

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ**  
**MESTRADO PROFISSIONAL EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

**MARCELO ZUCHI SANCHES**

**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E SENSORIAIS  
DE ÓLEO DE CAFÉ TORRADO (*Coffea arabica*) DURANTE ARMAZENAMENTO  
EM DIFERENTES TEMPERATURAS**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**LONDRINA**  
**2016**

MARCELO ZUCHI SANCHES

**AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E SENSORIAIS  
DE ÓLEO DE CAFÉ TORRADO (*Coffea arabica*) DURANTE ARMAZENAMENTO  
EM DIFERENTES TEMPERATURAS**

Dissertação apresentada ao programa de Mestrado Profissional em Tecnologia de Alimentos, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lyssa Setsuko Sakanaka.

LONDRINA  
2016

## TERMO DE LICENCIAMENTO

Esta Dissertação está licenciada sob uma Licença Creative Commons *atribuição uso não-comercial/compartilhamento sob a mesma licença 4.0 Brasil*. Para ver uma cópia desta licença, visite o endereço <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/> ou envie uma carta para Creative Commons, 171 Second Street, Suite 300, San Francisco, Califórnia 94105, USA.



Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Biblioteca UTFPR - Câmpus Londrina

- S211a Sanches, Marcelo Zuchi  
 Avaliação das características físico-químicas e sensoriais de óleo de café torrado (*Coffea arabica*) durante armazenamento em diferentes temperaturas / Marcelo Zuchi Sanches. - Londrina : [s.n.], 2016.  
 68 f. : il. ; 30 cm.
- Orientadora: Profª Drª Lyssa Setsuko Sakanaka  
 Dissertação (Mestrado) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná.  
 Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. Londrina, 2016.  
 Bibliografia: f. 58-62.
1. Óleos vegetais. 2. Físico-química - Análise. 3. Viscosidade. 4. Análise cromatográfica. I. Sakanaka, Lyssa Setsuko, orient. II. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. III. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. IV. Título.

CDD: 664

## FOLHA DE APROVAÇÃO

Título da Dissertação Nº 52

### AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E SENSORIAIS DE ÓLEO DE CAFÉ TORRADO (*Coffea arabica*) DURANTE ARMAZENAMENTO EM DIFERENTES TEMPERATURAS

por

**Marcelo Zuchi Sanches**

Esta dissertação foi apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de MESTRE EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS – Área de Concentração: Tecnologia de Alimentos, pelo Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos – PPGTAL – da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – Câmpus Londrina às 13h30min. de 12 de dezembro de 2016. O trabalho foi aprovado pela Banca Examinadora, composta por:

---

Dra. Lyssa Setsuko Sakanaka  
UTFPR Câmpus Londrina  
Membro Examinador Titular

---

Dra. Isabel Craveiro Moreira Andrei  
UTFPR - Câmpus Londrina Orientador

---

Dra. Amélia Elena Terrile  
UTFPR Câmpus Londrina  
Membro Examinador Titular

Visto da coordenação:

---

Prof. Dr. Fábio Augusto Garcia Coró  
(Coordenador do PPGTAL)

A folha de aprovação assinada encontra-se arquivada na secretaria do Programa de PósGraduação em Tecnologia de Alimentos – PPGTAL.

## AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus.

À minha Orientadora Professora Dr<sup>a</sup> Lyssa, que esteve presente em todas as fases deste projeto, me apoiando e incentivando, também agradeço sua paciência com minhas deficiências.

Ao Sr. Edson M. Yajima gerente da qualidade e Sr. Ulisses Colonheze chefe da qualidade, pela disponibilização de amostras de óleo de café torrado e pela disposição do uso do equipamento de cromatografia gasosa e materiais diversos utilizados nas realização deste estudo.

Ao Professor Dr. David da Silva Simeão e seu estagiário Eduardo Henrique Giraldi por colaborar com este projeto nas análises reológicas do óleo.

Ao Cléber da Cia Cacique, que foi fundamental e preciso nas análises cromatográficas.

À Coordenação do PPGTAL - Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos da UTFPR e ao Corpo docente.

À meu grande colega Ermelindo, sempre prestativo e perfeito com sua ajuda.

À Érika Watanabe, sempre presente com seus conhecimentos, companheira de elaboração de trabalhos desde a graduação e durante o mestrado.

Aos Companheiros de Serviço da Cia Cacique, pelo indispensável apoio, em especial aos parceiros de turno, Luís, Alexandre, Cristiano e Rodrigo.

À todos os estagiários da UTFPR, do colégio Polivalente e da Cia Cacique, em especial, Luciana Shiga, Milena Poças, Wendel Moretti e Jeferson, que contribuíram de maneira significativa para a realização deste projeto.

Agradeço a minha esposa Sarine pelo apoio nos momentos difíceis que enfrentei e ao meu filho Francisco, razão de todos meus esforços.

À todos cujos nomes não foram citados, mas que contribuíram para que este trabalho fosse realizado.

## RESUMO

SANCHES, Marcelo Zuchi. **Avaliação das características físico-químicas e sensoriais de óleo de café torrado (*Coffea arabica*) durante armazenamento em diferentes temperaturas.** 68 páginas. Dissertação (Mestrado Profissional em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2016.

A vida útil de um óleo vegetal depende de algumas variáveis que envolvem desde o cultivo, extração, transporte e, principalmente, o armazenamento dos grãos. Os processos de oxidação são responsáveis pela redução da vida útil das matérias-primas lipídicas. Dentre os processos de oxidação, a rancidez é a principal alteração que ocorre, resultando em modificações consideráveis na qualidade final e sensorial dos óleos vegetais e determinando, de uma forma direta, a vida útil do mesmo. A auto oxidação, a polimerização térmica ou a oxidação térmica também são alterações químicas que ocorrem nos óleos vegetais, sendo essas reações aceleradas pelo mal armazenamento e também pelo calor. O óleo de café torrado é um produto de altíssimo valor agregado, uma vez que seu valor de mercado é muito maior que a matéria-prima principal, o café. Assim sendo, o objetivo deste estudo foi avaliar as características físico-químicas do óleo de café torrado (*Coffea arabica*) no período de 12 meses, armazenados sob refrigeração e temperatura ambiente. Na análise de acidez não houve grande variação devido à degradação da lipase durante o processo de torra dos grãos de café, o índice de peróxidos mostrou-se crescente durante armazenamento, no entanto, manteve-se dentro do limite estabelecido pela legislação atual, que é de no máximo 15 mEq kg<sup>-1</sup>. O índice de iodo e de refração apresentaram aumento no tempo T6 e um leve decréscimo no tempo final (T12) devido a uma pequena mudança nas configurações dos ácidos graxos. O índice de saponificação a partir do sexto mês elevou-se devido a um aumento na quantidade de ácidos graxos de menor massa molecular e o teor de cafeína manteve-se constante, sem variações significativas, enquanto a densidade elevou-se em ambas as temperaturas devido às interações moleculares. Os compostos aromáticos mostraram-se mais estáveis em temperatura de refrigeração durante seis meses de armazenamento. A análise cromatográfica demonstrou que ocorrem alterações nos ácidos graxos, sendo destaque as alterações nos ácidos graxos oleico e linoleico. A viscosidade do óleo de café apresentou variação apenas sob refrigeração, consequência da formação de cristais (polimorfismo). Nos dois testes sensoriais realizados, as amostras não diferiram significativamente entre si ao nível de significância de 5%. De forma geral, o óleo de café demonstrou estabilidade e condições de uso nas duas temperaturas de armazenamento (6 °C ± 2 °C e 25 °C ± 2 °C) durante o período de 12 meses.

**Palavras-chave:** Armazenamento refrigerado. Vida útil. Viscosidade. Cromatografia Gasosa.

## ABSTRACT

SANCHES, Marcelo Zuchi. **Evaluation of physico-chemical and sensory characteristics of roasted coffee oil (*Coffea arabica*) stored at different temperatures.** 68 pages. Dissertation (Professional Master in Food Technology) - Federal Technological University of Paraná. Londrina, 2016.

The shelf life of a vegetable oil depends on some variables which involves steps from cultivation, extraction, transport and, mainly, storage. Oxidation processes are responsible for reducing the useful life of the lipid raw materials. Among the oxidation processes, rancidity is the main alteration that occurs, resulting in considerable changes in the final and sensorial quality of the vegetable oils and determining, in a direct way, its shelf life. Auto oxidation, thermal polymerization or thermal oxidation are also chemical changes that occur in vegetable oils, and these reactions are accelerated by poor storage and by heat. Roasted coffee oil is a product of very high added value, since its market value is much higher than the main raw material, coffee. Therefore, the objective of this study was to evaluate the physicochemical characteristics of roasted coffee oil (*Coffea arabica*) in a period of 12 months, stored under refrigeration and at room temperature. In the analysis of acidity there was no great variation due to the low amount of lipase in the oil, the peroxide index increased during storage, however, it remained within the limit established by the current legislation, which is a maximum of 15 mEq kg<sup>-1</sup>. The iodine and refractive index showed an increase after six months and a small decrease after twelve months of storage due to small changes in fatty acid configurations. The saponification index after sixth months increased due to an increase in the amount of fatty acids with low molecular weight and the caffeine content remained constant, without significant variations, while density increased in both temperatures, due to molecular interactions. Aromatic compounds were more stable at refrigeration temperature during six months of storage. Chromatographic analysis demonstrated changes occurring with fatty acids, where one can notice changes in oleic and linoleic fatty acids. The viscosity of the coffee oil varied only under refrigeration, due to the formation of crystals (polymorphism). Sensory tests demonstrated that the samples did not differ significantly from each other at a significance level of 5%. In general, coffee oil showed stability and conditions of use at both storage temperatures (6 °C ± 2 °C and 25 °C ± 2 °C) during the 12 month period.

**Keywords:** Refrigerated storage. Shelf life. Viscosity. Gas chromatography.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> Esquema da extração de óleo de café torrado brasileiro por expulsão mecânica aplicada pela empresa Cocam.....	20
<b>Figura 2</b> Quantificação de Diterpenos totais em óleo de café torrado.....	22
<b>Figura 3</b> Mecanismo da reação oxidativa em lipídios: RH, ácido graxo insaturado; R•, radical de ácido graxo; ROO•, radical peroxila e ROOH, hidroperóxido.....	23
<b>FIGURA 4</b> Índice de acidez ( $\text{MgKOH g}^{-1}$ ), dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	35
<b>FIGURA 5</b> Índice de peróxido ( $\text{mEq Kg}^{-1}$ ), dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	37
<b>FIGURA 6</b> Índice de lodo ( $12 \text{ } 100 \text{ g}^{-1}$ ), dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	38
<b>FIGURA 7</b> Índice de Saponificação ( $\text{mg KOH g}^{-1}$ ), dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	39
<b>FIGURA 8</b> Teor de umidade (%), dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	41
<b>FIGURA 9</b> Índice de refração, dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	42
<b>FIGURA 10</b> Densidade ( $\text{g L}$ ), dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	44



<b>FIGURA 11</b> Exemplo de cromatograma obtido na análise do óleo de café torrado Coffea Arabica, no tempo inicial T0.....	46
<b>FIGURA 12</b> Teor de cafeína (%), dos óleos de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses.....	50
<b>FIGURA 13</b> Análise da viscosidade do óleo de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses, sob temperatura de 25 °C em BOD.....	54
<b>FIGURA 14</b> Análise da viscosidade do óleo de café torrado Coffea arabica armazenados durante 12 meses, sob temperatura de refrigeração 6 °C.....	55

**LISTA DE TABELAS**

<b>Tabela 1</b> Valores médios do perfil dos ácidos graxos em % de área, nas amostras de óleo de café torrado <i>Coffea arabica</i> , no tempo 0 comparado a literatura.....	45
<b>Tabela 2</b> Perfil dos ácidos graxos (em % de área) das amostras de óleo de café torrado <i>Coffea arabica</i> armazenadas durante 12 meses em B.O.D. à 25°C ± 2°C.....	48
<b>Tabela 3</b> Perfil dos ácidos graxos (em % de área) das amostras de óleo de café torrado <i>Coffea arabica</i> armazenadas durante 12 meses sob refrigeração à 6°C ± 2°C.....	49
<b>Tabela 4</b> Compostos voláteis identificados, nas amostras de óleo de café torrado <i>Coffea arabica</i> .....	51

**ABREVIATURAS**

BOD	Demanda bioquímica de oxigênio
EMAGs	Ésteres metílicos de ácidos graxos
FAME	<i>Fatty Acid Methyl Ester</i> (ésteres metílicos de ácidos graxos)
RDC	Resolução da Diretoria Colegiada
T0	Tempo inicial – 0 meses
T1	1 mês
T2	2 meses
T3	3 meses
T4	4 meses
T5	5 meses
T6	6 meses
T7	7 meses
T8	8 meses
T9	9 meses
T10	10 meses
T11	11 meses
T12	12 meses

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>14</b>
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	<b>16</b>
2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	16
<b>3 REFERENCIAL TEÓRICO</b> .....	<b>17</b>
3.1 HISTÓRIA DO CAFÉ.....	17
3.2 <i>Coffea arabica</i> .....	18
3.3 ÓLEO DE CAFÉ TORRADO .....	19
3.3.1 Extração do óleo de café .....	20
3.3.2 Matéria insaponificável .....	21
3.4 OXIDAÇÃO LIPÍDICA.....	22
3.5 PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS DOS ÓLEOS VEGETAIS .....	23
3.6 COMPOSTOS VOLÁTEIS DO ÓLEO DE CAFÉ TORRADO .....	24
<b>4 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS</b> .....	<b>25</b>
4.1 MATERIAL .....	25
4.2 MÉTODOS .....	25
4.2.1 Índice de Acidez .....	26
4.2.2 Índice de Peróxido.....	26
4.2.3 Índice de iodo .....	27
4.2.4 Índice de Saponificação .....	28
4.2.5 Umidade .....	28
4.2.6 Índice de Refração .....	29
4.2.7 Densidade .....	29
4.2.8 Transesterificação dos triglicerídeos .....	29
4.2.9 Cromatografia dos ésteres metílicos de ácidos graxos .....	30
4.2.10 Determinação de compostos aromáticos do óleo de café torrado.....	30
4.2.11 Determinação de cafeína .....	31
4.2.12 Análise da Viscosidade .....	31
4.2.13 Análise Sensorial.....	32
4.3 TRATAMENTO DOS DADOS .....	33
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>34</b>
5.1 ÍNDICE DE ACIDEZ .....	34
5.2 ÍNDICE DE PERÓXIDO .....	36

5.3 ÍNDICE DE IODO .....	37
5.4 ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO .....	39
5.5 UMIDADE .....	40
5.6 ÍNDICE DE REFRAÇÃO .....	42
5.7 DENSIDADE .....	43
5.8 CROMATOGRAFIA DOS ÉSTERES METÍLICOS DE ÁCIDOS GRAXOS .....	44
5.9 TEOR DE CAFEÍNA .....	50
5.10 DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS VOLÁTEIS DO ÓLEO DE CAFÉ TORRADO .....	51
5.11 ANÁLISE DA VISCOSIDADE .....	53
5.12 ANÁLISE SENSORIAL .....	55
<b>6 CONCLUSÃO .....</b>	<b>57</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>58</b>
<b>ANEXO A .....</b>	<b>63</b>
<b>ANEXO B .....</b>	<b>64</b>
<b>ANEXO C .....</b>	<b>68</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A vida útil de um óleo vegetal depende de algumas variáveis que envolvem desde o cultivo, extração, transporte e, principalmente, o armazenamento dos grãos de café. Os processos de oxidação são responsáveis pela redução da vida útil das matérias-primas lipídicas. Nos processos de oxidação, a rancidez é a principal alteração que ocorre, resultando em modificações consideráveis na qualidade final e sensorial dos óleos vegetais, e determinando, de uma forma direta, a vida útil do mesmo. A auto oxidação, a polimerização térmica ou a oxidação térmica, também são alterações químicas que ocorrem nos óleos vegetais, sendo essas reações aceleradas pelo mal armazenamento e também pelo calor (FILHO et al., 2014).

A oxidação dos lipídios em café inicia-se desde seu processamento e provoca perda de qualidade do produto e derivados, com o aparecimento de sabores indesejáveis (PADUA et al., 2002). Turati (2001) relata a similaridade entre a composição dos ácidos graxos do óleo de café torrado, com os dos óleos vegetais comestíveis; no entanto, o óleo de café, mesmo quando extraído de grãos de boa qualidade, não é utilizado como óleo comestível, devido à grande dificuldade de refino. Esta dificuldade de refino pode estar associada à presença de grandes quantidades de matéria insaponificável, monoésteres de cafestol e caveol, podendo variar entre 12% a 14%, dependendo do tipo de processamento que os grãos são submetidos (LAGO e ANTONIASSI, 2000).

O óleo de café torrado é um produto de altíssimo valor agregado, uma vez que seu valor de mercado é muito maior que a matéria-prima principal, o café. Este alto valor faz com que as indústrias processadoras de café invistam na modernização de extração e conservação dessa matéria-prima. A grande vantagem da extração do óleo de café torrado se dá pelo fato de que não se perde a matéria-prima, o café, que por sua vez acaba sendo incorporado ao café torrado e moído mesmo sem a fração lipídica.

Atualmente, existem poucos estudos abordando as transformações físico-químicas do óleo de café torrado durante o armazenamento, uma vez que esta matéria-prima é utilizada para formulação de outros alimentos, como gomas, balas, confeitos e sorvetes.

Em termos de comercialização, a legislação brasileira atual (RDC nº 270, 2005) exige, para óleos prensados a frio, apenas duas análises físico-químicas: acidez e o índice de peróxidos. No entanto, existem outras análises que podem indicar o estado de alteração dos óleos, e também fornecer informações importantes para a indústria que irá processar esta matéria-prima. Além disso, as indústrias que utilizam o óleo de café torrado como matéria-prima, para o desenvolvimento de outros alimentos, buscam, cada vez mais de seus fornecedores, parâmetros indicativos de qualidade da mesma.

