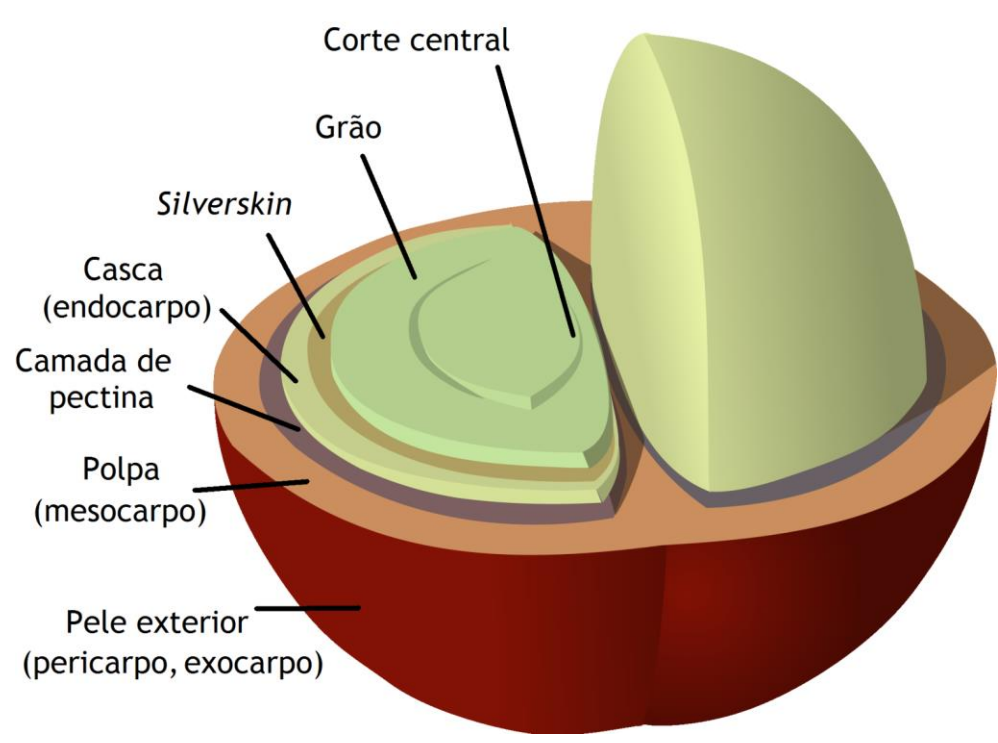


Bruna Bernar Dias, Rosângela Assis Jacques (orientadora)

Instituto de Química, UFRGS, Porto Alegre, RS, Brasil.

INTRODUÇÃO

O café é uma das bebidas mais consumidas mundialmente. A *silverskin* (CS), tegumento presente nos grãos de café, constitui o único subproduto do processo de torra, sendo descartado como lixo industrial, uma vez que ainda não foi desenvolvido um método efetivo para a utilização deste resíduo.

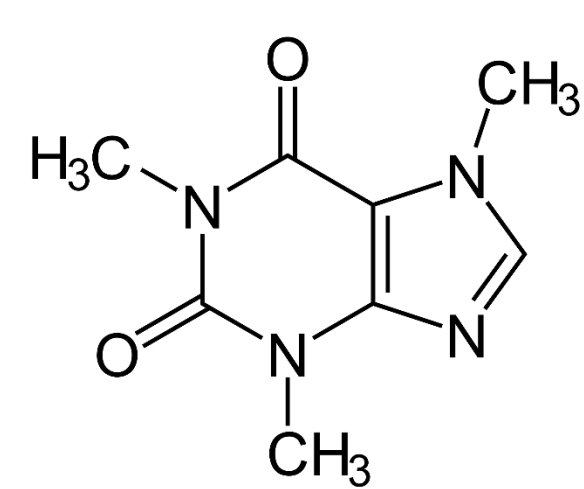


Estudos prévios demonstram que os extratos de *silverskin* são ricos em compostos como o ácido clorogênico (ácido 5-cafeoilquinico), que possui um potencial efeito antioxidante, e a cafeína, que é conhecida por suas propriedades estimulantes. A Extração Assistida por Ultrassom (EAU) tem atraído um crescente interesse, pois é um método eficaz e rápido para a extração de compostos em alimentos e ambientais, com eficiência de extração comparável aos métodos clássicos. O objetivo deste estudo foi estabelecer um procedimento eficiente para a extração de cafeína e ácido clorogênico de *silverskin* mediante a EAU.

