

# PARAMETRIZAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE OBTENÇÃO DO EXTRATO DO CAFÉ VERDE E TORRADO COM CO<sub>2</sub> SUPERCRÍTICO

Luciano Luiz Silva<sup>1</sup>, Suellen Cadorin Fernandes<sup>2</sup>, Murilo Cesar Costelli<sup>3</sup>, Juliana Savio<sup>4</sup>,  
Toni Jefferson Lopes<sup>5</sup>, Stefane Vieira Besegatto<sup>6</sup>, Ana Paula Capelezzo<sup>7</sup>

(Recebido: 14 de março de 2014; aceito: 22 de agosto de 2014)

**RESUMO:** A produção e consumo de café no Brasil vem em uma crescente considerável nos últimos anos, sendo responsável por 33,60% da produção mundial. O café torrado contém alta quantidade de compostos voláteis que proporcionam sabor e aroma característicos, os quais são encontrados principalmente no seu óleo. Já o óleo obtido de café verde é um material rico em compostos insaponificáveis e em esteróis. Frente às tecnologias utilizadas para a extração de óleos essenciais, a tecnologia supercrítica surge como um técnica limpa e sem resquícios de solventes orgânicos, quando se utiliza o CO<sub>2</sub> supercrítico como solvente, que apresenta características: atóxicas, não inflamável e de custo relativamente baixo. Através da cinética de extração (50°C e 220 bar) foi possível determinar o tempo de extração em 3 h e 30 min, para os grãos de café torrado e verde. Por meio do *software Statistica 6.0*<sup>®</sup>, foi constatado que somente a variável pressão teve influência significativa no rendimento da extração com CO<sub>2</sub> supercrítico para o café torrado. Para o café verde, constatou-se que nenhum dos parâmetros foi significativo. O rendimento obtido para o café verde e torrado foi de 3,68 e 7,52%, respectivamente.

**Termos para indexação:** Café torrado, café verde, extrato de café, extração supercrítica com CO<sub>2</sub>.

## EXTRACTION PARAMETERS OF ESSENTIAL OIL OF COFFEE WITH THE USE OF CO<sub>2</sub> SUPERCRITICAL

**ABSTRACT:** The production and consumption of coffee in Brazil comes in an increasing considerably in recent years, accounting for 33.60% of world production. Roasted coffee contains high amounts of volatiles which provide their characteristic flavor and aroma, which are found mainly in their oil. Already, the oil obtained from green coffee is a material rich in unsaponifiables compounds and sterols. Facing the technologies used for the extraction of essential oils, the supercritical technology emerges as a clean and free of organic solvent remnant technique, when using supercritical CO<sub>2</sub> as solvent, which presents characteristics: non-toxic, non-flammable and relatively low cost. Through the extraction kinetics (50°C and 220 bar) it was possible to determine the extraction time of 3h 30 min for roasted and green coffee. By means of the Statistica 6.0<sup>®</sup> software, it was found that only the pressure variable had significant influence on the yield of extraction with supercritical CO<sub>2</sub> for roasted coffee. For green coffee, it was found that none of the parameters was significant. The yield obtained for green and roasted coffee were 3.68 and 7.52%, respectively.

**Index terms:** Roasted coffee, green coffee, coffee extract, supercritical CO<sub>2</sub> extraction.

## 1 INTRODUÇÃO

A produção e consumo de café no Brasil vem crescendo consideravelmente nos últimos anos. Em 2013, a Associação Brasileira da Indústria do Café - ABIC (2013) divulgou informações que destacavam o Brasil como maior produtor mundial, sendo responsável por 33,60% do mercado internacional e um volume equivalente à soma dos outros seis países de maior produção e com um consumo interno de 20,33 milhões de sacas.

O café torrado, que é a forma mais consumida do produto, contém alta quantidade de compostos voláteis, encontrados principalmente em seu óleo, os quais são muito utilizados na indústria de alimentos como fonte de aroma e sabor, em produtos de confeitaria, balas, chocolates e na produção de café instantâneo (SANDI, 2003).

O alto valor desta planta reside quase que exclusivamente em sua semente. Dessas, retiram-se os óleos voláteis que são conhecidos e utilizados desde a antiguidade por suas propriedades

<sup>1,2</sup>Universidade Comunitária da Região de Chapecó/UNOCHAPECÓ/PPGTI - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia e Gestão da Inovação - Av. Senador Atilio Fontana 591 - 89809-000 - Chapecó - SC- lucianols@unochapeco.edu.br, suellenf@unochapeco.edu.br

<sup>3</sup>Universidade Comunitária da Região de Chapecó/UNOCHAPECÓ/ACEA - Laboratório de Engenharia Química - Av. Senador Atilio Fontana 591 - 89809-000 - Chapecó - SC - mccostelli@unochapeco.edu.br

<sup>4</sup>Universidade Comunitária da Região de Chapecó/UNOCHAPECÓ/ACEA - Laboratório de Engenharia de Alimentos - Av. Senador Atilio Fontana 591 - 89809-000 - Chapecó - SC julianasavio@unochapeco.edu.br

<sup>5</sup>Universidade Federal do Rio Grande/FURG/Escola de Química e Alimentos - Rua Barão do Caí 125 - 95500-000 - Santo Antônio da Patrulha - RS - tjlopes@furg.br

<sup>6,7</sup>Universidade Comunitária da Região de Chapecó/UNOCHAPECÓ/ACEA - Laboratório de Engenharia Química - Av. Senador Atilio Fontana 591 - 89809-000 - Chapecó - SC - bxste@unochapeco.edu.br, ana\_cap@unochapeco.edu.br

biológicas, especialmente antibactericidas, antifúngicas e antioxidantes (DANG et al., 2010; FERREIRA et al., 2012; SOUZA et al., 2007).