Propriedades reológicas dos alimentos também são importantes para as indústrias que trabalham com o desenvolvimento de equipamentos, pois dependem de informações sobre parâmetros como a viscosidade e a densidade, para a fabricação e otimização de equipamentos.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar as alterações de propriedades do óleo de café arábica torrado, utilizando análises físico-químicas, reológicas, cromatográficas e sensoriais, durante o armazenamento por 12 meses em duas temperaturas, a saber: acidez, índice de peróxidos, índice de iodo, índice de saponificação, índice de refração, umidade e análise cromatográfica. Com base neste conjunto de análises, é possível, não só garantir a qualidade da matéria-prima, como determinar a vida útil deste óleo para posterior utilização, sem que o mesmo interfira na composição e qualidade do produto final.

## 2 OBJETIVOS

Acompanhar as alterações dos parâmetros físico químicos, voláteis e cromatográficos do óleo de café torrado (*Coffea arabica*), no período de 12 meses, armazenados em *Vasoflexs*, condicionados sob refrigeração (6 °C) e temperatura ambiente (25 °C).

### 2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analisar mensalmente as características físico-químicos (acidez, peróxido, iodo, saponificação, umidade, densidade e refração) dos óleos de café torrados durante o armazenamento a 6 °C e a 25 °C;
- Quantificar o teor de cafeína nos tempos 0, 6 e 12 meses de armazenamento;
- Qualificar e quantificar os ácidos graxos presentes, através de cromatografia gasosa e, nos tempos 0, 6 e 12 meses de armazenamento;
- Analisar e qualificar os compostos voláteis nos tempos 0 e 6 meses de armazenamento;
- Realizar análise sensorial.
- Discutir os dados coletados baseado na análise estatística.



### 3 REFERENCIAL TEÓRICO

#### 3.1 HISTÓRIA DO CAFÉ

De acordo com alguns historiadores, os árabes foram os primeiros habitantes a utilizar o café como bebida, por volta do século XV. Algumas sementes coletadas na Etiópia, centro de origem ou de diversificação e dispersão da variedade *Coffea arabica*, também foram cultivadas pelos árabes. No entanto, os holandeses foram os primeiros europeus que a cultivaram na Indonésia, a partir de 1690. Em 1718, algumas mudas e sementes foram levadas para o Suriname, e já em 1722 seguidas para a Guiana; foi pelas mãos de Francisco Melo Palheta, em 1727, que chegaram as primeiras sementes e mudas ao Brasil, na região do Pará. O café teve uma boa adaptação e comercialização no Pará e, por volta de 1731, começava a ser plantado na região que circundava Belém (TAUNAY, 1939).

No começo do século XIX, houve um desinteresse pelo cultivo do cafeeiro, assim a produção de café começava a migrar para outros estados, como Rio de Janeiro, Paraná, São Paulo e Minas Gerais. O crescimento na produção cafeeira foi lento até 1945, em consequência das duas guerras mundiais, e também da quebra da bolsa de Nova Iorque, em 1929, quando, em função dos grandes estoques, a forte crise econômica mundial e os baixos preços do produto, milhões de sacas tiveram que ser queimadas. Já na década de 50 e 60, a cafeicultura brasileira viveu seu apogeu; como os estoques mundiais estavam baixos e os preços internacionais favoreciam as exportações, naquele momento, o plantio do café era visto com bons olhos pelos agricultores e governantes (TAUNAY, 1939).

Em 2013, o consumo interno de café no Brasil registrou uma retração de 1,23%, mas em 2014 houve uma ligeira recuperação de 1,24%. O consumo *per capita* também registrou ligeiramente um aumento, passando a 4,89 kg/habitante/ano de café torrado e moído (6,12 kg de café cru em grão), e o equivalente a 81 litros/habitante/ano. Segundo as pesquisas realizadas, o café encontra-se presente em 98,2% dos lares brasileiros, sendo que os lares possuem em média 3,4 pessoas, das quais 2,8 bebem café. As regiões onde o consumo mais cresceu em 2014 foram: Nordeste (+ 9,1%), o Sul (+ 8,8%) e o Centro Oeste

(+7,8%). O café em pó representou 86,4% em valor, do total consumido, enquanto o segmento relativamente novo das cápsulas alcançou 1,7%, ampliando em 54% as vendas, em valor em relação a 2013. Devido às altas temperaturas registradas em 2014, houve uma previsão de quebra da safra brasileira, com isso as cotações internas e mundiais se elevaram acentuadamente. O café arábica teve um aumento de preço em média, 58%, enquanto o robusta aumentou 22%. As vendas do setor em 2014 podem ter alcançado R\$ 7,0 bilhões (ABIC, 2014).

Em 2016, as vendas no setor apresentaram altos índices, no entanto, as previsões para o próximo ano não são boas, devido às condições climáticas desfavoráveis (seca, má distribuição das chuvas e altas temperaturas) que afetaram a maioria das lavouras, reduzindo os estoques de todo o país. Atualmente o café arábica é responsável por 80% da produção total brasileira (CONAB, 2016)

### 3.2 *Coffea arabica*

Apesar das inúmeras espécies de café cultivadas no mundo, no Brasil, cultivam-se apenas duas: o café Arábica (*Coffea arabica*) e o café Robusta (*Coffea canephora*). Cada espécie possui um grande número de variedades e linhagens. O café robusta é originário da África, tem um trato mais rude e pode ser cultivado em altitudes mais baixas, não possui sabores variados e refinados como o arábica, sua acidez é mais baixa e, devido a seu alto teor de sólidos solúveis, é mais utilizado na produção de cafés solúveis; no entanto, seu teor de cafeína é maior do que nos arábicas. O arábica produz cafés com qualidade superior ao robusta, sensorialmente mais finos e requintados, e normalmente é cultivado em regiões com altitude acima de 800 metros, e é originário do Oriente. É uma espécie tetraplóide com  $2n = 4$  cromossomos, auto fértil, apresentando de 7 a 15% de fecundação cruzada, devido a insetos, ventos e outros agentes (TOLEDO e BARBOSA, 1998).

Apesar de apresentar uma produtividade baixa em relação ao robusta, o café arábica possui algumas características sensoriais que agradam mais o mercado internacional, o que justifica o seu alto valor por saca (PIMENTA, 2003).

No que diz respeito à fração lipídica, a espécie arábica também é a mais utilizada para extração do óleo de café torrado, por apresentar um conteúdo graxo

maior que a espécie robusta (QUAST e AQUINO, 2004). O tipo de secagem aplicado na pós-colheita pode interferir no teor de óleo, sendo que o café seco em pátio apresenta os maiores teores de óleo (PIMENTA, 2003).

### 3.3 ÓLEO DE CAFÉ TORRADO

O óleo de café é composto, em sua maior parte, por triglicerídeos, que podem ser extraídos por meio de solventes químicos ou por meios mecânicos com a eliminação quase que total do teor de umidade durante o processo de torra (WAGEMAKER, 2009).

Uma das características mais marcantes do óleo de café torrado é o potencial aromático, Oliveira et al. (2005), utilizando a técnica de cromatografia gasosa, identificaram muitos hidrocarbonetos aromáticos e outros como: pirazinas, furanos e cetonas.

O teor de óleo presente nos cafés cru e torrado (*Coffea arábica*) são, respectivamente, 11,4% e 15,4%. O óleo de café torrado possui em sua composição uma grande quantidade de ácidos graxos insaturados (linoleico 40,3%; oleico 10,2% e linolênico 1,1%) enquanto que saturados representam cerca de 48,4% (palmítico 34,5%; Esteárico 8,9%; Araquídico 4,0%; Eicosenóico 0,3% e Behêmico 0,7%). A composição de ácidos graxos encontrados no óleo de café torrado não apresenta variações consideráveis, quando comparado ao óleo de café cru (TURATTI, 2001).

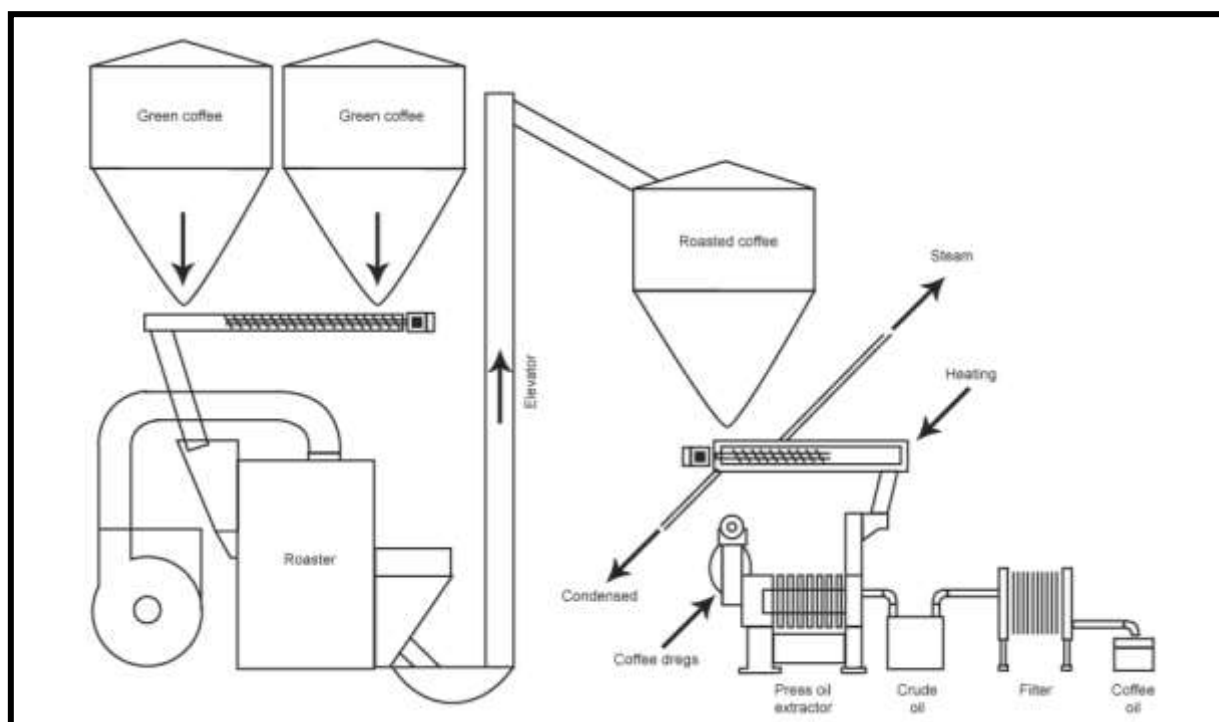
O óleo de café torrado é rico em pigmentos marrons escuros, decorrentes das transformações bioquímicas ocorridas durante a torrefação (OLIVEIRA et al., 2005), o que pode dificultar a visualização do ponto de viragem em algumas análises físico-químicas. Outro aspecto importante que deve ser levado em conta, são os compostos voláteis presentes no café, sendo que, em torno de 800 compostos já foram citados na literatura, e alguns compostos heterocíclicos têm sido considerados de alto impacto para o aroma do café, dentre estes, destacam-se o 2-furil-metanotiol, ocaveofurano, o N-furil-2-metil-pirrol, o 2- etilfurano, o N-etil-2-formil-pirrol, a tiobutirolactona e o 2-acetil-3-metil-tiofeno (OLIVEIRA, 2001; OLIVEIRA et al., 2005).

O óleo de café vem sendo muito utilizado para enriquecer a qualidade aromática do café solúvel liofilizado, e também pode minimizar a incidência de pó

fino, quando adicionado ao café solúvel *spray dried*. Outra utilização de óleo de café é a adição nas formulações de balas, gomas, doces e bolos, não sendo muito comum no Brasil, pelo alto valor de comercialização desta matéria-prima (CIA IGUAÇÚ DE CAFÉ SOLÚVEL, 2000).

### 3.3.1 Extração do óleo de café

O óleo de café torrado é comercialmente obtido por prensagem a frio dos grãos torrados. A Figura 1 apresenta o diagrama do processo de prensagem de óleo de café torrado usado pela maioria das indústrias brasileiras de beneficiamento de café.



**FIGURA 1:** Esquema da extração de óleo de café torrado brasileiro por expulsão mecânica aplicada pela empresa Cocam.

Fonte: OLIVEIRA et al., 2005.

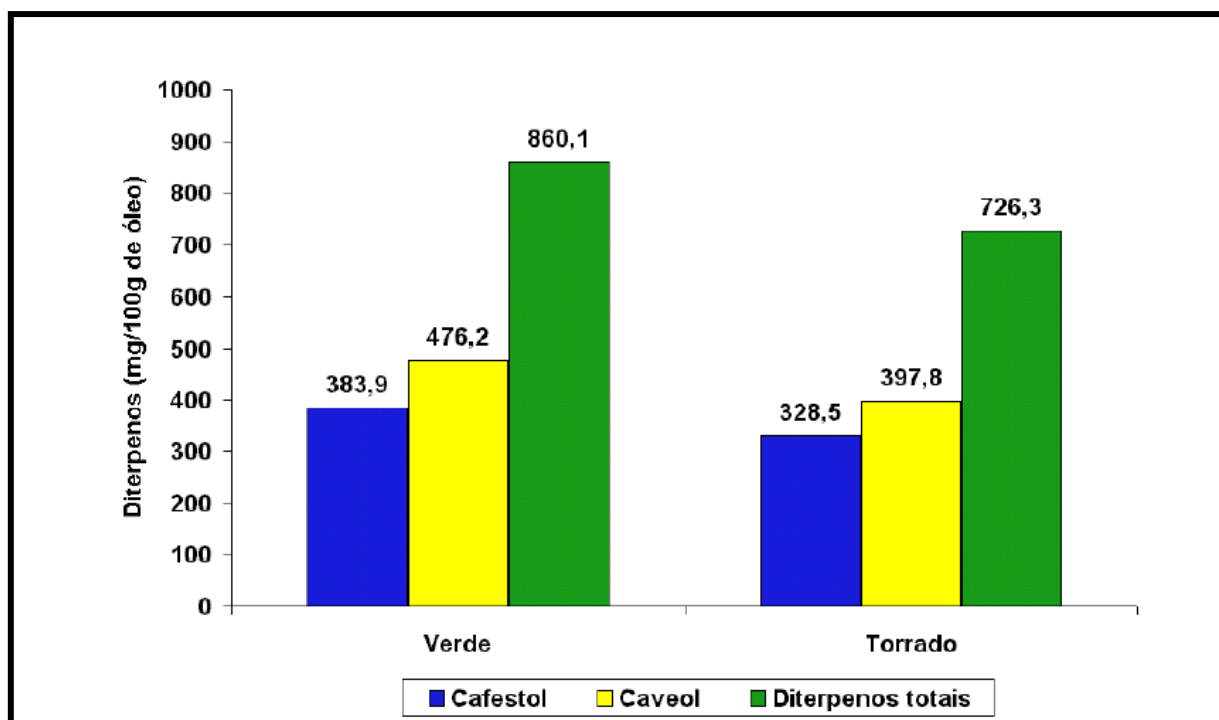
Turatti (2001) obteve um rendimento de 10,5% durante extração do óleo de café torrado, utilizando prensa *Mazziero*, sendo observado que existe um grande aumento de rendimento em relação à extração do óleo de café cru, devido à migração do óleo do interior do grão para a parte externa por microfissuras formadas durante a torra e também a eliminação quase total do teor de umidade do grão, o que facilita, e torna a extração a frio do óleo de café torrado mais eficiente.

O óleo de café, mesmo quando extraído de grãos de boa qualidade, não é utilizado como óleo comestível devido à grande dificuldade de refino. Esta dificuldade de refino pode estar ligada à presença de grandes quantidades de matéria insaponificável, monoésteres de cafestol e caveol (LAGO e ANTONIASSI, 2000). A grande maioria dos óleos e gorduras destinadas ao consumo humano é submetida ao refino, cuja finalidade é uma melhora de aparência, odor e sabor (JORGE, 2009), sendo inviável no óleo de café devido às suas principais características estarem relacionadas à matéria insaponificável.

### 3.3.2 Matéria insaponificável

O material insaponificável dos lipídios engloba os constituintes que após a saponificação se tornam solúveis em solventes orgânicos, sendo que, a proporção de matéria insaponificável de um lipídio depende da origem vegetal, dos processamentos no qual foi submetido e a forma de extração. Dentre os constituintes presentes encontram-se hidrocarbonetos, esteróis, carotenóides e vitaminas lipossolúveis. A análise e a quantificação deste material insaponificável pode fornecer parâmetros para identificação de fraudes em óleos (JORGE, 2009).

A quantidade de matéria insaponificável encontrada nos óleos vegetais, normalmente encontra-se ao redor de 1%, enquanto que para o café, essa quantidade de matéria insaponificável é muito alta, variando entre 12,51 a 14,84% para óleo de café cru e torrado, e de 6 a 13% para o óleo da borra de café (LAGO e ANTONIASSI, 2000). No material insaponificável do óleo de café, predominam os álcoois diterpênicos e seus ésteres (LAGO, 2001).



**FIGURA 2:** Quantificação de Diterpenos totais em óleo de café torrado.  
**Fonte:** SANDI, 2003.

Dentre os diterpenos presentes no café predominam o cafestol e caveol que são produzidos unicamente por plantas do gênero *Coffea*. Estes diterpenos possuem a capacidade de degradar toxinas, dentre elas a aflatoxina B, além disso, alguns estudos têm demonstrado algumas propriedades antioxidantes, anticarcinogênicas e antiinflamatórias. Atualmente, no Brasil, o óleo de café cru é comercializado com a função de protetor solar (BENASSI et al., 2010). SANDI (2003), utilizando gás carbônico supercrítico para extração do óleo de café torrado, quantificou os diterpenos cafestol e caveol presentes no óleo (Figura 2), podendo ser observado que o processo de torra do café além de acelerar a oxidação lipídica, também diminui a quantidade de diterpenos totais.