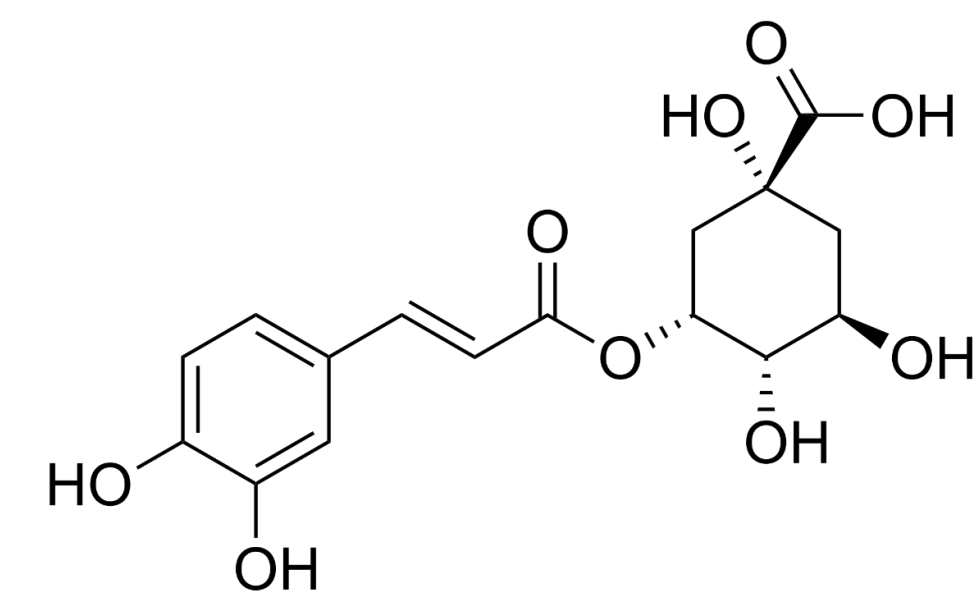
EXPERIMENTAL



Silverskin
0,05 g



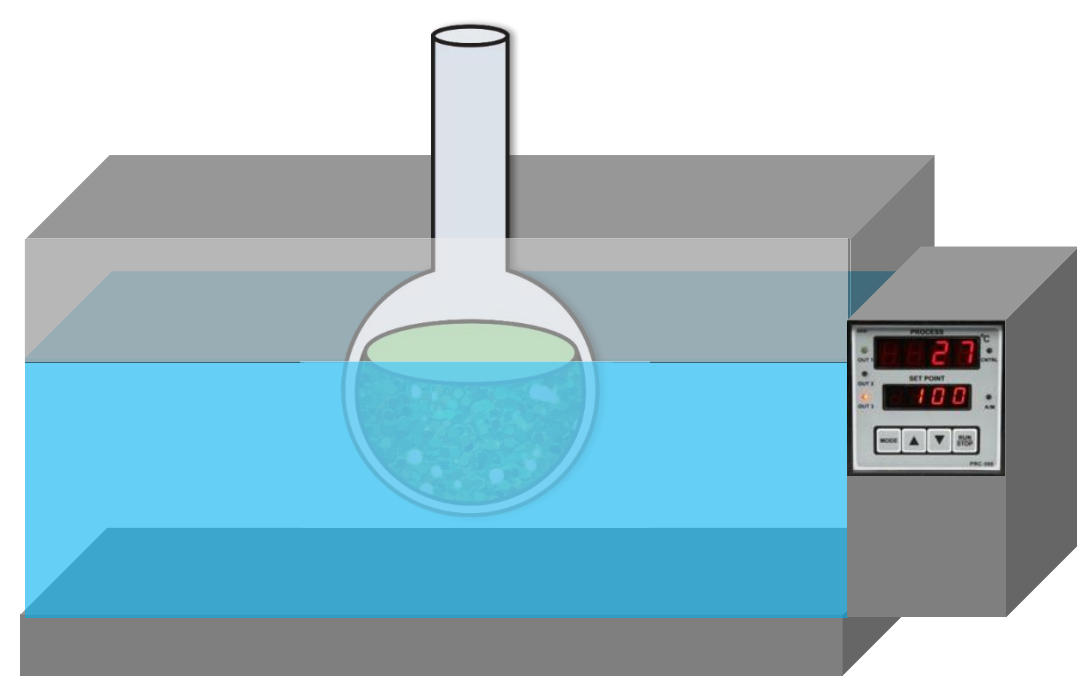
Cafeína



Ácido 5-O-cafeoilquinico



Planejamento Fatorial Completo 2⁴ com Pontos Centrais

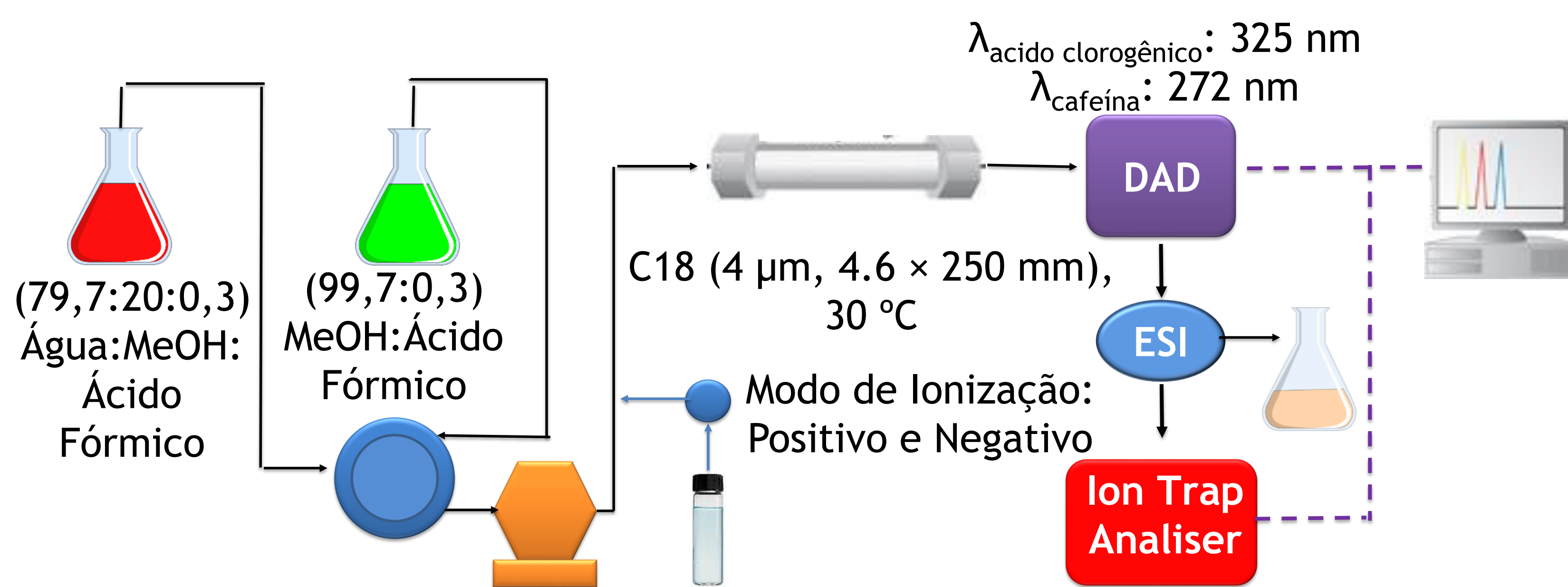


Extração Assistida por Ultrassom
UCS - 300 (Frequência: 40 KHz)

Tabela 1: Parâmetros do planejamento fatorial completo.

Fatores	-1	0	+1
Volume de solvente (mL)	15	20	25
% Etanol	30	50	70
Temperatura (°C)	35	45	55
Tempo (min)	7	12	17

