

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
FACULDADE DE FARMÁCIA**

WADSON FERREIRA VILELA

**CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS ALIMENTARES EM
BORRAS DE CAFÉ EXPRESSO SUBMETIDAS A
TRATAMENTO COM PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO ALCALINO**

Belo Horizonte, 2015

WADSON FERREIRA VILELA

**CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS ALIMENTARES EM
BORRAS DE CAFÉ EXPRESSO SUBMETIDAS À
TRATAMENTO COM PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO ALCALINO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Minas Gerais, como requisito parcial à obtenção do Título de Mestre em Ciência dos Alimentos.

Área de Concentração: Química e bioquímica de Alimentos.

Orientadora: Dr^a Adriana Silva França.

Belo Horizonte, 2015



UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG
Faculdade de Farmácia
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE ALIMENTOS - PPGCA

WÁDSON FERREIRA VILELA

CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS EM BORRA DE CAFÉ EXPRESSO
SUBMETIDA A TRATAMENTO COM PERÓXIDO DE
HIDROGÊNIO ALCALINO

DISSERTAÇÃO APROVADA EM 17 DE DEZEMBRO DE 2015

COMISSÃO EXAMINADORA

Adriana S. França
Profa. Dra. ADRIANA SILVA FRANÇA
Orientadora e Presidente da Comissão

Viviane Santos Birchall
Profa. Dra. VIVIANE SANTOS BIRCHAL

Scheilla Vitorino Carvalho de Souza Ferreira
Profa. Dra. SCHELLA VITORINO CARVALHO DE SOUZA FERREIRA

Vilela, Wadson Ferreira.

V699c Caracterização das fibras alimentares em borras de café expresso submetidas à tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino / Wadson Ferreira Vilela – 2015.

101 f. : il.

Orientadora: Adriana Silva França.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Faculdade de Farmácia, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos.

1. Café – Análise – Teses. 2. Peróxido de hidrogênio alcalino - Teses. 3. Fibras alimentares – Teses. 4. Atividade antioxidante – Teses. I. França, Adriana Silva. III. Universidade Federal de Minas Gerais. Faculdade de Farmácia. IV. Título.

CDD: 663.93

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pela presença constante em minha vida e por ter permitido concluir mais uma das etapas da minha vida.

Aos meus pais Devair e Cleuza pelo apoio, suporte e minha existência. Sou muito grato por tê-los ao meu lado.

Aos meus irmãos Reggiani e Emerson pelo incentivo e compreensão.

Aos primos José e Andreia que não mediram esforços para me ajudar nos primeiros meses de vida em Belo Horizonte.

Ao programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos (PPGCA) da faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Minas Gerais.

Ao Laboratório do Núcleo de Aproveitamento de Resíduos Sólidos do departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais.

Aos meus colegas de laboratório que me acompanharam e me ensinaram a cada realização deste trabalho. A Daniela Leão pelas dicas valiosas e paciência por me ensinar, eternamente agradecido por tudo.

A professora Adriana pela oportunidade, paciência e conhecimento.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo auxílio financeiro.

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho e para minha formação como profissional e ser humano.

"Lute com determinação, abrace a vida com paixão, perca com classe e vença com ousadia, porque o mundo pertence a quem se atreve e a vida é muito para ser insignificante."

Augusto Branco

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi a obtenção de pós ricos em fibras alimentares (PRF) a partir da borra de café expresso na forma bruta e modificada em diferentes concentrações com peróxido de hidrogênio alcalino. A partir desses pós, realizou-se a caracterização por meio das análises físico-químicas (umidade, resíduo mineral fixo, extrato etéreo e fibra alimentar solúvel e insolúvel). As propriedades tecnológicas foram avaliadas por meio da determinação do índice de absorção de água (IAA), índice de absorção de óleo (IAO), volume de intumescimento (VI) e índice de solubilidade em água (ISA). As análises colorimétricas foram realizadas utilizando ângulo de observação de 10° e iluminante padrão D65 (luz diurna). Foram realizados os ensaios de fenólicos extraíveis totais pelo método de Folin-Ciocalteu e também de proantocianidinas não extraíveis-NEPA pelo método da butanolise ácida (HCL/Butanol), além dos ensaios de avaliação da capacidade antioxidante pelo método DPPH. Os resultados mostraram que o tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino foi efetivo para melhorar as propriedades tecnológica das fibras. O tratamento proporcionou mudanças significativas nos parâmetros da cor, propriedades físico químicas, bem como no rendimento e na granulometria obtida. O tratamento teve um impacto significativo na atividade antioxidante avaliada pelo método DPPH. Apesar do tratamento químico com peróxido de hidrogênio fornecer uma diminuição do teor de compostos fenólicos, correlacionado com uma menor atividade antioxidante, os teores de proantocianidinas não extraíveis obtidas em altas concentrações com o tratamento, foram semelhantes ou superiores comparado a outros resíduos agroindustriais.