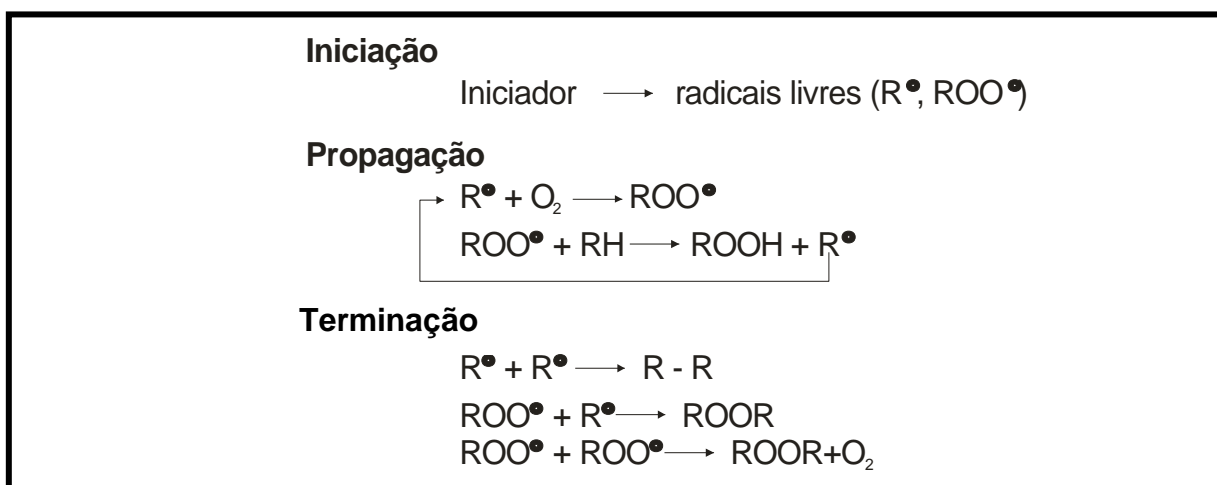
### 3.4 OXIDAÇÃO LIPÍDICA

A oxidação lipídica é considerada a alteração que mais afeta a qualidade final dos óleos e alimentos que possuem lipídios em sua composição. A oxidação é um processo de degradação que, por influência do oxigênio atmosférico, ou dissolvido, reage com os ácidos graxos insaturados presentes. Em estágios mais avançados, as

reações químicas envolvidas podem gerar aromas e sabores sensorialmente indesejáveis, e também tornar alimentos potencialmente inseguros pela formação de compostos tóxicos (JORGE, 2009).

A vida útil de um óleo vegetal depende de algumas operações que envolvem desde o cultivo, extração, transporte e, principalmente, o armazenamento. Os processos de oxidação são responsáveis pela redução da vida útil das matérias-primas lipídicas, e dentre os processos de oxidação, a rancidez é a principal alteração que ocorre, resultando em modificações consideráveis na qualidade final e sensorial dos óleos vegetais, determinando, de uma forma direta, a vida útil do mesmo. A auto oxidação, a polimerização térmica, ou a oxidação térmica, também são alterações químicas que ocorrem nos óleos vegetais, sendo essas reações aceleradas pelo mal armazenamento e também pelo calor (FILHO et al., 2014).

A oxidação lipídica uma vez iniciada, irá reagir em cadeia (Figura 3), causando danos irreversíveis à matéria-prima lipídica a ser utilizada no processamento de outros alimentos.



**FIGURA 3:** Mecanismo da reação oxidativa em lipídios: RH, ácido graxo insaturado;  $R^\bullet$ , radical de ácido graxo;  $ROO^\bullet$ , radical peroxila e  $ROOH$ , hidroperóxido.

**Fonte:** JORGE, 2009.

### 3.5 PROPRIEDADES TERMOFÍSICAS DOS ÓLEOS VEGETAIS

O desenvolvimento de equipamentos e de processos para produção de alimentos envolve algumas etapas, entre elas, conhecer a matéria-prima com a qual se deseja trabalhar, bem como o conhecimento de propriedades termofísicas, tais

como a densidade e a viscosidade, fundamentais para se obter uma boa eficiência de todo o processo produtivo (BROCK et al., 2007).

O processo de deformação ou escoamento de um fluido se dá pela aplicação de forças externas, por isso o estudo reológico dos óleos tem por finalidade descrever, e demonstrar, a força externa a ser empregada, e a resistência oferecida pelos óleos quando expostos a forças durante o processamento dos mesmos, através de equipamentos adequados (MELO, 2010).

Brock et al. (2007), analisando a viscosidade de diferentes óleos vegetais (canola, girassol, farelo de arroz, oliva, milho, soja e algodão), classificaram-nos como Newtonianos, na maioria das condições de trabalho, e citam a importância da variável temperatura, que pode provocar uma diminuição sensível na viscosidade, influenciando os equipamentos utilizados no seu processamento.

### 3.6 COMPOSTOS VOLÁTEIS DO ÓLEO DE CAFÉ TORRADO

Os principais compostos encontrados no aroma do óleo do café torrado são: aldeídos, cetonas, furanos, piridinas, pirazinas, fenólicos, pirróis, indóis, lactonas e ésteres. A maioria dos compostos são resultados da reação entre aminoácidos e açúcares (Reação de *Maillard*) e da degradação de lipídios (JORGE, 2009).

Os compostos voláteis presentes no óleo de café são componentes resultantes do processo tecnológico aplicado ao café cru, a torrefação, que tem com uma das funções nesta etapa a formação de aromas, sabor e cor (DE MARIA et al., 1999).

O aldeído responsável pelo aroma de ranço e mais citado como produto da oxidação lipídica é o malonaldeído, composto que pode atacar resíduos de aminoácidos (induzindo perda de função por parte de proteínas) ou bases nitrogenadas (JORGE, 2009).



## 4 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

### 4.1 MATERIAL

O objeto em estudo trata-se do óleo de café, que foi extraído da espécie *Coffea arabica* classificado com 120 defeitos, produzido no estado de Minas Gerais, colhido em 2014 e submetido à torrefação do tipo Branda. A extração do óleo foi feita por meio de prensagem a frio e filtração. As amostras foram acondicionadas em seis frascos do tipo *Vasoflex* grandes plásticos (500 mL) contendo 350 gramas de óleo cada e dois *Vasoflex* pequenos plásticos (300 mL) contendo 120 gramas de óleo cada, sendo divididos da seguinte maneira: três *Vasoflex* grandes correspondem à triplicata para as análises físico-químicas, armazenados em câmara BOD (Demanda Bioquímica de Oxigênio) a  $25 \pm 2^\circ\text{C}$  e outros três *Vasoflex* grandes correspondem à triplicata das análises físico-químicas, armazenadas sob refrigeração a  $6 \pm 2^\circ\text{C}$  em refrigerador da Consul. Dois *Vasoflex* pequenos foram usados para a análise de viscosidade, sendo armazenados nas mesmas condições das amostras descritas anteriormente.

### 4.2 MÉTODOS

As análises físico-químicas foram realizadas nos laboratórios da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Londrina, com exceção da cromatografia gasosa que foi realizada na Cia Cacique de Café Solúvel, em Londrina, PR. Todas as análises foram feitas em triplicata, com exceção da viscosidade, que foi realizada através de uma rampa crescente e decrescente de temperatura. As análises foram realizadas a cada três meses no período 12 meses.

#### 4.2.1 Índice de Acidez

Pesou-se 2,000 g de óleo de café torrado, em um Erlenmeyer e adicionados 25 mL de solução de éter etílico – álcool absoluto (2:1) previamente neutralizado com uma solução de hidróxido de sódio 0,1 mol L<sup>-1</sup>, também foi adicionado duas gotas de indicador (fenolftaleína), e titulado com solução de NaOH 0,1 mol L<sup>-1</sup>, até atingir a coloração rósea (IAL, 2005). O cálculo para determinação da acidez da amostra foi feita aplicando-se a Equação 1, com conversão do resultado em mg KOH g<sup>-1</sup>.

$$\text{Índice de Acidez (mgKOH g}^{-1}\text{)} = \frac{V \times N \times 56,1 \times 0,0282 \times 1,99}{P} \quad [\text{Eq.1}]$$

Onde:

- V= volume gasto na titulação
- N= fator da solução titulante
- P= massa da amostra em gramas
- 56,1= massa molar KOH
- 0,0282= Fator de correção para massa em ácido oleico
- 1,99= Fator de correção para massa em KOH

#### 4.2.2 Índice de Peróxido

Utilizou-se 5,000g do óleo, dissolvidos em 25 mL da solução de ácido acético-clorofórmio (3:2 v/v), seguido da adição de 2,0 mL de solução saturada de Iodeto de potássio. Após repouso (10 minutos, sem presença de luz), à mistura foram adicionados 30 mL de água destilada. A mistura foi acoplada ao titulador automático da marca Metler Toledo modelo V20, sendo o iodo titulado com tiosulfato de sódio e o índice de peróxido foi calculado através da medição do potencial elétrico produzido por um eletrodo, esse potencial elétrico foi convertido em concentração de íons de hidrogênio expressos como o logaritmo negativo da sua concentração (pH), e o resultado foi expresso em miliequivalentes de peróxido kg<sup>-1</sup> (AOAC, 2000). Uma

prova em branco foi realizada nas mesmas condições, sem a presença da amostra e foi titulada antes das amostras (AOAC, 2000).

#### 4.2.3 Índice de iodo

Para esta análise foram pesados 0,250 g de óleo de café em Erlenmeyer de 500 mL com tampa e adicionados 10 mL de ciclohexano e 25 mL da solução de *Wijs*, a mistura permaneceu em repouso ao abrigo da luz e à temperatura ambiente, por 30 minutos. Após o repouso, foram adicionados 10 mL da solução de Iodeto de potássio a 15% (m v<sup>-1</sup>) e 100 mL de água recentemente fervida e fria. Para a titulação foi usado uma solução de Tiossulfato de sódio 0,1 mol L<sup>-1</sup>, cerca de 1 a 2 mL de solução indicadora (solução de amido a 1% (m v<sup>-1</sup>) foi adicionada, seguindo a titulação até o completo desaparecimento da cor azul escura. A determinação do branco (sem amostra do óleo) foi feita nas mesmas condições anteriores (AOAC, 1993). O cálculo para determinação do índice de iodo da amostra foi feita aplicando-se a Equação 2.

$$\text{Índice de iodo (gramas de I}_2 \text{ 100g)} = \frac{(B-A) \times N \times 12,7}{P} \quad [\text{Eq.2}]$$

Onde:

- B= mL de tiossulfato de sódio 0,1N gasto na titulação do branco
- A= mL de tiossulfato de sódio 0,1N gasto na titulação da amostra
- N= normalidade da solução de tiossulfato de sódio
- P= massa da amostra em gramas
- 12,7= Fator de correção para massa em Iodo

#### 4.2.4 Índice de Saponificação

Para esta análise foi montado um sistema de refluxo com chapa aquecedora, com capacidade para 7 balões de fundo chato de 250 mL (6 amostras + 1 branco). Foram pesados, em cada balão, 5,000g de óleo e adicionados 50 ml de KOH 0,5N em etanol 95% (preparado no dia da análise). Os balões foram adequados ao sistema de refluxo, mantendo-os por 1 hora após início da ebulição. Ao término do refluxo foram adicionadas 4 gotas de fenolftaleína e titulado com HCL 1N (AOCS, 1993). O cálculo para determinação do índice de saponificação da amostra foi feita aplicando-se a Equação 3.

$$\text{Índice de Saponificação} = \frac{(B-A) \times N \times 56,1}{P} \quad [\text{Eq.3}]$$

Onde:

- B= mL de HCl gasto na titulação do branco
- A= mL de HCl gasto na titulação da amostra
- N= normalidade da solução de HCl
- P= massa da amostra em gramas
- 56,1 = massa molar do KOH

#### 4.2.5 Umidade

Para esta análise foi utilizado o método químico que emprega o reagente de *Karl Fischer* e o titulador eletrônico (Mettler Toledo, modelo DL31), utilizando-se do princípio coulométrico.

No titulador previamente programado para análise de umidade em óleo de café, foi adicionado entre 0,150 a 0,500 g de óleo ao recipiente acoplado ao titulador, utilizou-se metanol anidro da marca *Pamreac* para dissolução da amostra e como titulante utilizou-se a solução de Karl Fisher da marca *Merck Milipore*, após a titulação, a leitura foi expressa em porcentagem (AOAC, 1984)

#### 4.2.6 Índice de Refração

Para a determinação do índice de refração foi utilizado refratômetro automático de bancada modelo PAL-1 da marca ATAGO, disponível na Cia Cacique de Café Solúvel, em Londrina, PR. Nesta análise, adicionou-se uma gota do óleo sobre o prisma do refratômetro, que fornece o valor do índice de refração e fez-se a leitura por meio do painel digital do equipamento, com temperatura estabilizada a 20°C (AOAC, 2000). A calibração do equipamento fez-se nas mesmas condições utilizando-se água.

#### 4.2.7 Densidade

Para a análise da densidade foi usada uma balança analítica modelo AB204 da marca Metler Toledo e uma proveta graduada de 10 mL modelo 3022 da marca Pyrex, o óleo foi adicionado na proveta até o ponto de menisco na marca de 10 mL, e foi feita a leitura do peso, expressando o resultado em g L<sup>-1</sup> (TIPLER, 2000).

#### 4.2.8 Transesterificação dos triglicerídeos

Para este procedimento pesou-se aproximadamente 1,000 g de óleo em um tubo, adicionados 10,0 mL de n-heptano (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA) e agitando-se em *vortex* por 1 minuto. Em seguida foram adicionados 0,50 mL de solução de NaOH 2,0 mol L<sup>-1</sup> em metanol e agitado por 20 segundos. Após separação das fases, o sobrenadante foi coletado em *Eppendorf* e armazenados sob refrigeração (-5°C) para posterior análise no cromatógrafo a gás (ISO, 1978).

#### 4.2.9 Cromatografia dos ésteres metílicos de ácidos graxos

As amostras de ácidos graxos esterificados foram analisadas em cromatógrafo gasoso (*Agilent*, 7890A, USA) equipado com injetor *split/splitless*, detector de ionização de chamas (DIC) e controlado pelo software EZcrom SI, a separação dos ácidos graxos ocorre em coluna Supelco (Supelco, 0,25 mm x 100 metros, 0,2  $\mu\text{m}$  espessura de filme, SPTM 2560, USA). Injetou-se 1 microlitro empregando-se seringa (Hemilton, 10  $\mu\text{L}$ , USA).

A melhor condição cromatográfica de separação dos ácidos graxos esterificados foi determinada pelas rampas de temperatura, pela injeção de 1 microlitro de uma mistura de ácidos graxos FAME – C4-C24 (Supelco 18919-1, AMP lote LC4276 válido até janeiro de 2017).

O cromatógrafo foi programado com a temperatura do injetor em 180  $^{\circ}\text{C}$ , com injeção no modo split na razão de 70:1 (v/v), vazão constante de 49  $\text{mL min}^{-1}$  e fluxo total de 52,7  $\text{mL min}^{-1}$ . A vazão na coluna manteve-se constante a 0,7  $\text{mL min}^{-1}$ . A rampa de temperatura no forno foi inicialmente de 110  $^{\circ}\text{C}$  por dez minutos, a razão de subida da temperatura para a primeira rampa foi de 15  $^{\circ}\text{C min}^{-1}$  até a temperatura final de 150  $^{\circ}\text{C}$ , permanecendo por dez minutos, a segunda rampa foi de 10  $^{\circ}\text{C min}^{-1}$  até a temperatura final de 170  $^{\circ}\text{C}$ , permanecendo por vinte minutos, a terceira rampa foi de 8  $^{\circ}\text{C min}^{-1}$  até a temperatura final de 190  $^{\circ}\text{C}$ , permanecendo por treze minutos, e por fim uma rampa com elevação de temperatura a 5  $^{\circ}\text{C min}^{-1}$  até 200  $^{\circ}\text{C}$  com tempo de quarenta minutos, o tempo total da corrida foi de 93 minutos. O detector de ionização de chama foi programado com temperatura de 250  $^{\circ}\text{C}$ , com fluxo de hidrogênio em 30  $\text{mL min}^{-1}$  e ar sintético de 350  $\text{mL min}^{-1}$  apresentando um sinal base de 10,6 mV. Esta análise teve como referência 37 padrões de ácidos graxos previamente analisados (ANEXO A).

#### 4.2.10 Determinação de compostos aromáticos do óleo de café torrado

A determinação dos compostos aromáticos foi feita a partir de cromatografia gasosa (CG) acoplada à espectrometria de massas. Foi usado uma coluna capilar

DB-5 de 30 m, 0,25 mm de d.i. e 0,25 µm de filme. O programa de temperatura foi de 60-240°C (3°C min<sup>-1</sup>), e 240°C (20 min). A energia de impacto foi de 70 eV e foram captados os fragmentos de 40 a 650 u. Um mL de amostra, dissolvida em diclorometano (Sigma-Aldrich, St. Louis, EUA), foi injetado. A identificação dos compostos foi feita por meio das bibliotecas de espectros de massas da *Willey* (140, 229 e 275) e por índices de *Kovats* (ADAMS, 1995). Os resultados expressam a média de três injeções.

#### 4.2.11 Determinação de cafeína

Para esta análise foi utilizado um erlenmeyer de 500 mL vazio devidamente higienizado e seco, e somado a esta massa 102,500 gramas (100,000 g de água + 2,000 g de óxido de magnésio + 0,500 g de óleo de café) e anotou-se o valor obtido. Após a pesagem do erlenmeyer foi adicionada a amostra, o óxido de magnésio e 110 mL de água destilada, levando a chapa de aquecimento para ebulição durante 15 minutos, após a ebulição aguardou-se o resfriamento até temperatura ambiente e completou-se com água destilada até o valor da massa obtido na primeira etapa. Homogeneizou-se e filtrou-se em papel filtro branco, para separação do óxido de magnésio, retirou-se a solução filtrada com auxílio de uma seringa de 5 mL e *holder* com filtro, e transferiu-se para um frasco de 4 mL. Injetou-se o frasco no cromatógrafo gasoso pré-programado para análise de cafeína. O resultado foi expresso em %.

#### 4.2.12 Análise da Viscosidade

A viscosidade do óleo foi medida utilizando-se um viscosímetro Rotativo Microprocessado QUIMIS Q860M21. O viscosímetro foi acoplado ao banho termostático Ultratermostático QUIMIS Q214M2, permitindo assim mensurar a viscosidade do óleo no intervalo de 24 a 40 °C, com precisão na temperatura de 0,5 °C (RANGEL, 1997). O equipamento foi calibrado e validado com padrão de

calibração certificado, amostra S2000 da marca *Paragon Scientific Ltd*. A amostra armazenada em BOD foi adicionada ao porta amostra e procedeu-se o início do teste com temperatura inicial de 24 °C elevando gradativamente até 40 °C e fazendo a leitura a cada 2 °C; o procedimento foi realizado da mesma maneira para a amostra armazenada sob refrigeração após o descongelamento em temperatura ambiente. As análises foram realizadas trimestralmente durante o período de 12 meses.