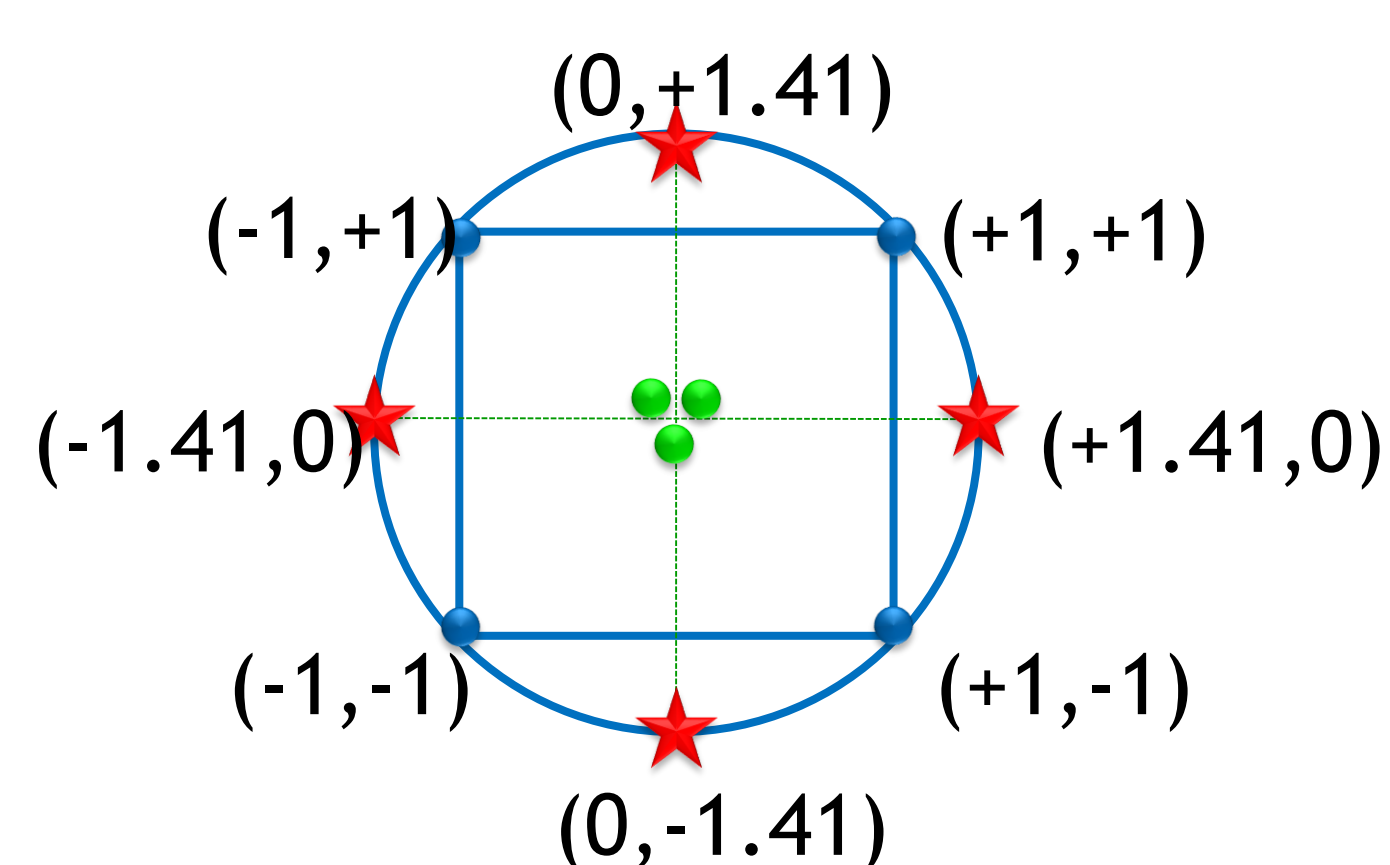
Cromatografia Líquida:



Gradiente: 0% B por 19 min, 20% B em 10 min, 40% B em 15 min, mantendo por 10 min
Fluxo: 1 mL.min⁻¹

Identificação: padrões, tempo de retenção, espectros UV-vis, espectro de massas
Quantificação: calibração externa

Efeitos estatisticamente significativos ($p < 0,05$):



2² Delineamento Composto Central (CCD)

Tabela 2: Parâmetros da CCD.

Fatores	Temp. (°C)	% EtOH
-1,41	31	22
-1	35	30
0	45	50
+1	55	70
+1,41	59	78

RESULTADOS E DISCUSSÕES

- Todos os parâmetros do método de validação foram considerados aceitáveis para ambos os compostos.
- O efeito da temperatura e do percentual de etanol foi significativo, a um nível de 95 % de confiança, para ambos os compostos avaliados.
- Os parâmetros tempo e volume de solvente não foram significativos, sendo então escolhidos os menores valores avaliados.