A qualidade do café, além dos atributos sensoriais, pode ser avaliada através da identificação e quantificação dos componentes presentes neste produto, tais como a cafeína, encontrada até nas cascas do grão de café (CALVO; TELLO; VIGUERA, 2011), que está associada à saúde humana, a trigonelina e os ácidos clorogênicos, compostos responsáveis pela formação do flavor durante a torrefação (TRUGO; MACRAE, 1989). Dos componentes voláteis do café, já foram identificados mais de cento e oitenta compostos diferentes (MORAIS et al., 2007), tornando sua síntese extremamente difícil. Além do que as propriedades físico-químicas de cafés de uma mesma espécie apresentaram significativas diferenças, quando cultivados em diferentes lugares (SCHOLZ et al., 2011). No entanto, quando grãos de café, de um mesmo lote, são submetidos a diferentes torras, os componentes químicos são basicamente os mesmos (MORAIS et al., 2007).

Os grãos de café torrado e verde apresentam em média até 17% de óleos e 3% de cafeína (ARAÚJO; SANDI, 2006; AZEVEDO et al., 2008; CALVO; TELLO; VIGUERA, 2011), podendo variar de acordo com a espécie dos grãos de café. Com a torração, ocorre uma elevação proporcional nos teores de lipídios totais de 11,4 para 15,4% no café arábica (SOUZA et al., 2010).

Além dos compostos lipídicos, os óleos apresentam uma série de ácidos como: o ácido linoleico, ácido linolênico, ácido palmítico, ácido oleico, ácido esteárico, entre outros (MAZZAFERA et al., 2008).

O óleo obtido do café verde é um material rico em compostos insaponificáveis, e em componentes como os esteróis. Essa composição peculiar do café verde torna-o valioso para a indústria de cosméticos por suas propriedades emolientes, amaciantes, hidratantes e capacidade de bloquear a luz solar (ARAÚJO; SANDI, 2006; SILVA et al., 2011; TURATTI, 2001). O extrato hidroalcoólico do café verde contendo ácido clorogênico e compostos fenólicos apresenta uma boa atividade antioxidante (NAIDU et al., 2008).

Frequentemente, os óleos vegetais são obtidos por prensagem, cujo rendimento é geralmente baixo, ou por meio de extração com solventes orgânicos, como o hexano, que extraem completamente o óleo, porém podem deixar resíduos de solvente, o que diminui a qualidade do óleo, bem como causar sérios problemas ambientais com o descarte inadequado do solvente (SANDI, 2003).

Desta forma, a qualidade dos extratos obtidos de uma matéria-prima está fortemente relacionada com a técnica de extração empregada, sendo avaliada através do perfil químico do produto. Uma alternativa aos processos anteriormente apresentados é a extração com fluidos supercríticos (FRANÇA et al., 1999).

Comumente o dióxido de carbono é empregado como solvente na extração supercrítica (ESC). Sua atratividade está relacionada por ser uma substância atóxica, não inflamável e de custo relativamente baixo. Entre as muitas vantagens do uso do CO<sub>2</sub> supercrítico pode-se citar a facilidade de separação do material extraído do solvente, que é realizada por uma simples manipulação de temperatura ou pressão.

Pela sua natureza apolar, o uso do CO<sub>2</sub> supercrítico apresenta maior afinidade com compostos apolares, entretanto substâncias de alta polaridade também podem ser extraídas com CO<sub>2</sub> supercrítico em altas densidades (altas pressões) e/ou pelo emprego de co-solventes, com os quais é possível aumentar o espectro de substâncias solúveis ao CO<sub>2</sub> (SILVA et al., 2014; VASAPOLLO et al., 2004).

De acordo com Ramsay et al. (1991), o uso do CO<sub>2</sub> como fluido supercrítico apresenta vantagens como a baixa pressão crítica (73 bar) e temperatura crítica (31°C) próxima à temperatura ambiente, o que facilita a sua utilização.

Outro fator que influencia no rendimento da extração é o tamanho das partículas da matriz vegetal. Como uma tendência geral, a diminuição do tamanho das partículas gera um aumento do rendimento de extração. O menor tamanho de partícula facilita o acesso do solvente até o soluto, reduzindo as limitações de transferência de massa. A redução das partículas é, provavelmente, associada a uma quebra mais intensa da parede celular e o rompimento dessa facilita a difusão de soluto (LAROZE et al., 2010).

Outra vantagem da extração com fluido supercrítico é permitir o processamento de materiais vegetais a baixas temperaturas, entorno de 20 a 40°C, o que é especialmente adequado quando compostos termossensíveis estão presentes. Dessa forma, evita-se a degradação desses, que é um problema duplamente prejudicial. Os produtos degradados comprometem a qualidade do produto final e geram rejeitos industriais indesejáveis que precisam ser tratados, antes de eliminados (FERREIRA et al., 2005; FERREIRA; DANIELSKI; MICHIELIN, 2007).

As pressões e temperaturas utilizadas para a extração do extrato e do óleo do café apresentam uma variação considerável de 150 a 400 bar e temperaturas que vão de 40 a 100°C (MELO; SILVESTRE; SILVA, 2014).

Um dos principais usos da extração com fluido supercrítico é para a remoção da cafeína dos extratos e óleo de café, principalmente devido à alta solubilidade da cafeína em CO<sub>2</sub> supercrítico (AZEVEDO et al., 2008; CALVO; TELLO; VIGUERA, 2011).

Uma interessante utilização para o óleo extraído do grão de café ou da sua borra, que é um subproduto, tem sido a proposta como fonte de carbono para a produção de polihidroxialcanoatos (PHAs), que são poliésteres (uma espécie de plástico) produzidos por diversos grupos de bactérias (CRUZ et al., 2014).