#### 4.2.13 Análise Sensorial

A análise foi feita com as amostras de óleo armazenadas nas duas temperaturas, no tempo de 12 meses. A amostra padrão foi o óleo da mesma variedade mantido sob congelamento até a realização da análise sensorial. O óleo foi servido com café solúvel liofilizado puro, que também foi separado da produção e mantido armazenado sob congelamento.

Pesou-se diretamente em uma xícara de 150 mL uma massa de óleo sobre uma massa de café solúvel liofilizado, conforme método da empresa, e após pesagem do café e do óleo, foram adicionados 150 mL de água em temperatura de 96°C. Cada xícara foi codificada com números aleatórios de três dígitos, correspondente ao número da amostra. As amostras foram avaliadas em mesa redonda e os participantes orientados a tomar água e a comer um biscoito salgado entre as provas para lavagem e limpeza do palato.

Antes da avaliação sensorial, os participantes foram convidados a lerem e assinarem o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (ANEXO B).

As avaliações das amostras foram realizadas em 2 sessões com 3 amostras em cada sessão, e os participantes foram instruídos quanto a maneira de realizar o teste, e também orientados a provarem da esquerda para a direita circulando a amostra diferente.

A análise sensorial do óleo de café torrado foi realizada através do teste Discriminativo de Diferença Triangular (ABNT-NBR 12995, 1993) conforme descrito na ficha de avaliação entregue aos provadores (ANEXO C).



Para realização da análise sensorial o projeto passou por aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Tecnológica Federal do Paraná obtendo aprovação pelo processo CAAE 57343116.1.0000.5547.

#### 4.3 TRATAMENTO DOS DADOS

Os dados coletados das análises foram submetidos e analisados pelo programa Biostat 5.0, utilizando análise de variância (ANOVA), e a diferença entre as médias foi comparada pelo teste de *Tukey* ao nível de 5% de significância.

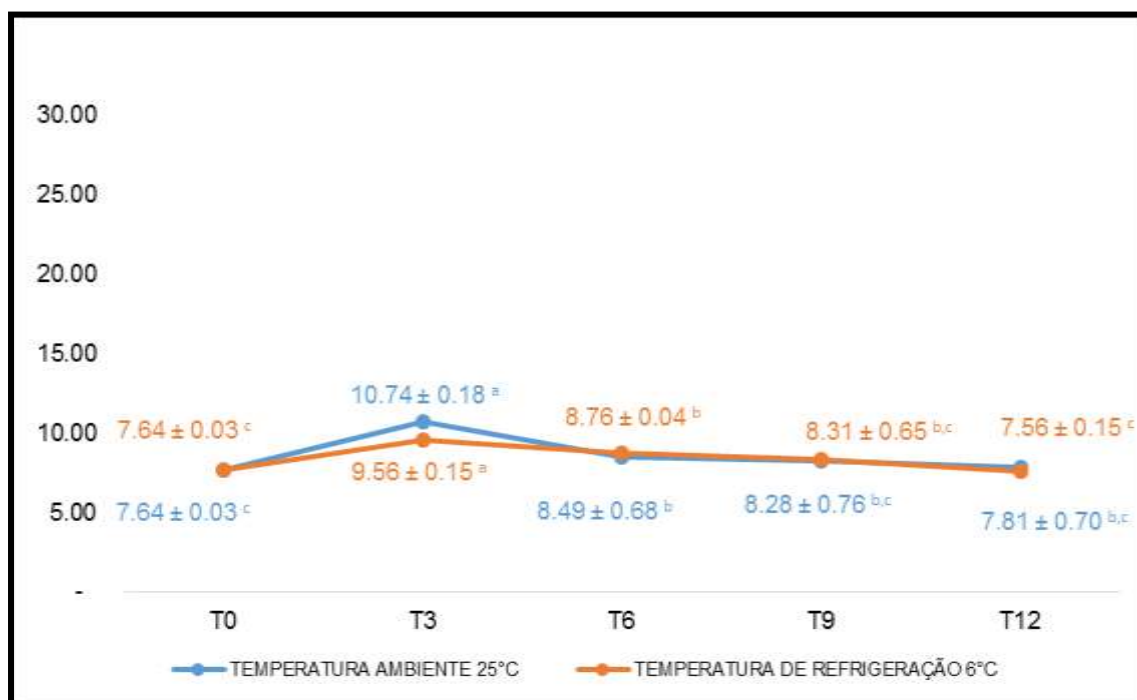
## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 ÍNDICE DE ACIDEZ

A determinação da acidez do óleo de café torrado foi realizada pelo método conhecido como acidez titulável. Este método permite conhecer o estado de conservação de um produto alimentício, visto que um processo de decomposição, seja por hidrólise, oxidação ou fermentação, geralmente altera a concentração dos íons de hidrogênio presentes na amostra. Os métodos que avaliam a acidez titulável funcionam através de titulações com soluções básicas padrão (IAL, 2005).

Na Figura 4, estão apresentados os resultados do índice de acidez obtidos nas duas temperaturas de armazenamento ( $6\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) durante doze meses, sendo apresentados os resultados trimestrais (T0, T3, T6, T9 e T12). A RDC nº. 270, de 22 de setembro de 2005, prevê para óleos prensados a frio o valor máximo de  $4,0\text{ mg KOH g}^{-1}$  (BRASIL, 2007), no entanto, atualmente não existe legislação específica para óleos que passam por algum tipo de tratamento térmico prévio, como é o caso do óleo de café torrado. Turatti (2001) obteve valor médio de  $8,95\text{ mgKOH g}^{-1}$  para o índice de acidez do óleo de café torrado durante cinco meses de armazenamento em temperatura ambiente, valor este diferente ao obtido neste estudo, o que pode ser justificado pelo tipo e o tempo de torra, uma vez que a torra pode causar liberações distintas de compostos ácidos durante o processamento, alterando os valores de acidez. Vale a pena enfatizar que as análises do óleo de café se iniciaram assim que foi produzido pela fábrica.

Em ambas as temperaturas de armazenamento, de acordo com a Figura 4, o comportamento foi similar, com um leve aumento no terceiro mês (T3) de armazenamento, seguida por um pequeno decréscimo e a tendência de estabilização até o décimo segundo mês (T12). No entanto, o armazenamento sob refrigeração ( $6\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) propiciou menores índices de acidez no terceiro mês de armazenamento, quando o óleo atingiu seu valor máximo.



**FIGURA 4:** Índice de acidez ( $\text{mgKOH g}^{-1}$ ), dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

Quast e Aquino (2004) também verificaram que o óleo de café apresentou um aumento no índice de acidez durante os primeiros 40 dias de armazenamento e, após esse período, perceberam um pequeno decréscimo no valor, seguido de uma estabilização a partir do sexagésimo dia de armazenamento a 25 °C. Eles alegaram que o aumento inicial no valor de acidez pode estar relacionado ao processamento recente e às inúmeras reações que ocorrem nos ácidos graxos presentes no óleo nesta fase inicial, mas que cessam no decorrer do tempo de armazenamento, corroborando com o comportamento observado na Figura 4.

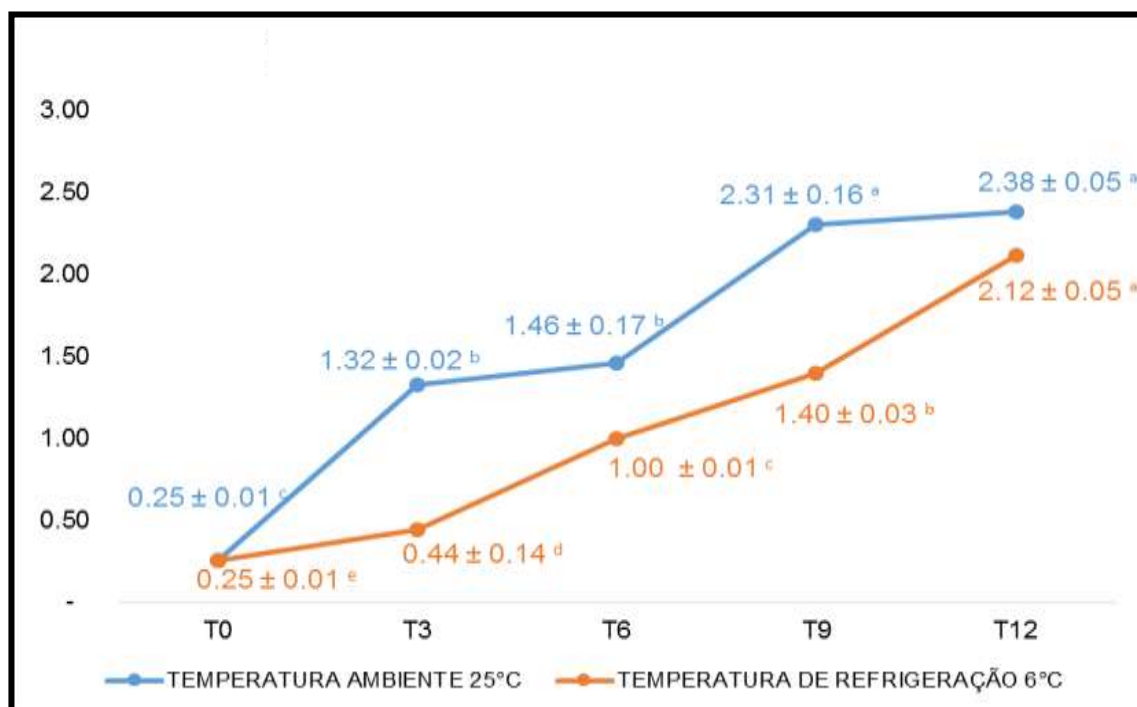
## 5.2 ÍNDICE DE PERÓXIDOS

Esta análise é comumente usada para medir a formação de peróxidos em óleos submetidos a temperaturas altíssimas, como em processos de frituras; e apesar dos valores crescentes deste índice no óleo de café torrado, os valores encontrados ainda são considerados baixos perante a legislação vigente, que determina valor máximo de 15 mEq Kg<sup>-1</sup> para óleos prensados e filtrados a frio (BRASIL, 2007).

Na Figura 5 estão apresentados os resultados do índice de peróxidos obtidos nas duas condições de armazenamento. O índice de peróxidos nas amostras refrigeradas apresentou valores menores comparados aos das amostras armazenadas em temperatura ambiente ao longo do armazenamento de 12 meses.

A variação dos resultados em ambas as temperaturas de armazenamento pode ser explicada pela alta quantidade de ácidos graxos insaturados presentes, o que causa maior instabilidade oxidativa em relação a óleos com quantidades maiores de ácidos graxos saturados (FILHO et al., 2014). Nesse sentido, o armazenamento sob refrigeração mostrou-se mais eficiente para a diminuição na formação de peróxidos, e, portanto, melhor conservação do óleo do que o armazenamento em temperatura ambiente.

Turatti (2001) obteve valor inicial do índice de peróxidos de 0,3 meq Kg<sup>-1</sup> e após cinco meses em temperatura ambiente, este valor chegou a 2,4 mEq Kg<sup>-1</sup>. Os valores encontrados no presente trabalho, independente da temperatura de estocagem, apresentaram-se menores do que os reportados por Turatti (2001), muito provavelmente pelas variações ambientais ocorridas durante o armazenamento do óleo deste trabalho.



**FIGURA 5:** Índice de peróxido (mEq Kg<sup>-1</sup>), dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

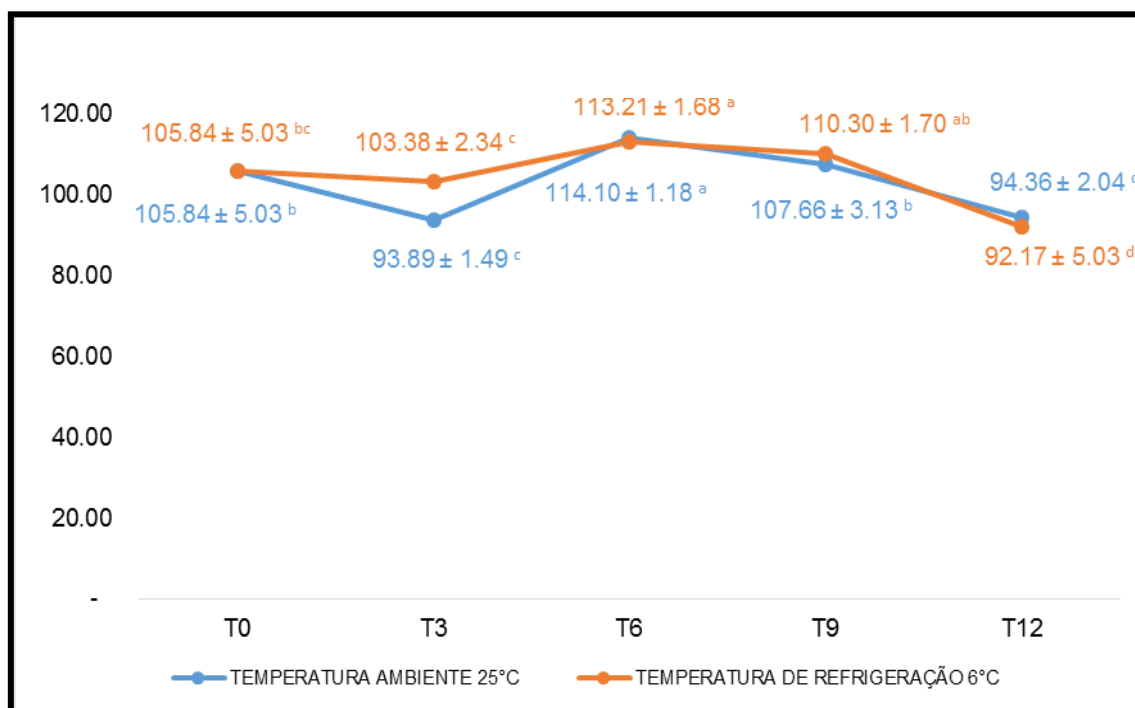
### 5.3 ÍNDICE DE IODO

O índice de iodo é usado para medir o grau de insaturação de óleos e gorduras, também é utilizado como indicador de provável desenvolvimento de degradação da matéria graxa, sendo usado para determinar as propriedades químicas e físicas dos óleos (REDA, 2004).

O índice de iodo das amostras analisadas apresentou variação entre os tempos e também entre as temperaturas (Figura 6). As variações encontradas neste índice são devidas à grande quantidade de reações que ocorrem durante o armazenamento dos óleos, conhecidas também como reações de polimerização, causadas pelas constantes interações entre os ácidos graxos.

Nos primeiros seis meses de armazenamento, nas duas temperaturas, os valores do índice de iodo diferiram entre si, demonstrando um aumento na concentração de ácidos graxos insaturados (confirmada pela análise de cromatografia gasosa que será discutida no tópico 5.9). No décimo segundo mês (T12) houve uma queda nos índices de iodo dos óleos para ambas as

temperaturas, demonstrando uma perda de insaturações após o sexto mês de armazenamento.



**FIGURA 6:** Índice de Iodo (gramas I<sub>2</sub> 100 g<sup>-1</sup>), dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

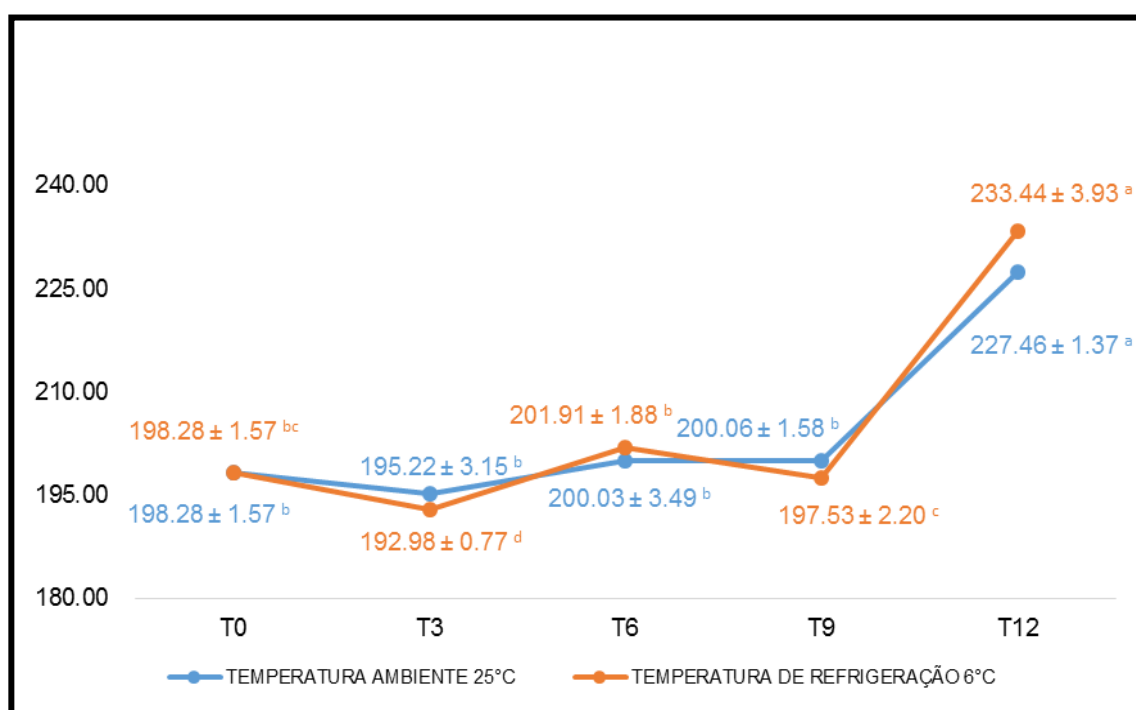
Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

Leal e Schneiderman (1984), ao analisarem óleo de café torrado extraído com éter de petróleo com diferentes tempos de extração, obtiveram valores de índice de iodo entre 98,2 e 106,3 gramas I<sub>2</sub> 100 g<sup>-1</sup>, sendo esses próximos aos encontrados neste trabalho no tempo inicial (T0).

