research. World Coffee Research | Ensuring the Future of Coffee, 2022. <https://worldcoffeeresearch.org/>. Acessado em 26 abril de 2023.

YARA-VARÓ, E.; FABIANO-TIXIER, A. S.; BALCELLS, M.; CANELA-GARAYOA, R.; BILY, Antoine; CHEMATH, F. *Is it possible to substitute hexane with green solvents for extraction of carotenoids? A theoretical versus experimental solubility study.* **RSC Advances**, v. 33, p. 27750-27759, março de 2016.

ZHANG, C.; LINFORTH, R.; FISK, I. D. *Cafestol extraction yield from different coffee brew mechanisms.* **Food Research International**, v. 49, p. 27–31, 2012.

ZHU, L.; LUO, J.; HONG, R. 2014. *Total Synthesis of (±)-Cafestol: A Late-Stage Construction of the Furan Ring Inspired by a Biosynthesis Strategy.* **Organic Letters** v.16, p. 2162–65, 2014. <https://doi.org/10.1021/OL500623W>.

## ANEXO 1 – Permissão para reproduzir material

### TERMO DE AUTORIZAÇÃO

Eu, Daltamir Justino Maia, na condição de Coordenador do Corpo Editorial da EditsBQ, venho através desta, autorizar o Prof. Dr. Fábio Júnior Moreira Novaes a utilizar a figura abaixo especificada.

"Ref.: Figura 4 do livro Química Para o Desenvolvimento Sustentável na Gestão de Resíduos Industriais e Agroindustriais, de Fábio Junior Moreira Novaes e outros (ISBN 978-85-64099-34-0), publicado pela SBQ em 2022. Solicitação de uso da figura acima em dissertação de coautora (Daliane Cláudia de Faria) do livro e em artigo a ser escrito por coautor (XXXXXXX) do livro. A Sociedade Brasileira de Química dá permissão para reproduzir a figura acima mencionada, na dissertação e no artigo, sujeita às seguintes condições:

1. A figura não seja alterada;
2. Um reconhecimento adequado da fonte seja feito, junto à reprodução da figura ou em nota de rodapé, como segue: "Reproduzida do livro Química Para o Desenvolvimento Sustentável na Gestão de Resíduos Industriais e Agroindustriais, de Fábio Junior Moreira Novaes e outros, p. 27, copyright 2022, com permissão da Sociedade Brasileira de Química";
3. A reprodução da figura fique limitada aos propósitos para os quais a permissão é aqui dada."

Sem mais, atenciosamente

Daltamir Justino Maia

---

Prof. Dr. Daltamir Justino Maia  
Coordenador da EditsBQ

## ANEXO 2 – Produção Científica Publicada



Disponível em: <https://quid.sbg.org.br/livros-colecao-quimica-cotidiano/> (acessado em 18/07/2023).