Os extratos e principalmente os óleos extraídos dos grãos, borra e cascas de café verde e torrado estão sendo amplamente estudados, e apresentaram boa atividade antioxidante (FERREIRA et al., 2012).

Objetivou-se realizar a parametrização da extração do extrato do café verde e torrado através do estudo de duas variáveis (pressão e temperatura), a fim de verificar as melhores condições de extração.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Preparação da matéria-prima

As matérias-primas utilizadas para a extração do óleo foram adquiridas no Clube do Café de São Paulo, e podem ser observadas na Figura 1.



Primeiramente, uma amostra de 100 g de café torrado foi colocada em estufa a 40°C, por um período de 24 h. Após esse período, o peso da amostra permaneceu constante, sendo que esse procedimento não foi realizado para os grãos de café verdes. Em seguida, as amostras foram moídas com o auxílio de um moedor comercial Cadence MDR301, e, posteriormente, foi realizado o peneiramento em um agitador de peneiras vibratórias, sendo parametrizado um diâmetro de partícula de 0,6 mm a 1,0 mm.

### 2.2 Análise de umidade dos grãos de café verde e torrado

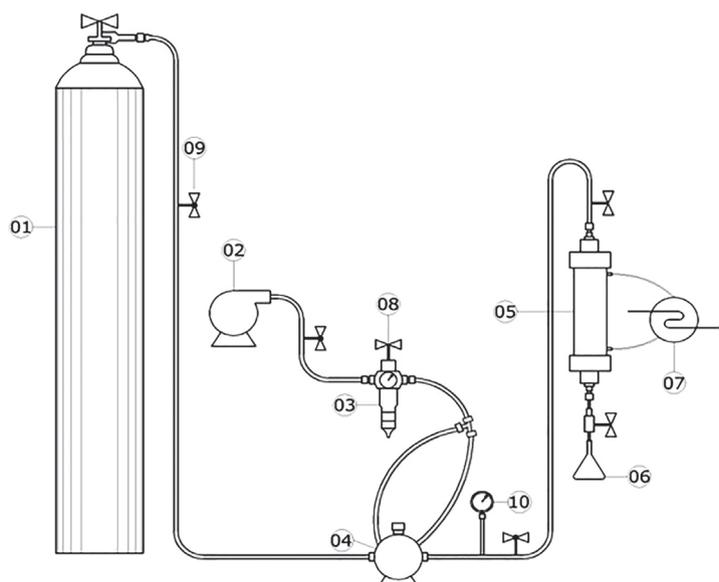
A análise de umidade dos grãos foi determinada pelo método estabelecido pelo Instituto Adolfo Lutz (2008); 5 gramas dos grãos de café verde e torrado já moídos foram colocados em estufa a 105°C por um período de 4h, resfriados em um dessecador e pesados novamente. O processo foi repetido mais uma vez, pesando-se as amostras a cada 30 minutos. As amostras de café torrado e verde apresentaram valores de umidade de 4,04 e 1,32%, respectivamente.

### 2.3 Aparato experimental

Para proceder à extração do extrato dos grãos de café, fez-se o uso de um equipamento de extração supercrítica conforme exposto na Figura 2, sendo que o mesmo é composto por uma câmara de extração encamisada fabricada em aço inox com dimensões de 30,0 cm de altura e 2,35 cm de diâmetro interno, contemplando um volume de 518,0 mL.



FIGURA 1 - Matéria prima: (a) grãos de café torrado e (b) grãos de café verde.



**FIGURA 2** - Diagrama esquemático da extração com CO<sub>2</sub> supercrítico. 01: cilindro de CO<sub>2</sub>; 02: compressor de ar; 03: filtro com regulador de pressão; 04: maximizador; 05: cilindro extrator; 06: frasco coletor do extrato; 07: banho termostático; 08: válvula gaveta; 09: válvula globo; 10: manômetro.

A camisa tem por finalidade permitir o controle da temperatura pelo uso de um banho termostático ( $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ ) (Tecnal<sup>®</sup> modelo TE-184), em aço inox, com altura de 30,0 cm e diâmetro interno de 2,35 cm (volume 518,0 mL). A pressão foi regulada através de um filtro regulador de ar Schulz<sup>®</sup> (modelo global class), alimentado por um compressor Schulz<sup>®</sup> CSL 10/60 com capacidade máxima de 9,7 bar, e *maximizer* Maxpro<sup>®</sup> DLE-30-1-UU-M com razão de pressão 1:30 ( $\pm 5$  bar). Filtro de aço inox poroso Mott<sup>®</sup>, porosidade padrão de 100 micron, utilizado para que a amostra vegetal não fosse arrastada junto com o extrato. O solvente dióxido de carbono foi fornecido pela Air Liquide<sup>®</sup>, com grau de pureza de 99,9%.

#### 2.4 Planejamento experimental

No presente estudo, avaliou-se a influência de 2 fatores, bem como suas possíveis interações: Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ ) e Pressão (bar). Realizou-se um planejamento fatorial completo 3<sup>2</sup>. Após escolher o tipo de planejamento definiu-se o nível de variação -1, 0 e +1 para cada um dos dois fatores em estudo. As variáveis e seus respectivos níveis de variação são mostrados na Tabela 1.

Posteriormente à realização do planejamento, aplicou-se a Metodologia das Superfícies de Resposta (MSR), com o objetivo

de obter as condições ótimas de operação. Para as análises estatísticas utilizou-se o *software Statistica 6.0*<sup>®</sup>.

#### 2.5 Testes de cinética de extração

Para os testes de cinética, utilizou-se 20 g de café torrado a uma pressão de 220 bar e 50  $^{\circ}\text{C}$ , sendo essas as condições intermediárias de pressão e temperatura empregadas posteriormente nos ensaios de rendimento.