## 5.4 ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

O índice de saponificação é utilizado como indicação da quantidade relativa de ácidos graxos de baixa e alta massa molecular, sendo que os ésteres de ácidos graxos de baixa massa molecular requerem mais álcalis para a saponificação; por isso o índice de saponificação é inversamente proporcional à massa molecular dos ácidos graxos; altos índices de saponificação indicam teores elevados de ácidos graxos de baixa massa molecular, e assim vice-versa (CECCHI, 2003).

Durante os primeiros nove meses de armazenamento (T0 a T9, Figura 7) os índices de saponificação dos óleos de café, em ambas as temperaturas, apresentaram valores próximos aos de gordura de palma (196-205 mg KOH g<sup>-1</sup>) e óleo de milho (187-196 mg KOH g<sup>-1</sup>) (KOBORI e JORGE, 2005).



**FIGURA 7:** Índice de Saponificação (mg KOH g<sup>-1</sup>), dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de *Tukey* ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

Os valores do índice de saponificação do óleo de café variaram de 192,98 a 201,91 mg KOH g<sup>-1</sup> e de 195,22 a 200,06 mg KOH g<sup>-1</sup>, nos primeiros nove meses de armazenamento sob refrigeração e temperatura ambiente, respectivamente

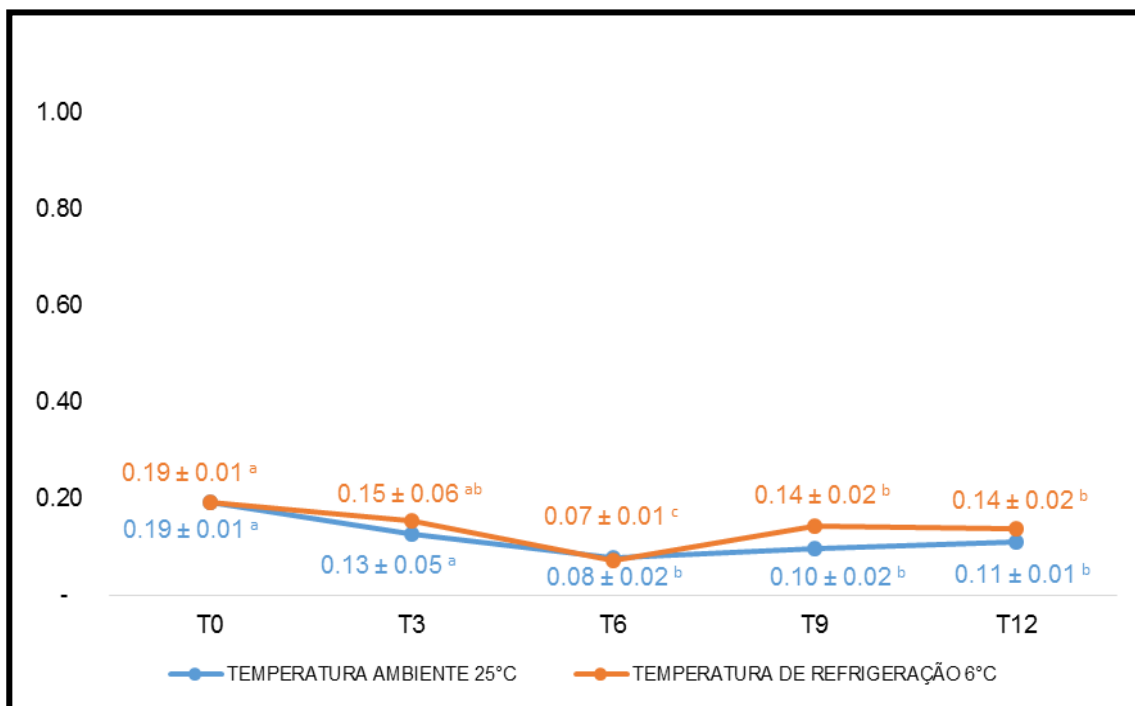
(Figura 7), demonstrando que não houve mudanças consideráveis em relação à massa molecular dos ácidos graxos nesse período. Resultados similares foram obtidos por Ravindranath et al. (1972), que relataram índices de saponificação de óleos de café indiano entre 180-200 mg KOH g<sup>-1</sup>. Por outro lado, a partir do nono mês de armazenamento, observou-se um aumento considerável nesta propriedade, para ambas as condições de armazenamento. A quebra de cadeias longas por oxidação muito provavelmente propiciou uma elevação no índice de saponificação dos óleos de café a partir do décimo segundo mês (T12), para ambas as temperaturas.

## 5.5 UMIDADE

O fato da quantidade de água oferecer condições para desenvolvimento microbiológico e reações químicas, torna a mensuração da quantidade de água uma análise essencial na área de alimentos. Os valores encontrados nesta análise são expressos pelo valor da determinação da água total contida no alimento, no entanto, estes valores não fornecem informações suficientes de como está distribuída a água neste alimento, e nem permitem saber se toda a água está ligada do mesmo modo ao alimento (VICENZI, 2015).

A umidade do óleo de café ficou abaixo de 0,20% (Figura 8). Devido ao processo de extração do óleo em estudo, este acaba apresentando baixos teores de umidade em sua composição, ao contrário dos óleos extraídos com solventes que não apresentam umidade. Neste estudo, as temperaturas de armazenamento não interferiram no teor de umidade dos óleos de café, no entanto, entre os tempos houve um decréscimo no teor de umidade dos mesmos em ambas temperaturas. Algumas empresas que comercializam o óleo de café torrado têm como limite do teor de umidade, valores entre 0,30% e 2,00%, o que contribui para que minimize também algumas reações bioquímicas indesejáveis.





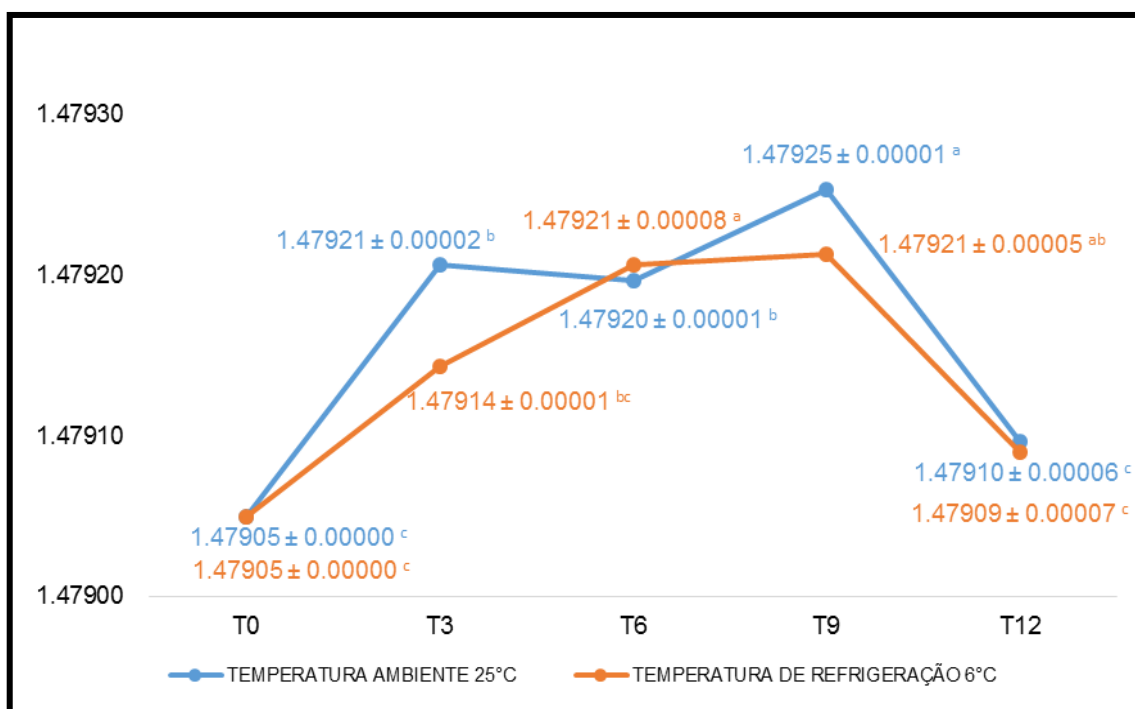
**FIGURA 8:** Teor de umidade (%), dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de *Tukey* ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

## 5.6 ÍNDICE DE REFRAÇÃO

A determinação do índice de refração de óleos pode ser usada como parâmetro de qualidade e identidade, sendo relacionado com o índice de iodo, à medida em que, se há um aumento do índice de iodo, o mesmo ocorre para o índice de refração (CECCHI, 2003).

De acordo com Fennema (2010), o índice de refração de óleos varia entre 1,43 a 1,45, valores estes menores aos encontrados nesta pesquisa (Figura 9). No entanto, os valores encontrados nesta análise refletem a composição de ácidos graxos do óleo analisado, conforme demonstraram os resultados do índice de iodo (Figura 7).



**FIGURA 9:** Índice de refração, dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

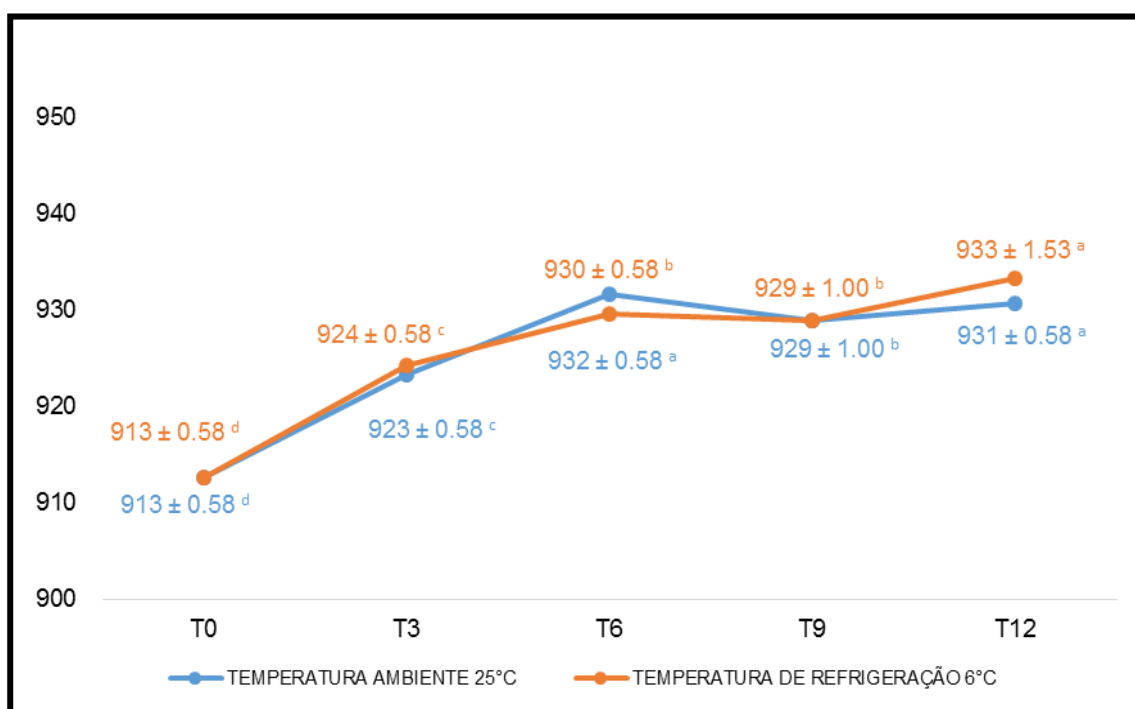
Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

O índice de refração dos óleos vegetais tem relação direta com o índice de iodo, ou seja, a medida que se aumenta o índice de iodo, o anterior também se eleva (CECCHI, 2003), fato este que pode ser confirmado na Figura 6, onde estão apresentados os resultados obtidos para o índice de iodo das amostras analisadas.

## 5.7 DENSIDADE

A medida da densidade de um óleo pode indicar fraudes, principalmente do óleo em estudo, por se tratar de um produto de alto custo. O método direto (medições diretas da massa e do volume do óleo) permite uma boa exatidão quando se utiliza uma proveta graduada e uma balança analítica; no entanto, é necessário um controle da temperatura, pois os óleos tendem a mudar seu volume com as alterações de temperatura (JESUS e PALMA, 2008).

Na Figura 10 estão apresentados os resultados de densidade obtidos nas duas temperaturas e doze meses de armazenamento, com análises trimestrais. A densidade dos óleos apresentou comportamento similar nas duas temperaturas de armazenamento, com uma elevação ao longo do tempo, devido às conversões e interações intermoleculares dos ácidos graxos, conforme demonstrado na cromatografia, item 5.8. O óleo de café torrado apresentou, no tempo inicial (T0), valores próximos aos óleos comestíveis comercializados como milho, soja e girassol que apresentam valores entre 890 e 920 g L (BROCK et al., 2007).



**FIGURA 10:** Densidade (g L), dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de *Tukey* ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

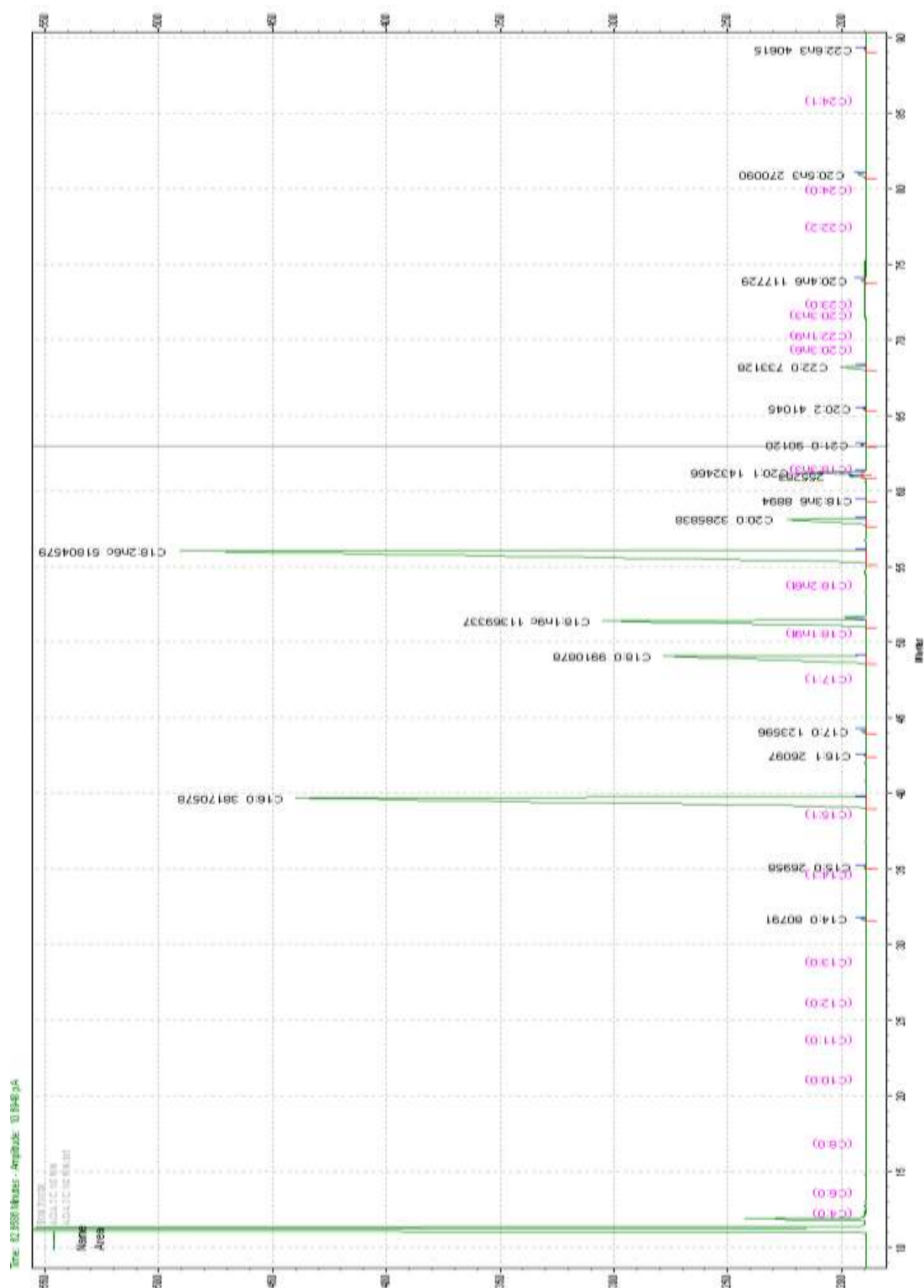
## 5.8 CROMATOGRAFIA DOS ÉSTERES METÍLICOS DE ÁCIDOS GRAXOS

Na Tabela 1 verificam-se os valores médios do perfil dos ácidos graxos em % de área obtidos no tempo inicial (T0) do óleo de café torrado da variedade *Coffea arabica*, e também os valores encontrados na literatura por diversos autores. Os valores médios encontrados coincidem com os valores citados na literatura.

**Tabela 1.** Composição de ácidos graxos em % de área, das amostras de óleo de café torrado *Coffea arabica* no tempo 0 e dados de literatura.