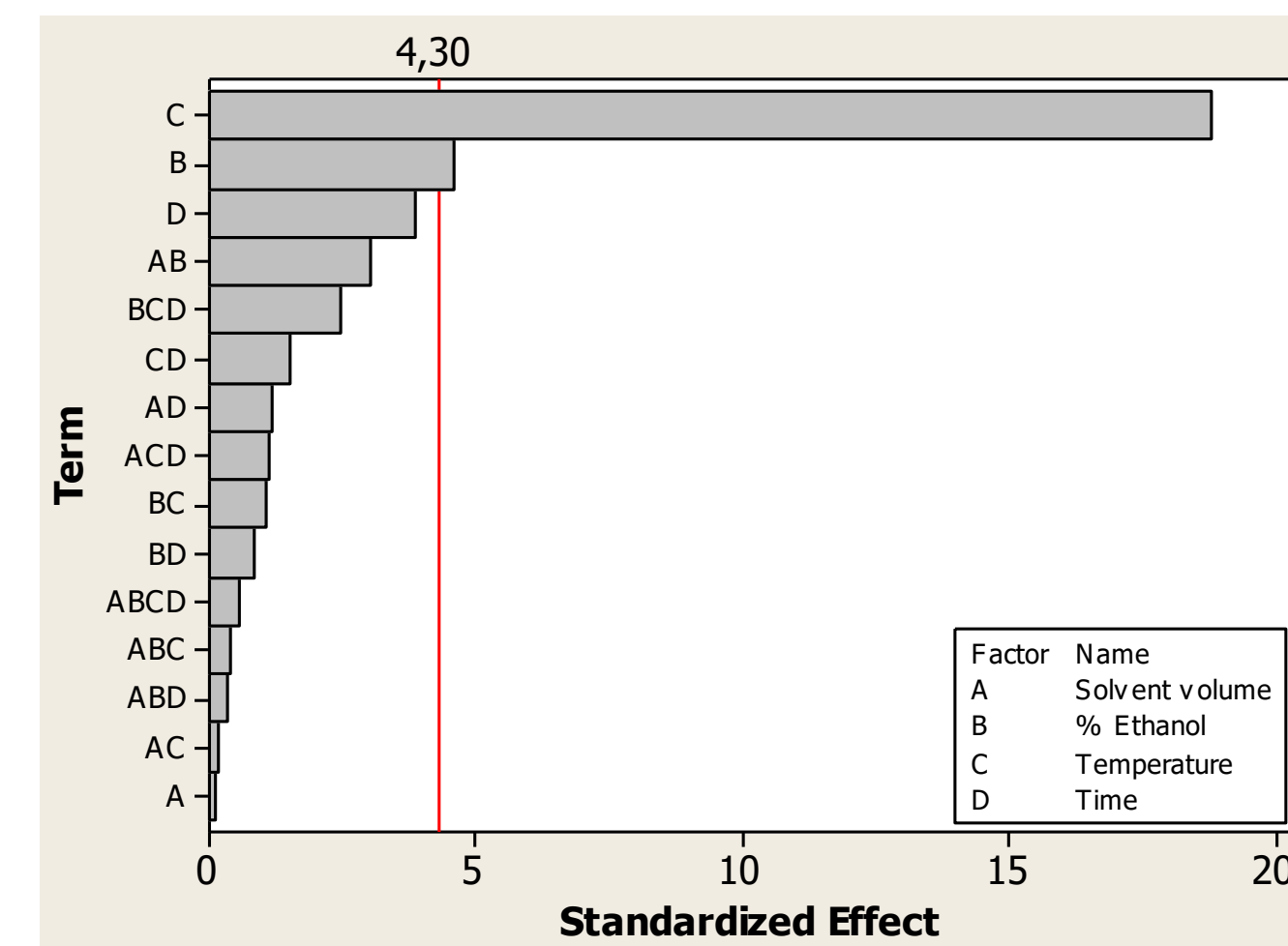


Fig. 1: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos parâmetros avaliados na extração da cafeína.