#### 2.6 Análise por cromatografia em camada delgada

Para verificar qualitativamente a composição química do extrato obtido, foi utilizada a técnica de cromatografia em camada delgada. Os extratos foram dissolvidos em n-hexano (Pureza Analítica) e aplicados sobre placas de sílica Gel 60 F254 (Merck<sup>®</sup>) como fase estacionária. Paralelamente, foram preparadas as cubas cromatográficas contendo as fases móveis em diferentes proporções de solventes: hexano, clorofórmio, acetato de etila e etanol. Para revelar as diferentes classes de compostos foram utilizados reveladores específicos, conforme descrito por Harborne (1998): anisaldeído sulfúrico para terpenóides e esteróides, Dragendorff para alcalóides, cloreto férrico 3% para flavonóides e taninos e luz UV em 356 nm para cumarinas.

**TABELA 1** - Fatores e níveis estudados durante a triagem no Planejamento Experimental.

Fatores	Níveis de variação dos fatores		
	-1	0	+1
Temperatura (°C)	40	50	60
Pressão (bar)	180	220	260

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Cinética de extração

A otimização de um processo industrial de ESC requer o conhecimento de dados termodinâmicos e, além disso, a avaliação de dados cinéticos (taxa de transferência de massa). Deste modo, a representação da cinética da ESC é feita através da construção da curva de extração, a qual normalmente é apresentada como um gráfico da massa acumulada de extrato em função do tempo de extração, conforme visualizado na Figura 3.

O teste de cinética de extração foi realizado com o intuito de avaliar e definir a condição operacional mais adequada, em relação ao tempo de extração a ser utilizado nos experimentos.

Observando-se a Figura 3, é possível constatar que após um período de 210 minutos a quantidade de extrato obtido dos grãos de café torrado (20 g), é em torno de 7% em massa. Comparando-se a quantidade obtida de extrato com a relatada por Araújo e Sandi (2006) percebe-se que o valor encontra-se um pouco abaixo do valor reportado pelos autores, porém, encontra-se próximo dos dados relatados por Albuquerque (2008). Tendo em vista que, após este período, tem-se um gasto energético adicional sem obter quantidades consideráveis de extrato, tomou-se este como o tempo padrão, tanto na extração do café torrado como do café verde; parametrizou-se a variável tempo, a fim de garantir que a etapa de difusão fosse alcançada reafirmando que tempos maiores de processo não apresentaram um incremento considerável na massa de extrato obtida.

#### 3.2 Extração do café torrado

Considerando as variáveis independentes, temperatura e pressão, 20 gramas de café foram adicionados na câmara de extração. Os ensaios do planejamento fatorial  $3^2$  da extração dos frutos de café arábico 'Mundo Novo', com  $\text{CO}_2$  supercrítico, resultaram em diferentes rendimentos (variável resposta), conforme pode ser visualizado na Tabela 2.

Na Tabela 3, apresentam-se os valores obtidos para os efeitos referentes aos fatores Temperatura (°C) e Pressão (bar), utilizando o café torrado, e seus respectivos índices estatísticos. Através da análise de efeito, foi constatado que somente a variável pressão teve influência significativa no rendimento da extração com  $\text{CO}_2$  supercrítico.

Analisando-se a Tabela 3 e a Figura 4 do gráfico de Pareto, verifica-se que o fator temperatura e as duas variáveis conjuntas (temperatura e pressão) não apresentaram influências significativas, somente o termo linear (L) da pressão é significativo para um intervalo de confiança de 95%, como é confirmado pelos índices estatísticos apresentados.

Também, pode-se observar que os termos lineares da Temperatura e Pressão apresentam valores de efeitos positivos, ou seja, um aumento destas variáveis ocasiona um aumento na variável resposta (Rendimento de extração). O comportamento do valor do rendimento observado pode ser explicado devido à variação da solubilidade de compostos que possam estar presentes no extrato, como por exemplo, a cafeína, que aumenta com a pressão (SALDAÑA; MAZZAFERA; MOHAMED, 1997; STAHL; SCHILZ, 1979), conseqüentemente aumentando o rendimento da extração. O efeito da interação dos termos lineares (1L e 2L) é o segundo maior valor em módulo. Isso é atribuído principalmente a uma interação entre os efeitos de pressão de vapor que aumenta com a temperatura e o efeito da densidade do solvente que diminui com a temperatura, o que resulta na redução da solubilidade. Também, cabe salientar que com pressões maiores de 190 bar (19 MPa), as solubilidades comportam-se normalmente, aumentando com a temperatura (SALDAÑA; MAZZAFERA; MOHAMED, 1997).

A Figura 5 apresenta as curvas de nível correspondentes à superfície de resposta gerada pelo modelo quadrático.