Nomenclatura		Tempo 0 (meses) %	FOSTAR, 1977	LEAL E SCHNEIDERMAN, 1984	LERCKER et al, 1995	TURATTI, 2001
C4:0	Butírico	-	-	-	-	-
C6:0	Capróico	-	-	-	-	-
C8:0	Caprílico	-	-	-	-	-
C10:0	Cáprico	-	-	-	-	-
C11:0	Undecanóico	-	-	-	-	-
C12:0	Láurico	-	-	-	-	-
C13:0	Tridecanóico	-	-	-	-	-
C14:0	Mirístico	0.0737	Traço	-	-	-
C14:1	Meristoléico	0.0077	-	-	-	-
C15:0	Pentadecanóico	0.0198	-	-	-	-
C15:1	Pentadecenóico	-	-	-	-	-
C16:0	Palmítico	32.9481	31.1	28,4-29,3	32,1-33,2	34,5
C16:1	Palmitoléico	0.0224	-	-	-	-
C17:0	Margárico	0.1080	-	-	-	-
C17:1	Heptadecenóico	-	-	-	-	-
C18:0	Estearíco	8.3345	9.6	10,4-11,0	7,5-8,2	8,9
C18:1n9t	Elaídico	-	-	-	-	-
C18:1n9c	Oléico	9.5761	9.6	11,0-11,8	8,2-12,5	10,2
C18:2n6t	Linolelaídico	-	-	-	-	-
C18:2n6c	Linoléico	43.7113	43.1	43,2-43,9	42,6-46,2	40,3
C20:0	Araquídico	2.7272	4.1	5,2-6,3	2,6-3,3	4,0
C18:3n6	Gama Linolênico	0.0042	-	-	-	-
C20:1	Eicosenóico	0.2037	-	-	0,1-0,4	0,3
C18:3n3	Linolênico	1.2066	1.6	-	0,9-1,4	1,1
C21:0	Henecosanóico	0.0731	9.6	-	-	-
C20:2	Eicosadienóico	0.0364	-	-	-	-
C22:0	Behénico	0.6087	0.9	-	0,5-0,7	0,7
C20:3n6	Ácido eicosatrienóico	-	-	-	-	-
C22:1n9	Erúico	-	-	-	-	-
C20:3n3	Ácido eicosatrienóico	-	-	-	-	-
C23:0	Tricosanóico	0.0027	-	-	-	-
C20:4n6	Araquidônico	0.0962	-	-	-	-
C22:2	Docosadienóico	-	-	-	-	-
C24:0	Lignocérico	-	-	-	-	-
C20:5n3	Eicosapentaenóico	0.2180	-	-	-	-
C24:1	Nervônico	-	-	-	-	-
C22:6n3	Docosahexaenóico	0.0115	-	-	-	-

Na Figura 11, encontra-se um exemplo de cromatograma obtido de uma das análises da triplicata do tempo inicial (T0), onde quantifica e qualifica todos os ácidos graxos utilizados, conforme relação dos padrões utilizados.



**FIGURA 11:** Exemplo de cromatograma obtido na análise do óleo de café torrado *Coffea arabica*, no tempo inicial T0.

Na Tabela 2 observa-se o perfil dos ácidos graxos, em % de área, do óleo de café torrado da variedade *Coffea arabica*, obtidos nos tempos inicial, T0, T6 e T12 (final) para ambas as temperaturas. É possível identificar uma pequena quantidade (9,5761%) de ácido oléico (C18:1n9c), na configuração *cis*. Ao longo dos seis primeiros meses, verifica-se que, em função de sua baixa estabilidade, este acabou sendo convertido em ácido elaídico (C18:1n9t), correspondente ao ácido graxo oleico, em quase toda sua totalidade, sendo de configuração *trans*. Com o avanço do tempo de armazenamento (T12) o mesmo converteu-se em heptadecenóico (c17:1), resultando em um aumento na quantidade de ácidos graxos saturados presentes nas amostras para ambas as temperaturas de armazenamento. Este resultado corrobora com as observações dos resultados dos índices de iodo e de refração, em que se verificou um decréscimo nos valores a partir do sexto mês de armazenamento, inclusive apresentando valores inferiores em comparação ao tempo T6 de armazenamento.

O ácido linoléico (C18:2n6c) apresentou-se estável até o sexto mês (T6) de armazenamento sob a configuração *cis* para ambas as temperaturas (Tabelas 3 e 4), no entanto no tempo final de armazenamento (T12) converteu-se para a configuração *trans* em ácido linolelaídico (C18:2n6t). O ácido palmítico (C16:0) não apresentou variação em nenhuma temperatura de armazenamento durante doze meses.

Em relação às temperaturas de armazenamento, o óleo de café não apresentou alterações significativas que pudessem influenciar no resultado final da análise cromatográfica.

**Tabela 2.** Perfil dos ácidos graxos (em % de área) de óleo de café torrado *Coffea arabica* após doze meses armazenados em B.O.D. à 25 °C ± 2°C.

Nomenclatura		Tempo 0 (meses)	Tempo 6 (meses) B.O.D. 25°C ± 2°C	Tempo 12 (meses) B.O.D. 25°C ± 2°C
C4:0	Butírico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0145 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C6:0	Capróico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.8192 ± 0.64 <sup>b</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C8:0	Caprílico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C10:0	Cáprico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C11:0	Undecanóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C12:0	Láurico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0044 ± 0.01 <sup>a</sup>
C13:0	Tridecanóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C14:0	Mirístico	0.0737 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0785 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0797 ± 0.00 <sup>a</sup>
C14:1	Meristoléico	0.0077 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0256 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0169 ± 0.01 <sup>a</sup>
C15:0	Pentadecanóico	0.0198 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0173 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0164 ± 0.00 <sup>a</sup>
C15:1	Pentadecenóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0219 ± 0.16 <sup>b</sup>	0.0141 ± 0.00 <sup>b</sup>
C16:0	Palmítico	32.9481 ± 0.73 <sup>a</sup>	32.3709 ± 0.16 <sup>b</sup>	32.4190 ± 0.26 <sup>b</sup>
C16:1	Palmitoléico	0.0224 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.1104 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.1124 ± 0.00 <sup>b</sup>
C17:0	Margárico	0.1080 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>
C17:1	Heptadecenóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0132 ± 0.01 <sup>a</sup>	8.5486 ± 0.04 <sup>b</sup>
C18:0	Esteárico	8.3345 ± 0.12 <sup>a</sup>	8.3100 ± 0.06 <sup>a</sup>	9.6268 ± 0.07 <sup>b</sup>
C18:1n9t	Elaídico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	9.6870 ± 0.20 <sup>b</sup>	0.4006 ± 0.00 <sup>c</sup>
C18:1n9c	Oléico	9.5761 ± 0.10 <sup>a</sup>	0.3974 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0224 ± 0.00 <sup>c</sup>
C18:2n6t	Linolelaídico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0240 ± 0.00 <sup>b</sup>	43.1639 ± 0.11 <sup>c</sup>
C18:2n6c	Linoléico	43.7113 ± 0.44 <sup>a</sup>	42.6248 ± 0.46 <sup>b</sup>	2.8458 ± 0.04 <sup>c</sup>
C20:0	Araquídico	2.7272 ± 0.08 <sup>a</sup>	2.7458 ± 0.04 <sup>a</sup>	0.4464 ± 0.77 <sup>c</sup>
C18:3n6	Gama Linolênico	0.0042 ± 0.00 <sup>a</sup>	1.1047 ± 0.95 <sup>b</sup>	1.1125 ± 0.96 <sup>b</sup>
C20:1	Eicosenóico	0.2037 ± 0.02 <sup>a</sup>	0.5511 ± 0.95 <sup>a</sup>	0.0273 ± 0.05 <sup>a</sup>
C18:3n3	Linolênico	1.2066 ± 0.03 <sup>a</sup>	0.0515 ± 0.04 <sup>b</sup>	0.0543 ± 0.05 <sup>b</sup>
C21:0	Henecosanóico	0.0731 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0500 ± 0.03 <sup>a</sup>	0.0362 ± 0.00 <sup>a</sup>
C20:2	Eicosadienóico	0.0364 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0116 ± 0.02 <sup>a</sup>	0.6717 ± 0.03 <sup>b</sup>
C22:0	Behénico	0.6087 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.6483 ± 0.04 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>
C20:3n6	Ácido eicosatrienóico cis-8,11,14	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C22:1n9	Erúcico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0185 ± 0.02 <sup>b</sup>
C20:3n3	Ácido eicosatrienóico cis-11,14,17	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0636 ± 0.06 <sup>b</sup>
C23:0	Tricosanóico	0.0027 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0614 ± 0.05 <sup>b</sup>	0.0310 ± 0.05 <sup>b</sup>
C20:4n6	Araquidônico	0.0962 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0327 ± 0.06 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>
C22:2	Docosadienóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0774 ± 0.13 <sup>a</sup>
C24:0	Lignocérico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.2264 ± 0.01 <sup>b</sup>	0.1614 ± 0.14 <sup>b</sup>
C20:5n3	Eicosapentaenóico	0.2180 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>
C24:1	Nervônico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0289 ± 0.00 <sup>b</sup>
C22:6n3	Docosahexaenóico	0.0115 ± 0.02 <sup>a</sup>	0.0302 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra, na linha, são iguais entre si, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições.



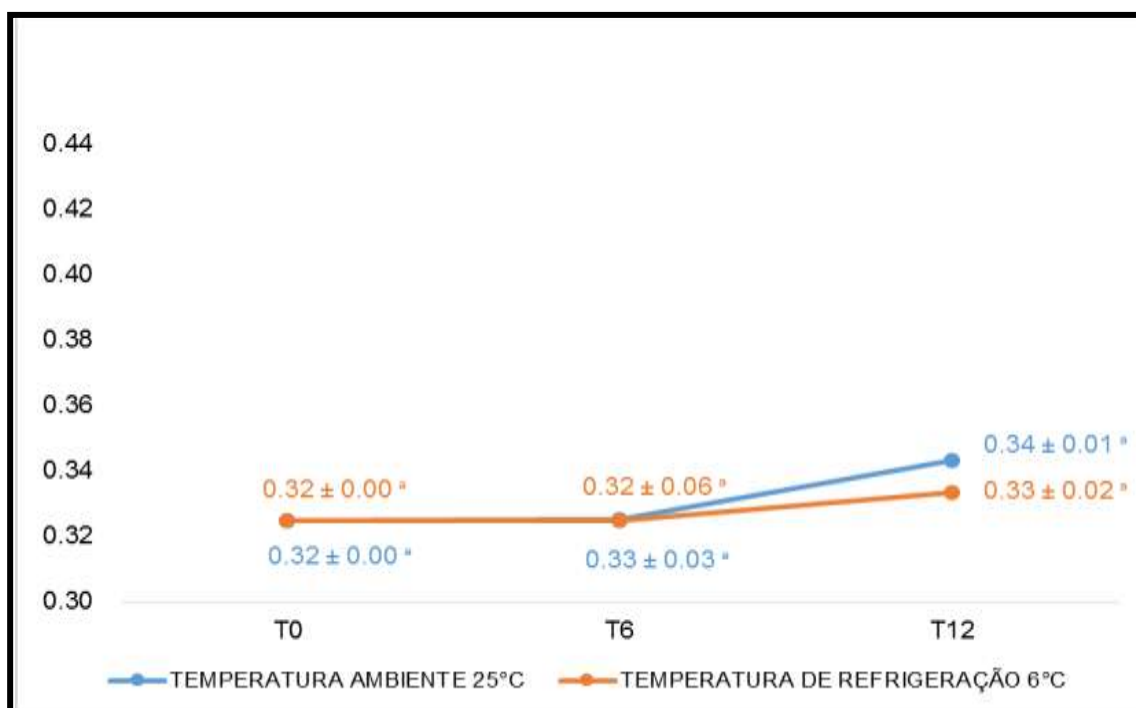
**Tabela 3.** Perfil dos ácidos graxos (em % de área) de óleo de café torrado *Coffea arabica* após doze meses armazenados sob refrigeração à 6°C ± 2°C.

Nomenclatura		Tempo 0 (meses)	Tempo 6 (meses)		Tempo 12 (meses)	
			Refrigerado 6°C ± 2°C		Refrigerado 6°C ± 2°C	
C4:0	Butírico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0165 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0079 ± 0.01 <sup>a</sup>		
C6:0	Capróico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.5524 ± 0.35 <sup>b</sup>	0.0056 ± 0.01 <sup>a</sup>		
C8:0	Caprílico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0178 ± 0.00 <sup>b</sup>		
C10:0	Cáprico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0267 ± 0.01 <sup>b</sup>		
C11:0	Undecanóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>		
C12:0	Láurico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0488 ± 0.04 <sup>b</sup>		
C13:0	Tridecanóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0053 ± 0.01 <sup>b</sup>		
C14:0	Mirístico	0.0737 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0743 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.1836 ± 0.04 <sup>b</sup>		
C14:1	Meristoléico	0.0077 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0267 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0179 ± 0.02 <sup>a</sup>		
C15:0	Pentadecanóico	0.0198 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0177 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0200 ± 0.01 <sup>a</sup>		
C15:1	Pentadecenóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0217 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0126 ± 0.02 <sup>b</sup>		
C16:0	Palmítico	32.9481 ± 0.73 <sup>a</sup>	32.6933 ± 0.71 <sup>b</sup>	32.2591 ± 1.10 <sup>b</sup>		
C16:1	Palmitoléico	0.0224 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.1125 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.1126 ± 0.05 <sup>b</sup>		
C17:0	Margárico	0.1080 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0096 ± 0.00 <sup>c</sup>		
C17:1	Heptadecenóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0065 ± 0.01 <sup>a</sup>	8.0174 ± 0.03 <sup>b</sup>		
C18:0	Estearíco	8.3345 ± 0.12 <sup>a</sup>	8.4402 ± 0.06 <sup>a</sup>	9.2873 ± 0.00 <sup>b</sup>		
C18:1n9t	Elaídico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	9.5996 ± 0.16 <sup>b</sup>	0.0217 ± 0.01 <sup>c</sup>		
C18:1n9c	Oléico	9.5761 ± 0.10 <sup>a</sup>	0.4041 ± 0.01 <sup>b</sup>	0.0155 ± 0.01 <sup>c</sup>		
C18:2n6t	Linolelaídico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0201 ± 0.01 <sup>b</sup>	43.8410 ± 0.71 <sup>c</sup>		
C18:2n6c	Linoléico	43.7113 ± 0.44 <sup>a</sup>	43.2646 ± 0.20 <sup>b</sup>	3.0131 ± 0.69 <sup>c</sup>		
C20:0	Araquídico	2.7272 ± 0.08 <sup>a</sup>	2.8172 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0156 ± 0.01 <sup>c</sup>		
C18:3n6	Gama Linolênico	0.0042 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.5688 ± 0.96 <sup>a</sup>	1.8525 ± 0.43 <sup>b</sup>		
C20:1	Eicosenóico	0.2037 ± 0.02 <sup>a</sup>	0.5586 ± 0.96 <sup>a</sup>	0.0072 ± 0.01 <sup>a</sup>		
C18:3n3	Linolênico	1.2066 ± 0.03 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0867 ± 0.02 <sup>b</sup>		
C21:0	Henecosanóico	0.0731 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0812 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0454 ± 0.01 <sup>a</sup>		
C20:2	Eicosadienóico	0.0364 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0363 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.7366 ± 0.16 <sup>a</sup>		
C22:0	Behénico	0.6087 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.6526 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>		
C20:3n6	Ácido eicosatrienóico cis-8,11,14	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>		
C22:1n9	Erúcico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>		
C20:3n3	Ácido eicosatrienóico cis-11,14,17	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>		
C23:0	Tricosanóico	0.0027 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0933 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.1044 ± 0.02 <sup>b</sup>		
C20:4n6	Araquidônico	0.0962 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0380 ± 0.07 <sup>a</sup>	0.0557 ± 0.02 <sup>a</sup>		
C22:2	Docosadienóico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0933 ± 0.16 <sup>a</sup>		
C24:0	Lignocérico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.2330 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.1882 ± 0.17 <sup>b</sup>		
C20:5n3	Eicosapentaenóico	0.2180 ± 0.01 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>b</sup>		
C24:1	Nervônico	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0000 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0315 ± 0.02 <sup>b</sup>		
C22:6n3	Docosaheptaenóico	0.0115 ± 0.02 <sup>a</sup>	0.0301 ± 0.00 <sup>a</sup>	0.0388 ± 0.01 <sup>a</sup>		

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra, na linha, são iguais entre si, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições.

## 5.9 TEOR DE CAFEÍNA

A cafeína já havia sido identificada em amostras de óleo por Oliveira et al. (2005), no entanto não quantificada. Na Figura 12, estão apresentados os resultados do teor de cafeína nas duas temperaturas e semestralmente (T0, T6 e T12). Observa-se que não houve diferença significativa entre as amostras, demonstrando a capacidade de estabilidade da molécula de cafeína, independente da temperatura de armazenamento.



**FIGURA 12:** Teor de cafeína (%), dos óleos de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses.

Médias e erro padrão seguidas da mesma letra em minúsculo, na linha, são iguais entre si, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância. Médias obtidas de 3 repetições para cada temperatura de armazenamento.

Considerando que a Portaria n.º 130, de 19 de fevereiro 1999, determina o valor mínimo de 2% cafeína em café solúvel e 0,3% de cafeína para café solúvel descafeinado, o emprego do óleo de café é uma opção para ser incorporado ao café descafeinado, para melhora do sabor e aroma do mesmo.

## 5.10 DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS VOLÁTEIS DO ÓLEO DE CAFÉ TORRADO

Na Tabela 5, encontram-se os resultados obtidos na identificação dos compostos aromáticos dos óleos armazenados nas duas temperaturas ( $6\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), e também no tempo inicial (T0), obtido logo após a extração.