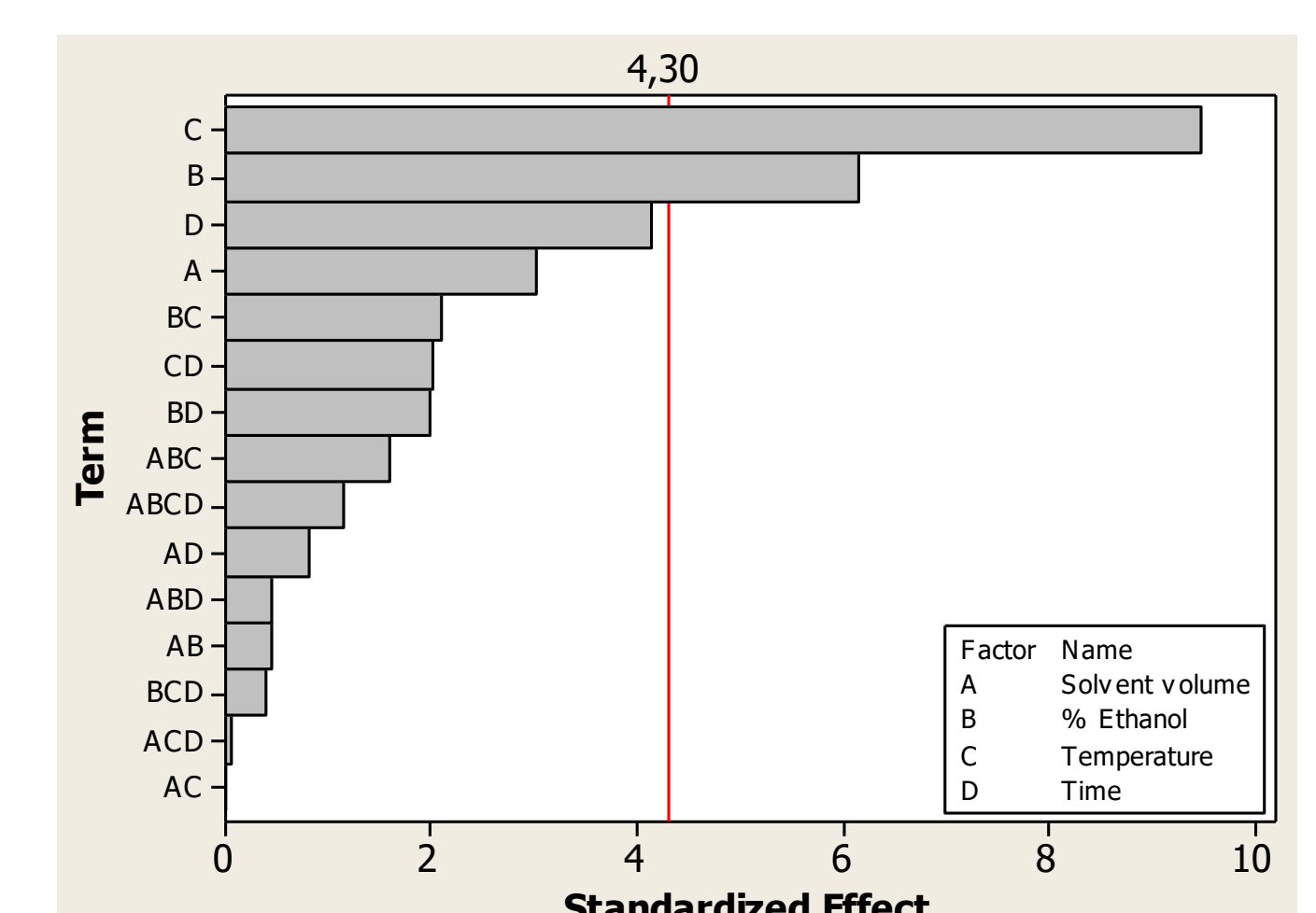


Fig. 2: Diagrama de Pareto dos efeitos padronizados dos parâmetros avaliados na extração do ácido clorogênico.

Tabela 3: Coeficientes de regressão significativos para as variáveis do modelo quadrático para as respostas do teor de cafeína.

Fatores		Coef.	Erro padrão	p ^a
b ₀	Média	6.15	0.02	0.0000
b ₁	Temp. (L)	0.13	0.01	0.0001
b ₂	% EtOH (L)	0.06	0.01	0.0081
b ₂₂	% EtOH (Q)	-0.20	0.01	0.0000

Tabela 4: Análise de variância dos valores para o teor de cafeína dos extratos nas condições experimentais.

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p ^a
Regressão	0.4413	5	0.0883	62.327	0.0002
Resíduos	0.0071	5	0.0014		
Falta de ajuste	0.0058	3	0.0019	3.060	0.2559
Erro puro	0.0013	2	0.0006		

^a nível de confiança de 95 %.

Tabela 5: Coeficientes de regressão significativos para as variáveis do modelo quadrático para as respostas do teor de ácido clorogênico

Fatores		Coef.	DP	p ^a
b ₀	Média	1.918	0.004	0.0000
b ₁	Temp. (L)	0,065	0.003	0.0016
b ₂	% EtOH (L)	-0.095	0.003	0.0007
b ₂₂	% EtOH (Q)	-0.123	0.003	0.0006
b ₁₂	Temp \times % EtOH	-0,043	0.004	0.0073

^a nível de confiança de 95 %.

Tabela 6: Análise de variância dos valores para o teor de ácido clorogênico dos extratos nas condições experimentais.