Palavras-chave: Borra de café, peróxido de hidrogênio alcalino, fibras alimentares, atividade antioxidante.

ABSTRACT

The objective of this study was to obtain post rich dietary fiber powder (PRF) from the coffee grounds expressed in raw form and modified in different concentrations with alkaline hydrogen peroxide. From these powders, there was the characterization by means of physical-chemical analysis (moisture, fixed mineral residue, ether extract and soluble and insoluble dietary fiber). The technological properties were evaluated by determining the water absorption capacity (WAC), oil absorption capacity (OAC) Swelling volume (SV) and water solubility capacity (WSC). The colorimetric analyzes were performed using 10 observation angle and standard illuminant D65 (daylight). Total extractable phenolic tests by the Folin-Ciocalteu method and also of non-extractable proanthocyanidins-NEPA by the method butanol-HCl treatment (butanolysis) and the proof test of antioxidant capacity by DPPH method. The results showed that treatment with alkaline hydrogen peroxide was effective to improve the technological properties of the fibers. The treatment provided significant changes in the color parameters, physicochemical properties, as well as in yield and particle size obtained. The treatment had a significant impact on the antioxidant activity measured by DPPH method. While the chemical treatment with hydrogen peroxide to provide a decreased content of phenolic compounds and which was correlated with a lower antioxidant activity assessed by the DPPH method, proanthocyanidins content not extractable obtained in high concentrations with the treatment were still similar or superior in relative to other agricultural residues

Keywords: Spent coffee ground, alkaline hydrogen peroxide, food fibers, antioxidant activity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Principais produtores de café no ano de 2014.....	19
Figura 2 - Participação percentual da produção de café por UF (2015).....	19
Figura 3- Modelo da estrutura molecular dos principais constituintes do material lignocelulósico.....	25
Figura 4- Estrutura da celulose.	26
Figura 5- Estrutura da matéria lignocelulósica antes e após o pré-tratamento	28
Figura 6- Fluxograma para obtenção da borra de café expresso modificada quimicamente.....	37

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Codificação e descrição das amostras.....	38
Tabela 2- Determinação do rendimento das amostras de borra de café expresso em função dos diferentes tratamentos empregados com peróxido de hidrogênio alcalino na exposição das fibras.....	49
Tabela 3 - Teores de umidade, resíduo mineral fixo e extrato etéreo de pós rico em fibras alimentares (PRF).....	49
Tabela 4 - Porcentagem de Fibra alimentar total (FAT), Fibra alimentar solúvel (FAS) e Fibra alimentar insolúvel (FAI) obtidos a partir dos pós de borra de café expresso determinados a 20°C.....	54
Tabela 5 - Resultados das propriedades tecnológicas dos pós ricos em fibras de borra de café expresso determinados a 20°C.	57
Tabela 6 - Parâmetros de cor das amostras de borra de café expresso determinadas a 20,0°C.	62
Tabela 7 - Teores médios de compostos fenólicos totais extraíveis (mg EAG.100g ⁻¹ de amostra seca) obtidos para as amostras de borra de café expresso determinadas a 20,0°C.	64
Tabela 8 - Teor de proantocianidinas não extraíveis (NEPA) obtidos para as amostras de borra de café expresso determinados a 20,0°C.	68
Tabela 9 - Atividade antioxidante em grama de matéria seca/grama de DPPH obtidos para as amostras de borra de café expresso determinadas a 20,0°C.....	70

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CONAB- Companhia Nacional de Abastecimento