**Tabela 4.** Compostos voláteis identificados nas amostras de óleo de café torrado *Coffea arabica*.

COMPOSTOS VOLÁTEIS	T0	T6 (BOD)	T6 (REFRIGERADO)
	0 MESES	6 MESES	6 MESES
(2-Hydroxyphenyl) urea	ND	D	ND
(S)-2-(N-(N-Benzylpropyl) amino (benzophenone))	ND	ND	D
1,1,1,5,7,7,7-Heptamethyl-3,3-bis (trimethylsiloxy) tetrasiloxane	D	ND	ND
1,2,3 – Benzenetriol	D	D	D
1,2-Ethanediol, 1,2-di-4-pyridinyl	D	ND	ND
1,3,5,7,9,11-Hexaethyrbicyclo (5.5.1) hexasiloxane	D	ND	ND
1,4,7,10,13,16-Hexaoxacyclooctadecane	ND	ND	D
1,4,7,10,13,16-Pentaoxacyclopentadecane, 3-phenyl	D	ND	ND
1,4-Benzenediol, 2,3,5-trimethyl	D	ND	ND
1-Ethanone, 1(4-(4-fluorophenyl) methoxy) -3-methoxyphenyl	D	ND	ND
1H-Pyrrole, 1-(2-furanylmethyl)	D	D	D
1H-Pyrrole, 1-methyl	ND	ND	D
1H-Pyrrole, 2-carboxidehyde, 1-methyl	ND	D	ND
2 (1H)-Pyridinone, 3-methyl	D	ND	ND
2-(2-(2-(2-(2-(2-(2-(2-Hydroxyethoxy) ethoxy) ethoxy) ethoxy) ethoxy) ethoxy) ethoxy) ethanol	D	D	D
2,4,6-Cycloheptatrien-1-one, 3,5-bis-trimethylsilyl	D	ND	ND
2,5-Furandione, 3,4-dimethyl	ND	D	D
2-Furancarboxaldehyde, 5-methyl	D	D	D
2-Furanmethanol, acetate	D	D	D
2H- 1,4-Benzodiazepin-2-one, 7 chloro-1,3-dydro-5-phenyl-1-(trimethylsilyl)-3-((trimethylsilyl)oxy)	ND	ND	D
2-Pyridanamine, 3-methyl	D	D	ND
2-Pyridinecarboxaldehyde	ND	D	ND
2-Pyridinemethanol, .alpha.-4-pentenyl	ND	ND	D
3-Buten-2-one, 4-(2-furanyl)	D	ND	ND
3-Furaldehyde	ND	D	ND
3-Furanmethanol	D	D	D
3-Furanol, tetrahydro	ND	ND	D
3-Isopropoxy-1,1,1,7,7,7-hexamethyl-3,5,5-tris(trimethylsiloxy) tetrasiloxane	D	D	ND

3-Pyridinecarboxylic acid, 4-hydroxy	D	ND	ND
3-Pyridinol	ND	ND	D
4 (1H)-Pyridone	ND	D	ND
5-Methyl-3-o-tolyl-1,2,4-oxadiazol	ND	ND	D
Acetic acid	D	D	D
Benzenamine, 2-ethoxy	D	ND	ND
Benzene (2.2.1)heptan-2-ol,2-(1-cyclopenten-1-yl)	D	ND	ND
Benzene, (2-(methylthio) ethenyl)-(E)	ND	ND	D
Benzeneacetic acid, alpha, 3,4-tris(trimethylsilyl) oxy, trimethylsilyl ester	D	ND	ND
Bicyclo (2.2)heptan-2-ol, 2-(1-cyclopenten-1-yl)	D	ND	ND
Bicyclo (3.3.0)oct-2-em-6-one, 3-methyl	D	ND	ND
Caffeine	D	D	D
cis-13-Octadecenoic acid	ND	ND	D
Cyclobuta (1,2-b) bistiopyran, decanydro-1,1,8,8-tetraoxide	ND	D	D
Cyclohexasiloxane, dodecamethyl	ND	D	D
Cyclopentasiloxane, decamethyl	ND	D	D
Cycloterasiloxane, 5-methyl-2-(1-methylethylidene)	D	ND	ND
Cycloterasiloxane, octamethyl	D	D	ND
Ethanone, 1-(1H-pyrazol-4-yl)	D	ND	ND
Ethanone, 1-(1H-pyrrol-2-yl)	D	ND	ND
Ethanone, 1-(2,5-dihydroxyphenyl)	ND	ND	D
Ethanone, 1-(2-furanyl)	ND	D	D
Ethanone, 1-(2-hydroxy-5-methylphenyl)	ND	D	ND
Ethanone, 1-(2-hydroxyphenyl)	ND	ND	D
Furazan-3-carboxamide, oxime, 4-amino-N, N-dimetyl	D	D	D
Indane-1,3-dione, 2-(4-chlorophenyl)-2-(2-fluorobenzyl)	ND	ND	D
Maltol	D	D	D
m-Aminophenylacetylene	D	D	ND
Methanone (3,3-di (trifluoromethyl)-2-azabicyclo (2.2.1)hept-5-em-2-yl) (2-furyl)	ND	D	D
Methanone, cyclobutyl-1H-imidazol-4-yl	ND	ND	D
Methyl 2-furoate	D	ND	ND
Methylpyrazine-2-carboxylate	ND	D	ND
Naphthalene, 2-(1,1-dimethylethyl)-1,2,3,4-tetrahydro	ND	D	ND
n-Hexadecanoic acid	ND	D	D
Octadecanoic acid	ND	ND	D
p-Decyloxyamiline	ND	D	ND
Pentasiloxane, dodecametyl	ND	ND	D
Phenol, 2-methoxy	D	D	D
Pirazine, 3-ethyl 6-methyl	ND	ND	D
Pirazine, methyl	ND	ND	D
Pyrazine, methyl	D	D	ND
Pyrazole, 1,4-dimethyl	D	ND	ND
Pyrazole, 3,5-dimethyl	ND	ND	D
Pyridine	D	ND	D
Pyrimidine, 4,5-dimethyl	ND	ND	D

Pyrrolo (3,4-c) pyrazole-4,6 (3H,5H)-dione, 5-(2-fluorophenyl)-3a, 6a, dihydro-6a-methyl	D	ND	ND
Silane, ((4-(1,2-bis((trimethylsilyl)oxy) ethyl)-1,2-phenylene) bis (oxy) bis (trimethyl)	ND	ND	D
Tetrasiloxane, decamethyl	ND	D	D
Total de compostos voláteis detectados	38	32	41

D=Detectado

ND= Não Detectado.

A temperatura de refrigeração mostrou-se mais eficiente em relação à quantidade total de aromas, pois conserva uma maior quantidade de voláteis, considerando a análise inicial e a temperatura de 25°C. A injeção direta utilizada também qualificou outros compostos como ácidos gordos e cafeína, mas os compostos mais identificados foram os hidrocarbonetos. No entanto durante os seis primeiros meses não foi identificado o malonaldeído, composto responsável pelo aroma de ranço nos óleos. Alguns compostos voláteis não foram identificados inicialmente e apareceram depois de seis meses de armazenamento em ambas temperaturas. Este resultado provavelmente se deve por estarem em pequenas quantidades e à medida que os voláteis de maiores quantidades não são mais detectados, propicia a detecção dos que se encontram em menores quantidades.

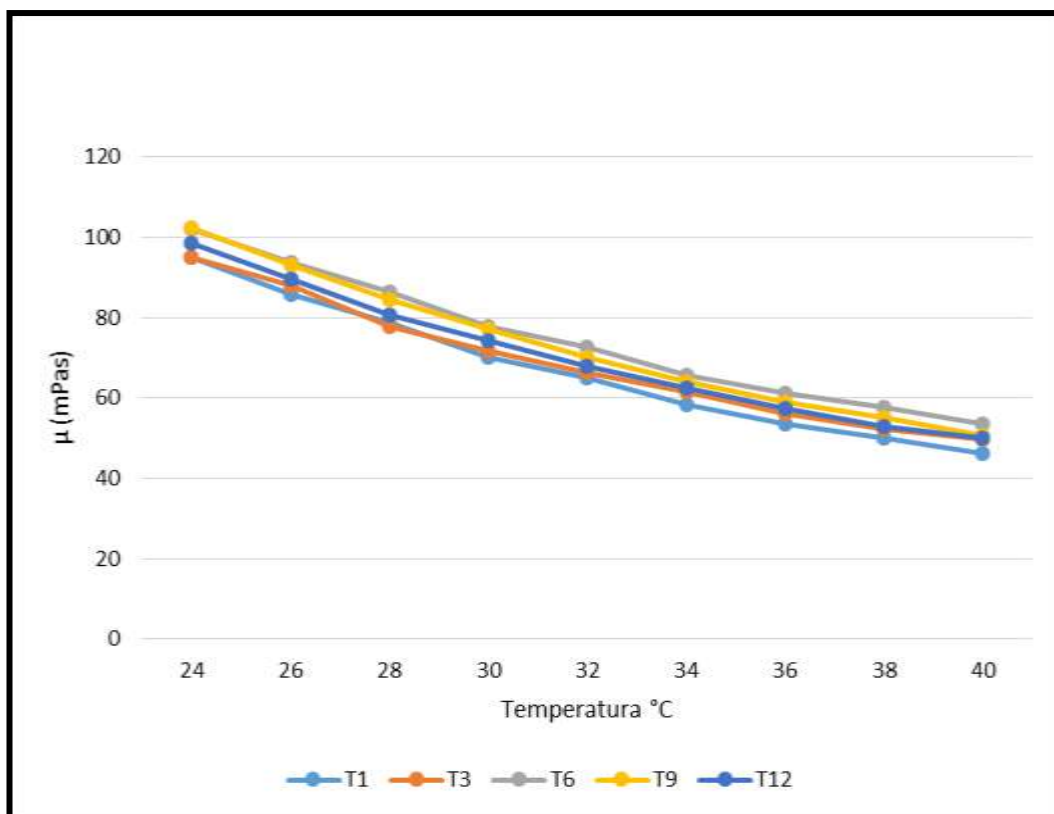
Oliveira et al. (2005), analisando a fração aromática do óleo de café torrado através de injeção direta, identificaram muitos hidrocarbonetos aromáticos e outros, como pirazinas (pirazina, metilo; pirazina, 2-etil-3-metil; pirazina, 3-etil,2,6-dimetil), furanos (2-vinil-2,3-dihidrobenzofurano; 2,3-dimetilbenzofurano; 2-furanmetanol; acetato de furfurilo) e cetonas (4-fenilo; etanona, 1(4-etilfenil)).

## 5.11 ANÁLISE DA VISCOSIDADE

A análise de viscosidade do óleo de café torrado o classifica como fluido newtoniano, independente da temperatura de armazenamento. Este comportamento é similar à maioria dos óleos vegetais, sendo seus valores de viscosidade influenciados pela temperatura, pois um aumento da mesma provoca uma diminuição nos valores de viscosidade dos óleos vegetais (BROCK, 2008).

Em relação ao comportamento da viscosidade com aumento da temperatura da análise, observa-se que a viscosidade inicial do óleo de café torrado armazenado em temperatura ambiente (BOD 25 °C ± 2 °C) variou entre 95 e 99 mPas, para os

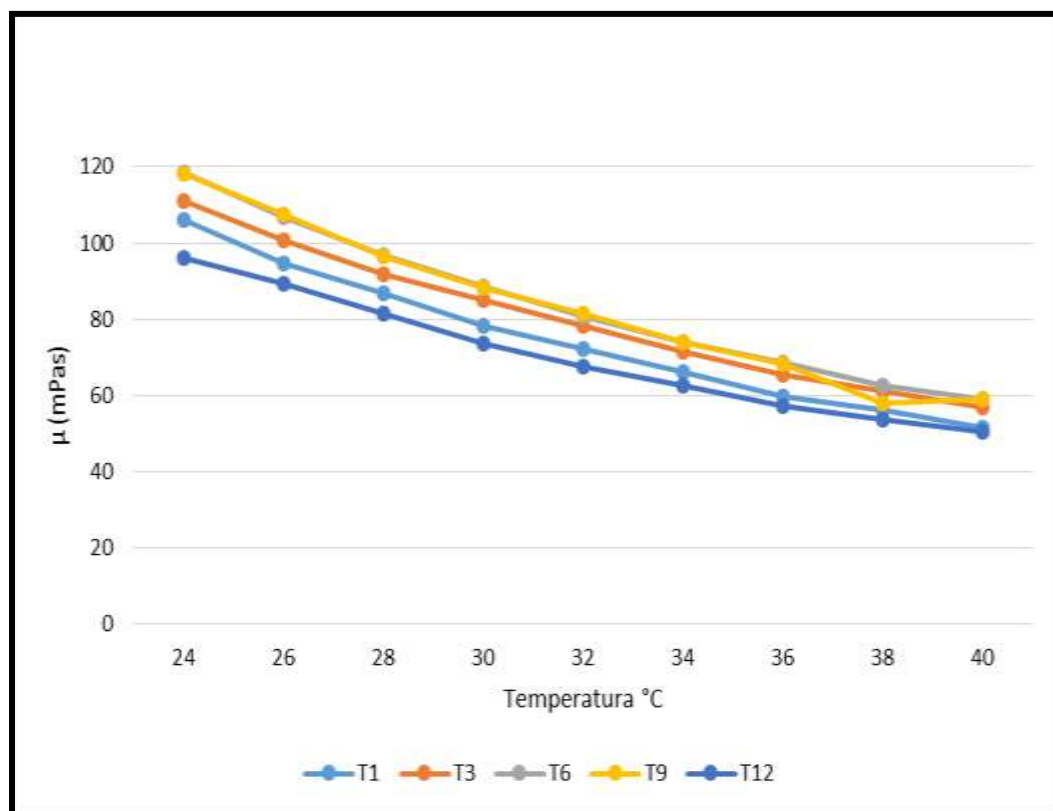
diferentes períodos de armazenamento (Figura 13), sendo esses valores reduzidos à medida em que a temperatura de análise se eleva.



**FIGURA 13:** Análise da viscosidade do óleo de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses, sob temperatura de 25 °C em BOD.

Para o óleo de café torrado armazenado em temperatura de refrigeração ( $6\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ), a viscosidade no início da rampa de temperatura ( $24\text{ °C}$ ) ficou entre 106 e 96 mPas, para todos os períodos de armazenamento, conforme verificado na Figura 14. Da mesma forma que observado para o óleo armazenado em temperatura ambiente, independentemente do tempo de armazenagem, houve redução na viscosidade à medida em que a temperatura da análise se elevava. No entanto, observa-se que, para o óleo mantido sob refrigeração, à medida que o tempo de armazenamento aumentava, houve uma pequena redução na viscosidade do óleo, possivelmente devido às diferenças no polimorfismo (formação de cristais) dos ácidos graxos formados durante o armazenamento nesta condição. Esta redução na viscosidade se torna menos proeminente à medida que a amostra era aquecida durante a análise, uma vez que, devido ao aquecimento, esses cristais eram quebrados e a viscosidade do óleo de café, para todos os tempos de

armazenamento em 40°C, apresentaram-se próximos (entre 46 e 50 mPas). Estas informações são interessantes quando se pensa no processamento dos óleos, ou quando se pretende usá-lo para desenvolvimento de novos produtos, uma vez que, para obter produtos de qualidade, o dimensionamento correto dos equipamentos é fundamental.



**FIGURA 14:** Análise da viscosidade do óleo de café torrado *Coffea arabica* armazenados durante 12 meses, sob temperatura de refrigeração 6 °C.

## 5.12 ANÁLISE SENSORIAL

Na análise sensorial do teste triangular de diferença em relação ao controle, na primeira sessão foram comparadas bebidas de café solúvel com óleo novo e óleo armazenado durante 12 meses em BOD a 25°C. Nesta análise, 7 dos 16 avaliadores indicaram corretamente a amostra diferente. Na segunda sessão, ao se comparar o café solúvel adicionado de óleo novo com o café solúvel adicionado de óleo armazenado sob refrigeração (6°C) após 12 meses, 6 dos 16 participantes identificaram de forma correta a amostra diferente.

Nos dois testes realizados, as amostras não diferiram significativamente entre si ao nível de significância de 5% (ASTM, 1968). Estes resultados demonstram que o óleo de café torrado pode ser armazenado por até 12 meses, sob refrigeração ou temperatura ambiente controlada, sem que o mesmo interfira na qualidade sensorial quando adicionado ao café solúvel.



## 6 CONCLUSÃO

Com base no acompanhamento mensal, através das análises físico-químicas e cromatográficas durante 12 meses, foi possível verificar as alterações ocorridas no óleo de café torrado (*Coffea arabica*), sendo que, a temperatura não apresentou grandes variações nas amostras armazenadas.

Há uma pequena quantidade de cafeína presente no óleo, e este apresentou-se estável durante 12 meses, independente da temperatura.

Na análise cromatográfica foi possível avaliar e quantificar as transformações ocorridas na composição dos ácidos graxos presentes, no entanto, as transformações ocorridas não foram diferentes entre as temperaturas de armazenamento.

Os compostos voláteis foram analisados durante seis meses de armazenamento a fim de verificar qual a melhor temperatura de armazenamento, sendo que houve uma melhor estabilização dos compostos quando o óleo era mantido sob refrigeração. Também não foi identificado o composto malonaldeído em nenhuma das amostras, composto esse responsável pelo aroma de ranço.

Na análise sensorial, não foi observada diferenças significativas entre os óleos armazenados e o óleo novo, ou seja, é possível utilizar o óleo armazenado após 12 meses, independente da temperatura de armazenamento.

## REFERÊNCIAS

ABIC. Associação Brasileira da indústria de café. **Indicadores da indústria de café no Brasil**, 2014. Disponível em: <<http://www.abic.com.br/publicue/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?sid=61#1910>> acesso em: maio/2015.

ACS-American Chemical Society (1980). **Guidelines for data acquisition and data quality evaluation in Environmental Chemistry**. Analytical Chemistry, 52, 2242-2249.

ADAMS, R. P. **Identification of essential oil components by gas chromatography/mass spectrometry**. Carol Stream: Allured, 1995. 469 p

AOAC - American of Analytical Chemists. **Official methods of analysis** – 17 edition, (942.33). 2000.

AOAC - American of Analytical Chemists. **Peroxide Value of Oils and Fats** 41.1.16 (965.33) - cap. 41, pag. 12. Seventeenth Edition, 2000.

AOAC - American of Analytical Chemists. **Sampling and analysis of comercial fats and oil oficial method**. Forteenth edition. Cd 2e – 55. 1984.

AOCS - American oil chemists society. Official methods and recommended practices. 4. ed. Cd 3c – 91 Champaign, 1993. v. 3.

AOCS - American oil chemists society. Official methods and recommended practices. 4. ed. Cd 1 – 25. Champaign,1993. v. 3.

ASTM – American Society for Testing and Materials. **Manual on sensory testing methods**. STP 433. New York: ASTM, 1968

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). RDC nº 270, de 22 de setembro de 2005. Regulamento técnico para óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, n. 184, Seção 1. p.372, 2005a.

BENASSI, M.T.; CAMPANHA; F.G., DIAS; R.C.E. **Discrimination of coffee species using kahweol and cafestol: effects of roasting and of defects.** Coffee Science 2010; 44(1):87–96.