Fatores	SQ	GL	MQ	F	p ^a
Regressão	0.2130	5	0.0426	70.19	0.0002
Resíduos	0.0030	5	0.0006		
Falta de ajuste	0.0029	3	0.0010	18,13	0.0527
Erro puro	0.0001	2	0.0005		

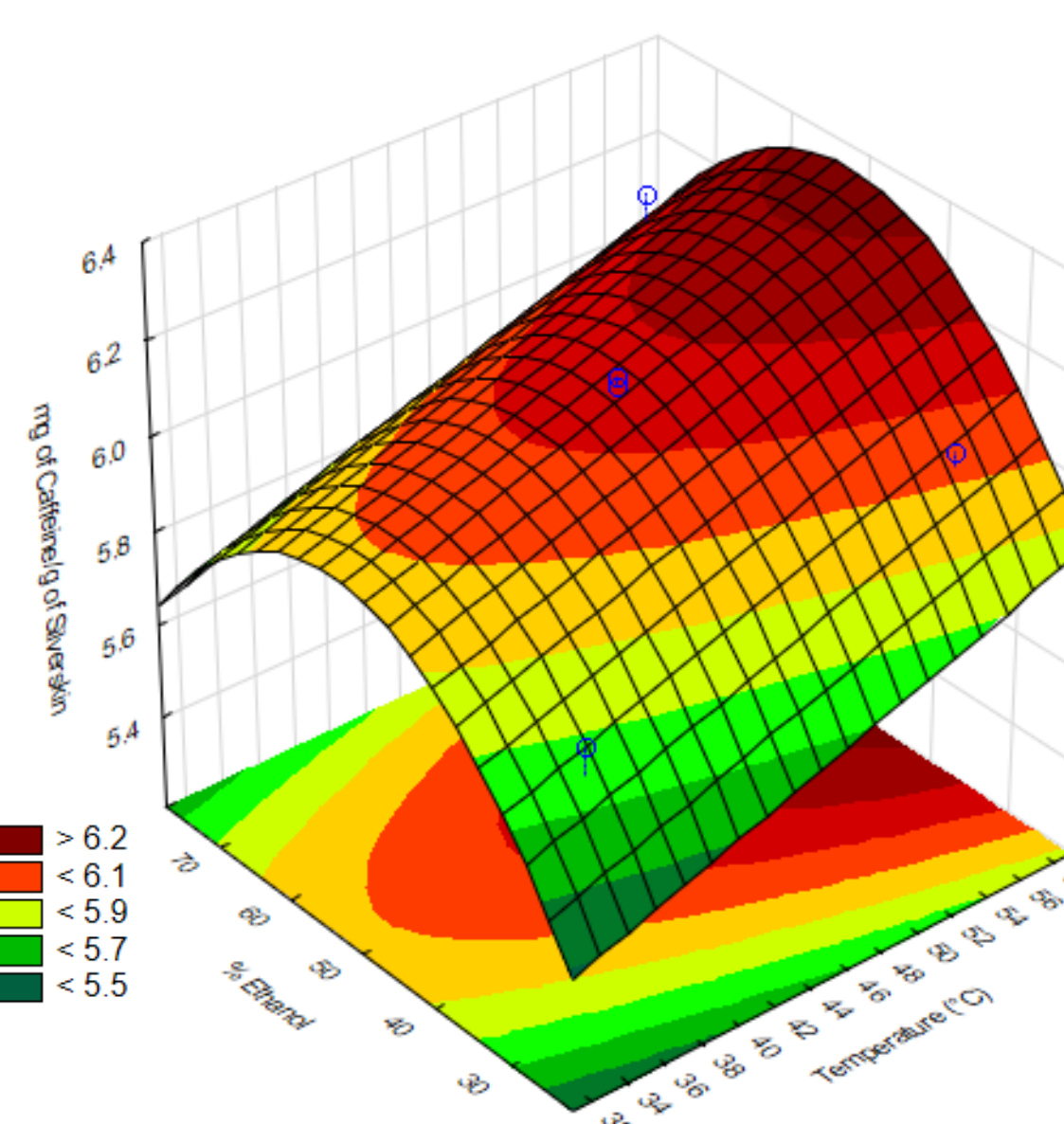


Fig. 3: Superfície de resposta para a extração da cafeína.