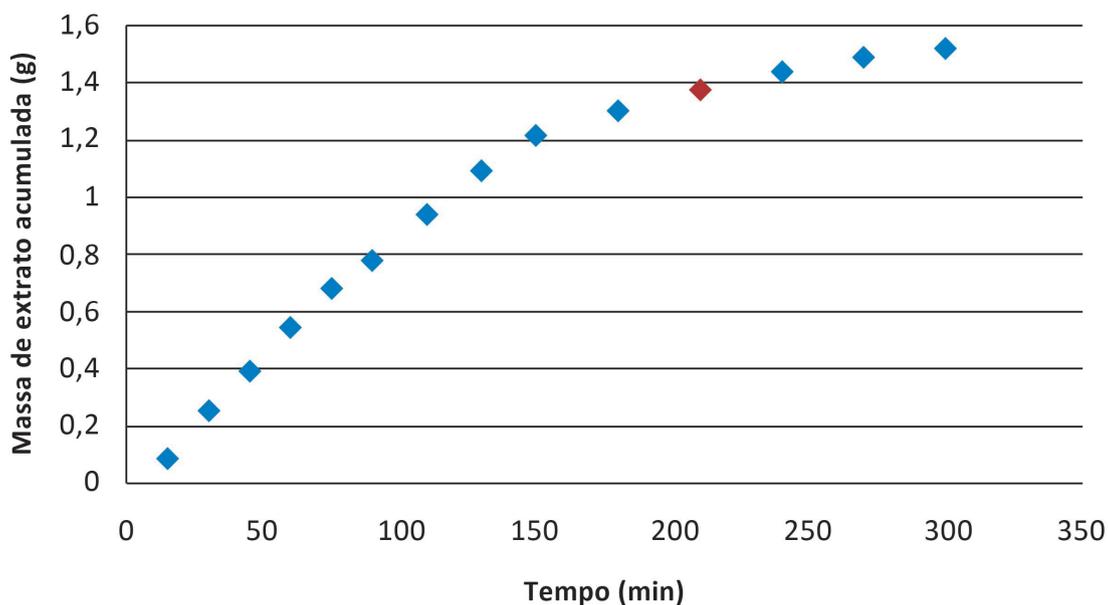


FIGURA 3 - Rendimento da ESC-CO<sub>2</sub> em relação ao tempo de extração para grão de café torrado.

TABELA 2 - Matriz experimental fatorial completa 3<sup>2</sup> para o rendimento de extrato do café torrado.

Temperatura (°C)	Pressão (bar)	Rendimento (%)
1	-1	3,7167
-1	-1	4,7796
1	0	7,2349
0	-1	4,8449
-1	0	6,0461
-1	1	7,2463
0	0	5,9657
0	1	7,4205
1	1	7,5243

TABELA 3 - Cálculo dos efeitos e respectivos índices estatísticos para a extração do café torrado.

	Efeito	Erro Padrão	Teste t de Student (3)	Nível p	-95%Limite de Confiança	95%Limite de Confiança
Média/Interações	6,086	0,226	26,973	0,00011	5,368	6,805
(1) Temperatura (°C) (L)	0,135	0,553	0,244	0,82322	-1,624	1,894
Temperatura (°C) (Q)	-0,014	0,479	-0,030	0,97802	-1,538	1,510
(2) Pressão (bar) (L)	2,950	0,553	5,337	0,01286	1,191	4,709
Pressão (bar) (Q)	0,493	0,479	1,031	0,37840	-1,030	2,017
1L e 2L	0,670	0,677	0,990	0,39499	-1,484	2,825

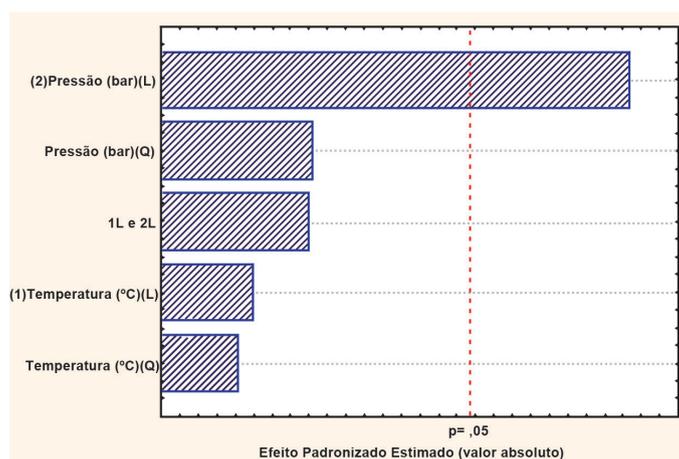


FIGURA 4 - Gráfico de Pareto para rendimento de extração do café torrado.

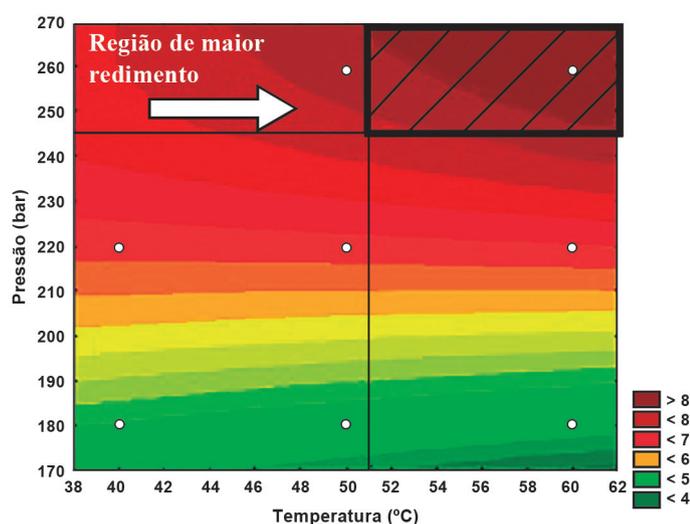


FIGURA 5 - Curvas de nível para os fatores Pressão e Temperatura do rendimento do café torrado.

Na Figura 5, é possível verificar que, com o aumento da Pressão e da Temperatura o rendimento de extrato aumenta após o processo supercrítico e encontra-se num nível máximo na região compreendida pela pressão de 245,8 a 270 bar e temperatura 50,8 a 62°C. O modelo para a extração supercrítica do café torrado é representado pela Equação 1 (Coeficiente de Correlação é de 0,9542).

$$\text{Rend} = 6,086 + 0,067 T - 0,007 T^2 + 1,475 P + 0,247 P^2 + 0,335 T.P \quad (1)$$

onde: Rend = Rendimento da extração supercrítica (g de extrato/ g de café torrado);  
T = Temperatura (°C) e P = Pressão (bar).