DPPH- 2,2-difenil-1-picril-hidrazil

FAI- Fibra Alimentar Insolúvel

FAS- Fibra Alimentar Solúvel

FAT- Fibra Alimentar Total

GAE- Equivalente de ácido gálico

IAA- Índice de Absorção de Água

IAL- Instituto Adolf Lutz

IAO- Índice de Absorção de Óleo

ISA- Índice de Solubilidade em Água

NEPA- Proantocianidinas Não extraíveis

PRF- Pós Rico em Fibras

RMF- Resíduo Mineral Fixo

VI- Volume de Intumescimento

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DE LITERATURA	18
2.1 O CAFÉ	18
2.1.1 Importância econômica do café	18
2.1.2 Borra de café expresso	20
2.2 FIBRAS ALIMENTARES	22
2.3 RESÍDUO LIGNOCELULÓSICO	25
2.4 TRATAMENTO QUÍMICO	27
2.4.1 Peróxido de Hidrogênio Alcalino	28
2.5 FIBRAS ALIMENTARES COM CAPACIDADE ANTIOXIDANTE	31
2.5.1 Avaliação da atividade antioxidante	33
3 MATERIAL E MÉTODOS	35
3.1 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS	35
3.2 PREPARO DAS AMOSTRAS	35
3.2.1 Obtenção de pós ricos em fibras alimentares	35
3.2.2 Obtenção da borra de café expresso modificada	36
3.2.3 Obtenção dos extratos para avaliação da atividade antioxidante	38
3.3 RENDIMENTO	39
3.4 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	39
3.4.1 Análise de Umidade	39
3.4.2 Análise do resíduo mineral fixo	40
3.4.3 Análise de extrato etéreo	41
3.4.4 Determinação de Fibra Alimentar	41
3.5 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS	43
3.5.1 Determinação do índice de absorção de água (IAA)	43
3.5.2 Determinação do índice de absorção de óleo (IAO)	44
3.5.3 Determinação do volume de intumescimento (VI)	44
3.5.4 Determinação do Índice de solubilidade em água (ISA)	45
3.6 ANÁLISE COLORIMÉTRICA	45
3.7 CONTEÚDO DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS	46

3.8 TEOR DE PROANTOCIANIDINAS NÃO EXTRAÍVEIS (NEPA)	47
3.9 CAPACIDADE ANTIOXIDANTE PELO MÉTODO DPPH'	47
3.10 ANÁLISES ESTATÍSTICAS	48
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	48
4.1 RENDIMENTO.....	49
4.2 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS.....	50
4.3 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS	58
4.4 ANÁLISE COLORIMÉTRICA	62
4.5 CONTEÚDO DE FENÓLICOS TOTAIS	64
4.6 TEOR DE PROANTOCIANIDINAS NÃO EXTRAÍVEIS (NEPA)	68
4.7 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE PELO MÉTODO DPPH.....	70
5 CONCLUSÃO.....	73
6 PERSPECTIVAS.....	74
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75
8 ANEXOS	100

1 INTRODUÇÃO

O café é uma das bebidas mais apreciadas no mundo, e, portanto, está inserido na cultura de diversos países, na forma dos mais variados tipos de bebidas. A bebida café tem origem na semente do fruto do cafeeiro e atualmente são cultivadas duas espécies a nível mundial: *Coffea arabica* (café arábica) e *Coffea canephora* var. *robusta* (café robusta). No Brasil o café arábica é a espécie de café mais antiga que se conhece e é considerada a espécie mais nobre, sendo responsável por 77,3% do café exportado (ABIC, 2014). Já o café robusta difere dos cafés arábica em termos de sabor (origina uma bebida mais amarga), se adapta a altitudes mais baixas e é um grão mais resistente a pragas (BELITZ *et al.*, 2009).

O Brasil é o maior produtor e exportador mundial de café, sendo responsável por 32,22% do mercado internacional (ABIC, 2014). A nível nacional o estado de Minas Gerais lidera o ranking, onde se concentra a maior área cultivável de café com aproximadamente 1.238.270 mil hectares, predominando a espécie arábica com 98,87% no estado (ABIC, 2014), diante deste contexto a indústria do café se torna uma das indústrias que mais movimentam capital, a nível mundial, logo a seguir ao petróleo (FRANCA *et al.*, 2008; MUSSATTO *et al.*, 2011). O café é, portanto, um dos produtos primários mais valiosos, pois seu cultivo, processamento, comercialização, transporte e mercado proporcionam empregos em várias partes do mundo.

Devido a sua vocação fortemente agrícola, o Brasil recebe uma descarga de biomassa representada por resíduos de origem agroalimentar, geralmente rica em diversos nutrientes e com potencial elevado de atividade antioxidante. Produtores e indústrias lidam com os problemas desses resíduos, que, embora sejam biodegradáveis, requerem um tempo mínimo para serem mineralizados, constituindo-se numa fonte de poluente ambiental (CATANEO *et al.*, 2008).