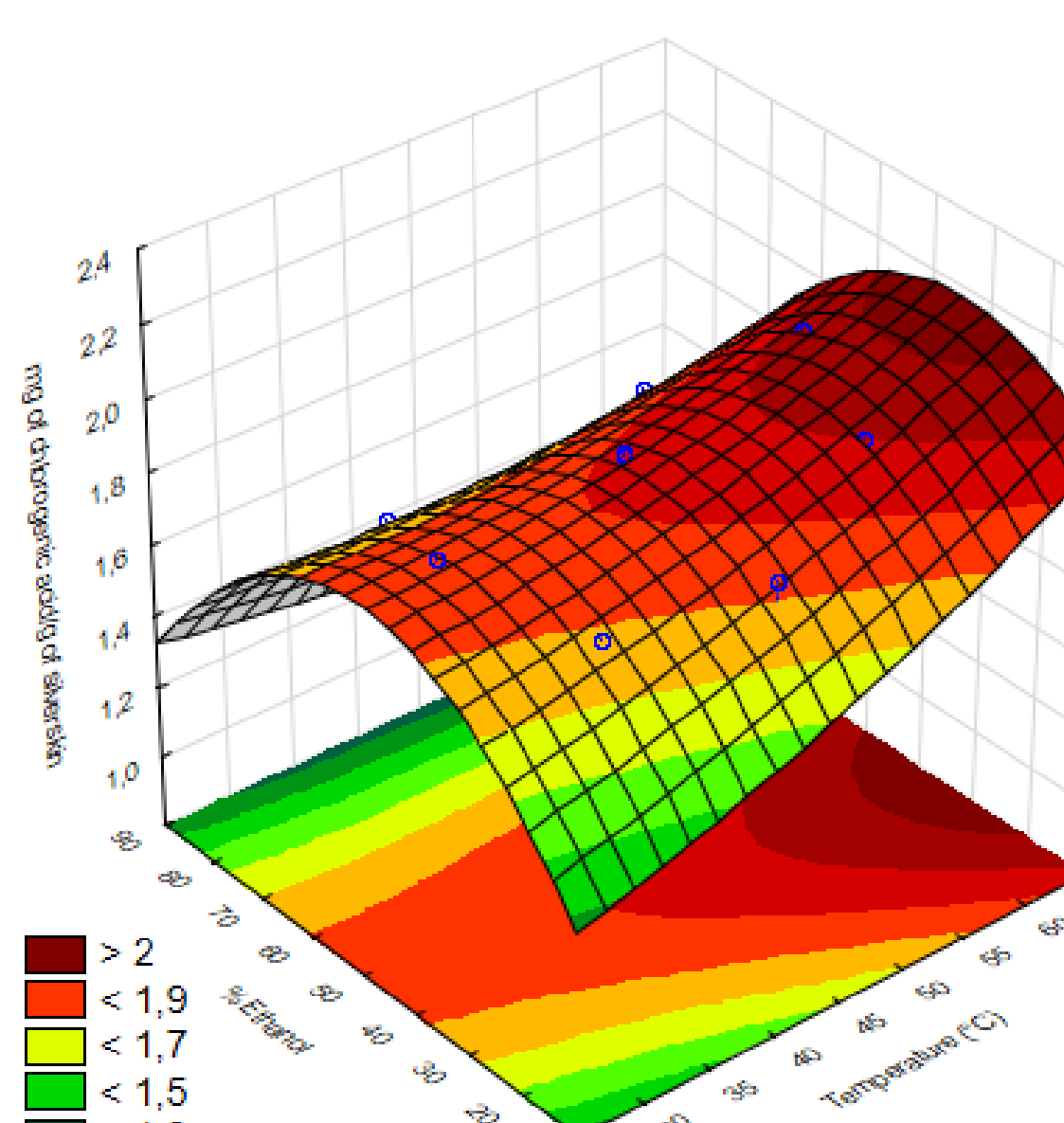


Fig. 4: Superfície de resposta para a extração do ácido clorogênico.

- Após obter um modelo matemático com bom ajuste, foi possível otimizar as condições para a máxima extração dos compostos avaliados:
 - Cafeína: 59 °C e 53% de etanol (resposta prevista: 6,33 mg.g⁻¹ of CS)
 - Ácido Clorogênico: 59 °C e 37% de etanol (resposta prevista: 2,06 mg.g⁻¹ of CS)

- A confirmação experimental das extrações foi realizada em triplicata, e 6,29 ($\pm 0,08$) mg de cafeína.g⁻¹ of CS, e 2,04 ($\pm 0,02$) mg de ácido clorogênico.g⁻¹ de CS foi obtido. Não ocorreu diferenças significativas, com 95 % de confiança, entre o valor previsto pelo modelo e o valor obtido experimentalmente.

CONCLUSÕES

- A otimização da extração permitiu a utilização de valores reduzidos de solvente e tempo, que implicam na redução de custos do método analítico. As máximas quantidades de cafeína e ácido clorogênico foram extraídas usando um volume de 15 mL de solvente em um tempo de extração de 7 min.
- Portanto, foi possível desenvolver um método eficiente para a extração de compostos bioativos de resíduos industriais do processo de torra do café.