### 3.3 Extração do café verde

As extrações com o café verde seguiram as mesmas condições realizadas com o café torrado onde 20 gramas de café foram adicionados à câmara de extração e os resultados experimentais podem ser visualizados na Tabela 4.

Na Tabela 5, apresentam-se os valores obtidos para os efeitos referentes aos fatores Temperatura (°C) e Pressão (bar) na extração supercrítica realizada no café verde e seus respectivos índices estatísticos.

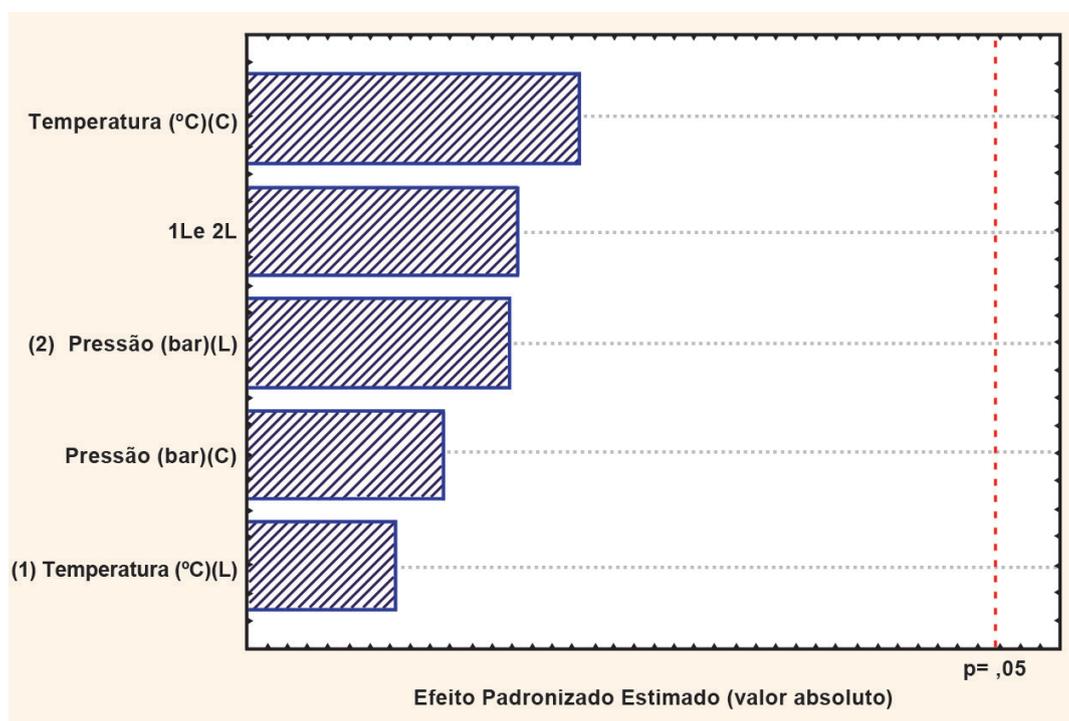
Analisando-se a Tabela 5 e a Figura 6 do gráfico de Pareto, verifica-se que nenhum dos fatores estudados (Pressão e Temperatura) se mostrou significativo, como é confirmado pelos índices estatísticos apresentados.

**TABELA 4** - Matriz experimental fatorial completa 3<sup>2</sup> para o rendimento de extrato do café verde.

Temperatura (°C)	Pressão (bar)	Rendimento (%)
1	-1	2,8322
-1	-1	2,2575
1	0	2,8352
0	-1	3,6770
-1	0	3,4108
-1	1	3,5019
0	0	3,5404
0	1	3,0801
1	1	3,2114

**TABELA 5** - Cálculo dos efeitos e respectivos índices estatísticos para a extração do café verde.

	Efeito	Erro Padrão	Teste t de Student (3)	Nível p	-95%Limite de Confiança	95%Limite de Confiança
Média/Interações	3,150	0,176	17,929	0,000378	2,59055	3,708673
(1) Temperatura (°C) (L)	-0,097	0,430	-0,226	0,835914	-1,46655	1,272284
Temperatura (°C) (Q)	0,424	0,373	1,139	0,337534	-0,76162	1,610284
(2) Pressão (bar) (L)	0,342	0,430	0,795	0,484535	-1,02718	1,711651
Pressão (bar) (Q)	0,169	0,373	0,453	0,681355	-1,01717	1,354734
1L e 2L	-0,433	0,527	-0,821	0,471881	-2,10979	1,244587



**FIGURA 6** - Gráfico de Pareto do rendimento de extração do café verde.

Através da Figura 7, observam-se as curvas de nível correspondentes à superfície de resposta gerada pelo modelo quadrático.

Na Figura 7, verifica-se que com o aumento da Pressão em uma região intermediária da Temperatura, o rendimento de extrato aumenta após o processo supercrítico e encontra-se num nível máximo, na região de processo compreendida pela pressão 212 a 270 e temperatura 42,1 a 53,3°C. O modelo para a extração supercrítica do café verde é representado pela Equação 2 (Coeficiente de Correlação é de 0,6985).

$$\text{Rend} = 3,145 - 0,048 T + 0,212 T^2 + 0,171 P + 0,084 P^2 - 0,216 T.P \quad (2)$$

onde: Rend = Rendimento da extração supercrítica (g de extrato/ g de café verde); T = Temperatura (°C) e P = Pressão (bar).