BROCK, J.; NOGUEIRA, M.R.; ZAKRZEWSKI, C.; CORAZZA, F.C.; CORAZZA, M.L.; OLIVEIRA, J.V. **Determinação experimental da viscosidade e condutividade térmica de óleos vegetais.** Ciênc. Tecnol. Aliment., Campinas, 28(3): 564-570, jul.-set. 2008

CECCHI, H. M. **Fundamentos Teóricos e práticos em análise de alimentos**, 2ª ed. Rev. Campinas, SP: Editora da Unicamp, 2003.

CIA. IGUAÇÚ DE CAFÉ SOLÚVEL. **High quality products: Coffee oil.** Disponível em: <http://www.iguacu.com.br/nossos-produtos/a-granel/oleo-de-cafe/> Acesso em: março/2016.

COLONHEZE, U. **Caracterização da fração de óleo de café extraído de grãos sadios, verdes e preto-verdes, e a influência destes na sensorial de café liofilizado.** Dissertação de mestrado. UTFPR. 2015.

CONAB. Acompanhamento da safra brasileira de café, v. 3 – Safra 2016, n.3 - Terceiro Levantamento, Brasília, p. 1-104, set.2016

DE MARIA, C. A. B; MOREIRA, R. F. A.; TRUGO, L. C. **Componentes voláteis do café torrado.** Parte I: Compostos heterocíclicos. Química Nova. 22(2), 1999.

FENNEMA, O.R.; DAMODARAN, S.; PARKIN, K.L. **Química de alimentos de Fennema.** 4ªed. – Editora Artmed, 2010.

FILHO, S. T., et al. **Deterioração de óleos vegetais expostos a diferentes condições de armazenamento.** Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental - REGETE-ISSN 2236 1170 - v. 18. Ed. Especial Mai. 2014, p. 07-13.

FOLSTAR, P. Lipids In: CLARKE, R.J.; MACRAE, R. Coffee. London: Elsevier App. Sci., 1985. v. 1, p. 203-222.

IAL - Instituto Adolfo Lutz (São Paulo). **Métodos Físico-químicos para Análise de Alimentos** /coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea - São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008 p. 1020.

ISO - International Organization for Standardization. **Animal and vegetable fats and oils – Preparation of methyl esters of fatty acids.** (ISO 5509), 1978.

JESUS, V.L.B.; PALMA, D.A. **Medição da densidade do óleo: uma discussão sobre sua otimização e diminuição dos custos via incerteza relativa da medição.** Revista Brasileira de Ensino de Física, v. 30, n. 3, 3302. 2008

JORGE, N. **Química e tecnologia de óleos vegetais São Paulo: Cultura Acadêmica:** Universidade Estadual Paulista, Pró-Reitoria de Graduação, 2009 165p.

KOBORI, C.N.; JORGE, N. **Caracterização dos óleos de algumas sementes de frutas como aproveitamento de resíduos industriais.** Ciênc. agrotec., Lavras, v. 29, n. 5, p. 1008-1014, set./out., 2005

LAGO, R. C. A. **Lipídios em grãos de café.** B.CEPPA, Curitiba, v.19., n.2, p. 319-340. Jul/dez 2001.

LAGO, R. C. A.; ANTONIASSI, R. **Composição de esteróis em óleos de café por cromatografia gasosa de alta resolução.** In: Simpósio de pesquisa dos cafés do Brasil, 2000, Poço de Caldas. Resumos expandidos... Poços de Caldas: Ministério da Agricultura e do Abastecimento, 2000. v. 2, p. 744-747.

LEAL, J.L.S; SCHNEIDERMAN, V.M.S. **Caracterização química do óleo de café verde e torrado, obtidos em diferentes tempos de extração.** 1984.

LERCKER, G.; CABONI, M. F.; BERTACCO, G.; TURCHETTO, E.; LUCCI, A.; BORTOLOMEAZZI, R.; PAGANI, E.; FREGA, N.; BOCCI, F. **La frazione lipidica del caffè. Nota 1: Influenza della torrefazione e della decaffeinizzazione.** Industrie Alimentari Pinerolo, v.35, n.10, p. 1057-1065, 1996a.

MELO, M.A.M.F. **Avaliação das Propriedades de Óleos Vegetais visando a Produção de Biodiesel.** Dissertação de Mestrado. Universidade Federal da Paraíba. João Pessoa, 2010

OLIVEIRA, Alessandra Lopes de. **Extração supercrítica de óleo aromático de Café torrado.** 2001. 142f. Tese. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.

- OLIVEIRA, A. L.; CRUZ, P. M.; EBERLIN, M. N.; CABRAL, F. A. **Óleo de café torrado obtido por prensagem dos Grãos: Análise da Composição por GC-MS.** Ciênc. Tecnol. Aliment. vol.25 no.4 Campinas outubro / Dezembro. 2005.
- PÁDUA, F.R.M.; PEREIRA, R.G.F.A.; LOPES, L.M.V.; MELO, W.C.; MORAIS, A.R. **Avaliação sensorial e da composição química, durante o armazenamento, do café torrado e moído.** Revista Brasileira de Armazenamento, Especial Café, Viçosa, v.5, p.15-21, 2002.
- PIMENTA, C. J. **Qualidade de café.** Editora UFLA, Lavras, 304 p.: il, 2003.
- RANGEL, R. N., "Práticas de Físico-Química". Editora Edgard Blücher LTDA. 2ªed. S. Paulo-SP, 1997.
- RABELO, J. et al. **Viscosity prediction for fatty systems.** Journal of American Oil Chemists Society, v. 77, n. 12, p. 1255-1262, 2000.
- REDA, S. Y. **Estudo Comparativo de Óleos Vegetais Submetidos a Estresse Térmico.** Dissertação (Avaliação tecnológica de matérias primas). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2004.153p.
- S2000 General Purpose Viscosity Standard, [http://www.paragon-sci.com/products-and-services/products/calibration-standards/viscosity-standards/general-purpose-viscosity-reference-standards.html?\\_\\_\\_store=default](http://www.paragon-sci.com/products-and-services/products/calibration-standards/viscosity-standards/general-purpose-viscosity-reference-standards.html?___store=default)
- QUAST, L. B.; AQUINO, A. D. **Oxidação dos lipídios em café arábica (*Coffea arábica L.*) e café robusta (*Coffea canephora P.*)** B.CEPPA. Curitiba. v.22, n.2, p. 325-336, jul/dez. 2004.
- RAVINDRANATH, R.; YOUSUF ALI KHAN, R.; OBI REDDY, T. **Composition and characteristics of indian coffee bean, spent grounds and oil.** J. Sci. Food. Agric., Londres, v. 23, n.3, p.307-310, 1972.
- SANDI, D. **Extração do óleo e diterpenos do café com CO2 supercrítico.** Dissertação de Doutorado. UFV. Minas Gerais. 2003.
- TAUNAY, A.E. **História do café no Brasil: no Brasil Imperial 1822-1872.** Volume terceiro, Departamento Nacional do Café. Rio de Janeiro, 1939.
- TIPLER, P.A. **Física** (Ed. LTC, Rio de Janeiro, 2000), v. 1, 5a ed.

TOLEDO, J.L.B; BARBOSA, A.T. **Classificação e degustação de café**. Série Agronegócios. Brasília: Ed. SEBRAE, Rio de Janeiro, ABIC. 1998.

TURATTI, J.M. **Extração e caracterização de óleo de café**. In: Simpósio de Pesquisa dos Cafés do Brasil, Vitória, 2001. Resumos expandidos. Brasília: EMBRAPA Café, p. 1533-1539, 2001.

VIDAL, H. M. **Composição lipídica e a qualidade do café (*coffea arabica*) durante armazenamento**. Dissertação de mestrado. UFV. Minas Gerais. 2001.

VICENZI, R.; **Apostila: Introdução a Análise de Alimentos**. Química Industrial de Alimentos, UNIJUI. Ijuí. RS, 2015.

WAGEMAKER, T. A. L. **Variabilidade do teor de óleo, de seu fator de proteção solar e de outros componentes da fração lipídica do gênero *Coffea* visando usos alternativos aos grãos**. Dissertação de Mestrado. Instituto agrônomo. Campinas, 2009.

## ANEXO A

Padrões de EMAGS utilizados na análise de cromatografia gasosa.

<b>Simbologia e Nomenclatura</b>	
C4:0 - Ácido butírico	C18:2n6c - Ácido linoléico cis
C6:0 - Ácido capríco	C18:3n6 - Ácido gama linolênico n-6
C8:0 - Ácido caprílico	C18:3n3 - Ácido linolênico n-3
C10:0 - Ácido cáprico	C20:0 - Ácido araquídico
C11:0 - Ácido undecanóico	C20:1 - Ácido eicosanóico
C12:0 - Ácido láurico	C21:0 - Ácido henecosanóico
C13:0 - Ácido tridecanóico	C20:2 - Ácido eicosadienóico
C14:0 - Ácido mirístico	C20:3n6 - Ácido eicosatrienóico cis-8,11,14
C14:1 - Ácido miristoléico	C20:4n6 - Ácido araquidônico
C15:0 - Ácido pentadecanóico	C20:3n3 - Ácido eicosatrienóico cis-11,14,17
C15:1 - Ácido pentadecenóico	C22:0 - Ácido behênico
C16:0 - Ácido palmítico	C22:1n9 - Ácido erúcico
C16:1 - Ácido palmitoléico	C20:5n3 - Ácido Eicosapentaenóico
C17:0 - Ácido heptadecanóico	C23:0 - Ácido tricosanóico
C17:1 - Ácido heptadecenóico cis-10	C22:2 - Ácido docosadienóico
C18:0 - Ácido esteárico	C24:0 - Ácido lignocérico
C18:1n9t - Ácido elaídico	C24:1 - Ácido nervônico
C18:1n9c - Ácido oleico	C22:6n3 - Ácido docosahexaenóico
C18:2n6t - Ácido Linolelaídico	

## ANEXO B

### TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)

**Título da pesquisa:** Avaliação das características físico-químicas, aromáticas, cromatográficas e sensoriais de óleo de café torrado (*coffea arabica*) durante armazenamento em diferentes temperaturas.

**Pesquisador:**

Marcelo Zuchi Sanches. Rua Olavo Rodrigues, 195, CEP 86170-000, Sertanópolis, PR. Tel. (043) 9157-9178.

**Orientador ou outro profissional responsável:**

Profa. Dra. Lyssa Setsuko Sakanaka. Av. Dos Pioneiros, 3131. Jd Morumbi, CEP 86036-370, Londrina, PR. Tel. (043) 33156153

**Local de realização da pesquisa:**

Cia Cacique de Café Solúvel  
Rua Horácio Sabino Coimbra, 100, Londrina, PR. CEP 86072-300  
Tel. (43)4009-6000

#### A) INFORMAÇÕES AO PARTICIPANTE

**1. Apresentação da pesquisa.**

O óleo de café torrado é um produto de altíssimo valor agregado, uma vez que seu valor de mercado é muito maior que a matéria-prima principal, o café. Isto faz com que as indústrias processadoras de café invistam na modernização de extração e conservação dessa matéria-prima. Sabe-se que a vida útil de um óleo vegetal depende de algumas variáveis que envolvem desde o cultivo, extração, transporte e, principalmente, o armazenamento. Os processos de oxidação são responsáveis pela redução da vida útil das matérias-primas lipídicas. Dentre os processos de oxidação, a rancidez é a principal alteração que ocorre, resultando em modificações consideráveis na qualidade final e sensorial dos óleos vegetais, e determinando, de uma forma direta, a vida útil do mesmo.

**2. Objetivos da pesquisa.**

Acompanhar as alterações do óleo de café torrado (*Coffea arabica*) através de análises físico-químicas, aromáticas, cromatográficas e sensoriais de óleo de café torrado (*coffea arabica*), no período de 12 meses, armazenados em *Vasoflex* em duas temperaturas, refrigeração e ambiente.

**3. Participação na pesquisa.**

Você está sendo convidado(a) a participar, como voluntário(a) da análise sensorial de café solúvel adicionado de óleo de café torrado. Você receberá três amostras de bebida de café solúvel adicionado de óleo de café torrado (*Coffea arabica*) sem açúcar, um copo de água, um biscoito salgado e uma ficha de avaliação para aplicação de análise de teste triangular. Para cada teste triangular, você deverá escolher a amostra diferente, segundo sua avaliação



e anotar o resultado na ficha. Entre cada degustação de amostra, deverá lavar a boca com água e ingerir um pedaço do biscoito. Estes testes deverão durar em torno de 5 minutos, cada.

#### **4. Confidencialidade.**

Os dados obtidos na pesquisa serão extremamente confidenciais e somente serão utilizados para o estudo. Para a divulgação dos resultados não será divulgado nenhum dado pessoal dos participantes.

#### **5. Riscos e Benefícios.**

**5a) Riscos:** Os produtos terão assegurada sua qualidade microbiológica, antes de serem submetidos à análise sensorial. Portanto, os riscos estão relacionados à possibilidade de se queimar, uma vez que a bebida será servida quente, mas caso isso ocorra, os pesquisadores estarão por perto para auxiliá-lo no que for preciso. Você também pode não gostar do produto ou se sentir constrangido em participar do teste. Neste caso, você poderá desistir da análise sensorial em qualquer momento, sem prejuízo à sua pessoa.

**5b) Benefícios:** O benefício está relacionado à população consumidora de cafés solúveis e óleo de café. Espera-se, com a pesquisa, que seja possível estabelecer qual a melhor condição de armazenamento do óleo de café e até quando (vida útil) é possível oferecê-lo aos consumidores sem que haja alteração de características físico-químicas e sabor do produto.

#### **6. Critérios de inclusão e exclusão.**

**6a) Inclusão:** Indivíduos com idade entre 18 e 60 anos, de ambos os gêneros, que apreciem café e que estejam acostumados a participar de análises sensoriais de bebidas de café.

**6b) Exclusão:** Indivíduos que apresentem intolerância ao café solúvel e/ou óleo de café, estejam com algum tipo de problema de saúde que possa prejudicar a sua percepção sensorial e que possa interferir na análise sensorial do produto (gripes e/ou resfriados e/ou rinite alérgica e/ou uso de aparelhos que afetem percepção sensorial).

#### **7. Direito de sair da pesquisa e a esclarecimentos durante o processo.**

Você tem o direito de esclarecimentos em qualquer etapa da pesquisa. Você é livre para recusar-se a participar, retirar seu consentimento ou interromper a participação a qualquer momento. A sua participação é voluntária e a recusa em participar não irá acarretar qualquer penalidade.

Você pode assinalar o campo a seguir, para receber o resultado desta pesquisa, caso seja de seu interesse :

(  ) quero receber os resultados da pesquisa (email para envio : \_\_\_\_\_)

(  ) não quero receber os resultados da pesquisa

#### **8. Ressarcimento e indenização.**

Você não será remunerado ou ressarcido por sua participação na análise sensorial. No entanto, caso ocorram danos comprovadamente decorrentes de sua participação na pesquisa, a indenização está prevista na Resolução CNS 466/2012.

#### **ESCLARECIMENTOS SOBRE O COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA:**

O Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos (CEP) é constituído por uma equipe de profissionais com formação multidisciplinar que estão trabalhando para assegurar o respeito aos seus direitos como participante de pesquisa. Ele tem por objetivo avaliar se a pesquisa foi planejada e se será executada de forma ética. Se você considerar que a pesquisa não está sendo realizada da forma como você foi informado ou que você está sendo prejudicado de alguma forma, entre em contato com o Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (CEP/UTFPR). Av. Sete de Setembro, 3165, Rebouças, CEP 80230-901, Curitiba-PR, telefone: 3310-4494, e-mail: [coep@utfpr.edu.br](mailto:coep@utfpr.edu.br)

**B) CONSENTIMENTO (do sujeito de pesquisa ou do responsável legal – neste caso anexar documento que comprove parentesco/tutela/curatela)**

Eu declaro ter conhecimento das informações contidas neste documento e ter recebido respostas claras às minhas questões a propósito da minha participação direta (ou indireta) na pesquisa e, adicionalmente, declaro ter compreendido o objetivo, a natureza, os riscos e benefícios deste estudo.

Após reflexão e um tempo razoável, eu decidi, livre e voluntariamente, participar deste estudo. Estou consciente que posso deixar o projeto a qualquer momento, sem nenhum prejuízo.

Nome

completo: \_\_\_\_\_

RG: \_\_\_\_\_

Data de

Nascimento: \_\_/\_\_/\_\_\_\_ Telefone: \_\_\_\_\_

Endereço: \_\_\_\_\_

CEP: \_\_\_\_\_ Cidade: \_\_\_\_\_

Estado:

\_\_\_\_\_

Assinatura:

Data: \_\_/\_\_/\_\_\_\_

\_\_\_\_\_

Eu declaro ter apresentado o estudo, explicado seus objetivos, natureza, riscos e benefícios e ter respondido da melhor forma possível às questões formuladas.

Assinatura do pesquisador:

Data: \_\_/\_\_/\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
Lyssa Setsuko Sakanaka

Para todas as questões relativas ao estudo ou para se retirar do mesmo, poderão se comunicar com Marcelo Zuchi Sanches ou Lyssa Sakanaka, via e-mail: [marcelozsanches@hotmail.com](mailto:marcelozsanches@hotmail.com) ou [lyssa@utfpr.edu.br](mailto:lyssa@utfpr.edu.br) ou telefones: 43-3315-6153 ou 43-9157-9178.

**Endereço do Comitê de Ética em Pesquisa para recurso ou reclamações do sujeito pesquisado**

Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (CEP/UTFPR)  
REITORIA: Av. Sete de Setembro, 3165, Rebouças, CEP 80230-901, Curitiba-PR, telefone: 3310-4494, E-mail: [coep@utfpr.edu.br](mailto:coep@utfpr.edu.br)

**OBS:** este documento deve conter duas vias iguais, sendo uma pertencente ao pesquisador e outra ao participante da pesquisa.

## ANEXO C

## FICHA DE ANÁLISE SENSORIAL

Nome \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_\_\_



## TESTE TRIANGULAR



No grupo de amostras apresentadas, duas são iguais e uma é diferente.  
 Prove e avalie cada uma das amostras, na ordem em que estão sendo apresentadas  
 e faça um círculo em volta da amostra diferente.

GRUPO	CÓDIGO DA AMOSTRA		
I-A	397	561	240

Comentários: \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_