Os rendimentos encontrados nas extrações do café torrado de 7,52% e do café verde de 3,68% ficaram abaixo dos relatados na literatura devido às condições principalmente de

pressão e granulometria dos grãos. Albuquerque (2008) relata que a extração do café verde apresentou rendimentos superiores a 4% para grãos moídos a 16 mesh e 8% para grãos moídos em uma granulometria menor, utilizando 50°C de temperatura, 30 Mpa de pressão e um tempo de extração de 2h. Em outro trabalho, Araújo e Sandi (2006) obtiveram rendimentos entre 10 e 15% para a extração de grão de café verde e torrado respectivamente, com pressões de até 380 bar e temperatura de 70°C.

As análises cromatográficas empregadas nos extratos de café verde e torrados mostraram a presença de alcalóides, esteróis, flavonóides e compostos terpênicos. Nessas amostras não foram detectadas a presença de cumarinas e taninos.

Comparando os resultados obtidos no café torrado e no café verde, observou-se que existe uma diferença significativa no processo de extração supercrítica entre os cafés, observando um aumento médio no rendimento da extração de mais de 100% de extrato/g, entre os cafés verdes e torrados.

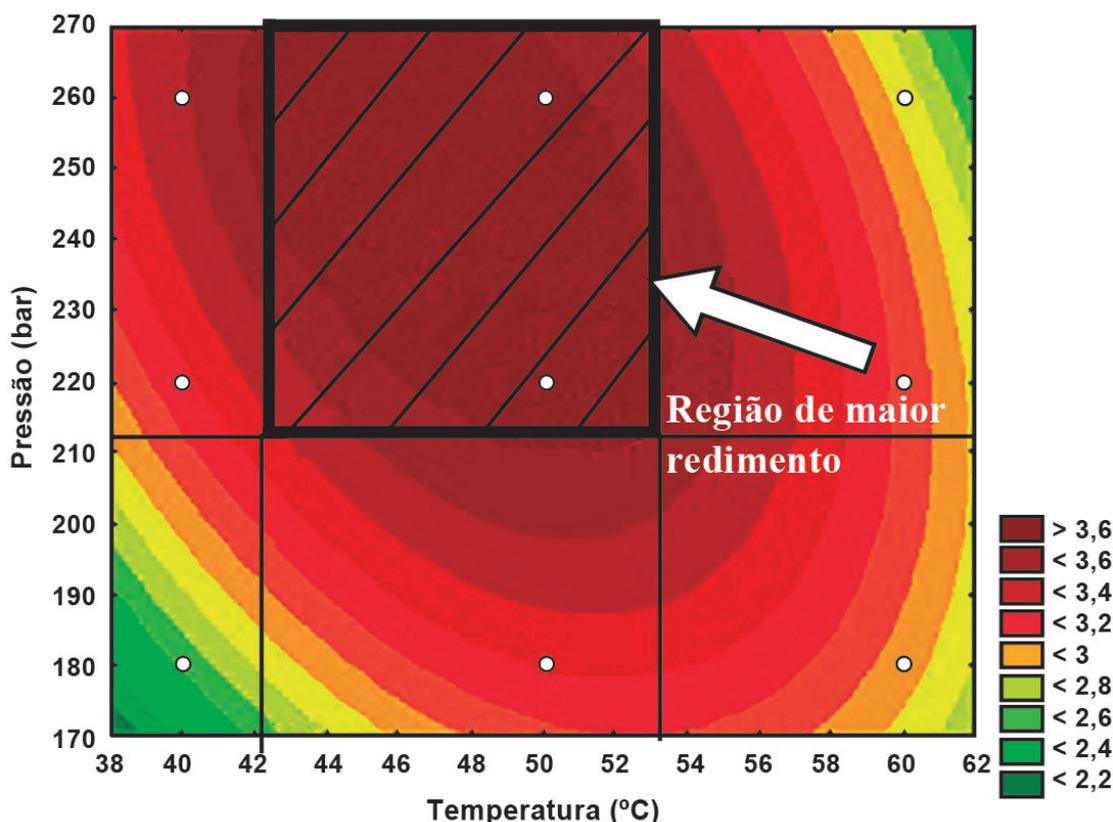


FIGURA 7 - Curvas de nível para os fatores Pressão e Temperatura do rendimento do café verde.

#### 4 CONCLUSÕES

Para o planejamento experimental da extração do óleo essencial do café, os resultados obtidos mostraram que apenas é significativo o efeito da pressão, quando se trata do café torrado enquanto que, para o café verde nenhum dos efeitos, tanto a pressão como a temperatura, foram significativos. O rendimento dos óleos nas melhores condições ficou em torno de 7,52% para o café torrado e 3,68% para o café verde.

#### 5 REFERÊNCIAS

- ALBUQUERQUE, C. L. C. **Extração supercrítica de matrizes vegetais oleaginosas:** rendimento global, cinética de extração, composição química e atividade antioxidante. 2008. 120 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.
- ARAÚJO, J. M. A.; SANDI, D. Extraction of coffee diterpenes and coffee oil using supercritical carbon dioxide. **Food Chemistry**, Oxford, v. 101, n. 3, p. 1087-1094, 2006.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE CAFÉ. **Produção mundial de café:** principais países produtores. Disponível em: <<http://www.abic.com.br>>. Acesso em: 30 ago. 2013.
- AZEVEDO, A. B. A. et al. Extraction of caffeine, chlorogenic acids and lipids from green coffee beans using supercritical carbon dioxide and co-solvents. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, São Paulo, v. 25, p. 543-552, 2008.
- CALVO, L.; TELLO, J.; VIGUERA, M. Extraction of caffeine from Robusta coffee (*Coffea canephora* var. Robusta) husks using supercritical carbon dioxide. **Journal of Supercritical Fluids**, Amsterdam, v. 59, p. 53-60, 2011.
- CRUZ, M. V. et al. Production of polyhydroxyalkanoates from spent coffee grounds oil obtained by supercritical fluid extraction technology. **Bioresource Technology**, London, v. 157, p. 360-363, 2014.
- DANG, Y. Y. et al. Preparative isolation and purification of six volatile compounds from essential oil of Curcuma wenyujin using high-performance centrifugal partition chromatography. **Journal Separation Science**, Weinheim, v. 33, n. 11, p. 1658-1664, 2010.
- FERREIRA, S. R. S.; DANIELSKI, L.; MICHIELIN, E. M. Z. Horsetail (*Equisetum giganteum* L.) oleoresin and supercritical CO<sub>2</sub>: experimental solubility and empirical data correlation. **Journal of Food Engineering**, Philadelphia, v. 78, p. 1054-1059, 2007.
- FERREIRA, S. R. S. et al. Composition profile of horsetail (*Equisetum giganteum* L.) oleoresin: comparing SFE and organic solvents extraction. **Journal of Supercritical Fluids**, Amsterdam, v. 33, p. 131-138, 2005.
- FERREIRA, S. R. S. et al. Supercritical fluid extraction from spent coffee grounds and coffee husks: antioxidant activity and effect of operational variables on extract composition. **Talanta**, Amsterdam, v. 88, p. 544-552, 2012.
- FRANÇA, L. F. et al. Supercritical extraction of carotenoids and lipids from buriti (*Mauritia flexuosa*), a fruit from the Amazon region. **Journal of Supercritical Fluids**, Amsterdam, v. 14, p. 247-256, 1999.
- HARBORNE, J. B. **Phytochemical methods:** a guide to modern techniques of plant analysis. 3<sup>rd</sup> ed. London: Chapman & Hall, 1998.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: IMESP, 2008. 99 p.
- LAROZE, L. E. et al. Extraction of antioxidants from several berries pressing wastes using conventional and supercritical solvents. **European Food Research and Technology**, Munique, v. 231, n. 5, p. 669-677, 2010.
- MAZZAFERA, P. et al. Extraction of green coffee oil using supercritical carbon dioxide. **Journal of Supercritical Fluids**, Amsterdam, v. 44, p. 186-192, 2008.
- MELO, M. M. R.; SILVESTRE, A. J. D.; SILVA, C. M. Supercritical fluid extraction of vegetable matrices: applications, trends and future perspectives of a convincing green technology. **Journal of Supercritical Fluids**, Amsterdam, v. 92, p. 115-176, 2014.
- MORAIS, S. A. L. et al. Análise química de café arábica (*Coffea arabica* L.) e grãos pretos, verdes e ardidos (pva) submetidos a diferentes graus de torração. **Coffee Science**, Lavras, v. 2, n. 2, p. 97-111, jul. 2007.
- NAIDU, M. M. et al. Studies on extraction and antioxidant potential of green coffee. **Food Chemistry**, Oxford, v. 107, p. 377-384, 2008.

- RAMSAY, M. E. et al. Processing rice bran by supercritical fluid extraction. **Food Technology**, Chicago, v. 45, p. 98-104, 1991.
- SALDAÑA, M. D. A.; MAZZAFERA, P.; MOHAMED, R. S. Extração dos alcalóides: cafeína e trigonelina dos grãos de café com  $\text{CO}_2$  supercrítico. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 17, p. 371-376, 1997.
- SANDI, D. **Extração e óleos e diterpenos do café com  $\text{CO}_2$  supercrítico**. 2003. 155 p. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2003.
- SCHOLZ, M. B. S. et al. Características físico-químicas de grãos verdes e torrados de cultivares de café (*coffea arabica L.*) do IAPAR. **Coffee Science**, Lavras, v. 6, n. 3, p. 245-255, 2011.
- SILVA, C. de B. et al. Desenvolvimento e avaliação preliminar da estabilidade de emulsão não-iônica O/A contendo óleo de café verde como potencializador de fator de proteção solar. **Revista Brasileira Farmácia**, Rio de Janeiro, v. 91, p. 82-88, 2011.
- SILVA, C. M. et al. Optimization of the supercritical fluid coextraction of oil and diterpenes from spent coffee grounds using experimental design and response surface methodology. **Journal of Supercritical Fluids**, Amsterdam, v. 85, p. 165-172, 2014.
- SOUZA, R. M. N. et al. Teores de compostos bioativos em cafês torrados e moídos comerciais. **Química Nova**, São Paulo, v. 33, p. 885-890, 2010.
- SOUZA, T. J. T. et al. Composição química e atividade antioxidante do óleo volátil de *Eupatorium polystachyum* DC. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, João Pessoa, v. 17, n. 3, p. 368-372, set. 2007.
- STAHL, E.; SCHILZ, W. Mikroanalytische untersuchungen zur Löslichkeit von Naturstoffen in überkritischem Kohlendioxid. **Talanta**, Amsterdam, v. 26, n. 8, p. 675-679, 1979.
- TRUGO, L. C.; MACRAE, R. Application of high performance liquid chromatography to the analysis of some non-volatile coffee components. **Archivos Latinoamericanos de Nuticion**, Caracas, v. 39, n. 1, p. 97-107, 1989.
- TURATTI, J. M. Extração e caracterização de óleo de café. In: SIMPÓSIO DE PESQUISA DOS CAFÉS DO BRASIL, 2., 2001, Vitória. **Resumos Expandidos...** Brasília: EMBRAPA-Café, 2001. p. 1533-1539.
- VASAPOLLO, G. et al. Innovative supercritical  $\text{CO}_2$  extraction of Lycopene from tomato in the presence of vegetable oil as co-solvent. **Journal of Supercritical Fluids**, Amsterdam, v. 29, n. 1/2, p. 87-96, 2004.