Na indústria cafeeira, a borra de café, que é o material insolúvel resultante da etapa de extração no preparo da bebida de café, é constituída principalmente de polissacarídeos estruturais da parede celular, dentre eles a celulose, hemicelulose e lignina. A presença dessas frações na borra de café torna o resíduo uma fonte de

fibra alimentar, notadamente de fibra insolúvel (BORRELI *et al.*, 2004). Atualmente, existem poucos estudos desse resíduo no que tange a aplicação tecnológica na indústria de alimentos, sendo que as pesquisas na maioria das vezes são voltadas para produção de biocombustíveis (SILVA *et al.*, 1998), utilização do resíduo para queima nas caldeiras, com intuito de geração de vapor, ou repassado para a agricultura, que a utiliza como adubo orgânico (BORRE *et al.*, 2010). No entanto, diversos estudos recentes demonstram que este resíduo apresenta potencial como fonte de antioxidantes (BRAVO *et al.*, 2013; PANUZA *et al.*, 2013; PAVLOVICA *et al.*, 2013).

As fibras alimentares podem ser obtidas a partir de resíduos industriais alimentícios e empregadas como matéria prima para a produção de alguns alimentos perfeitamente passíveis de serem incluídos na alimentação humana (GIUNTINI *et al.*, 2003). É reconhecido que esses polímeros ocasionam inúmeros efeitos benéficos à saúde humana, incluindo a prevenção de doenças cardíacas, diabetes, obesidade e várias doenças gastrointestinais (ANDERSON *et al.*, 2009). Estudos apontam que vários resíduos agroalimentares podem ser considerados como fontes promissoras de muitos nutrientes, dentre eles, fibras alimentares com elevada capacidade antioxidante (DOMINGUEZ *et al.*, 2001; NAWIRSKA; KWAŚNIEWSKA, 2005). Muitos exemplos podem ser citados, tais como cascas de abacaxi (LARRAURI *et al.*, 1997), couve-flor (FEMENIA *et al.*, 1999) e cascas de pequi (LEAO, 2013).

No âmbito da aplicação tecnológica, quando se pretende formular um produto com alto teor de fibras, esse apresenta alguns problemas que muitas vezes limitam seu uso. A baixa funcionalidade da fibra e seus efeitos deletérios sobre a funcionalidade de outros componentes do alimento, a textura arenosa e a perda do volume do produto são alguns deles (ARTZ; WARREN e VILLOTA, 1990). Desta forma, muitas vezes há necessidade de modificação das características funcionais desses materiais antes da incorporação em alimentos. Em materiais lignocelulósicos, os efeitos negativos podem ser minimizados com a aplicação de tratamentos, físicos ou químicos, para, simultaneamente, solubilizar parte da lignina e reduzir a cristalinidade da celulose. Isto aumenta a capacidade de hidratação destes materiais, melhorando, conseqüentemente, as características sensoriais do

produto final onde será utilizada a fibra, principalmente em relação à sensação tátil na boca (GOULD *et al.*, 1989).

Portanto, a possível utilização de borras de café do tipo expresso como fonte de fibra alimentar antioxidante representa uma excelente alternativa de aproveitamento desse insumo. Além de promover uma redução da taxa de descarte deste resíduo nos aterros e lixões, possibilita menos danos para o meio ambiente e proporciona benefícios à saúde humana devido ao seu efeito funcional. Fatores atrelados ao aumento potencial da funcionalidade das fibras de borra de café expresso e a minimização do resíduo gerado são itens motivadores deste trabalho.

O objetivo geral deste estudo é caracterizar as propriedades das fibras alimentares presentes na borra de café expresso na forma bruta; e após o tratamento químico e avaliar o potencial deste resíduo como uma possível alternativa como ingrediente alimentar.

Os objetivos específicos do trabalho são:

- a. Obtenção de pós ricos em fibras alimentares (PRF) a partir da borra de café expresso na forma bruta e da borra modificada pelo tratamento químico com peróxido de hidrogênio alcalino.
- b. Caracterização físico-químicas dos pós produzidos que incluem: umidade, extrato etéreo e resíduo mineral fixo.
- c. Quantificar o teor de fibra alimentar total e fracionada (solúvel e insolúvel) dos PRF.
- d. Estudar as propriedades funcionais tecnológicas dos PRF e, com isso, fomentar possíveis aplicações em produtos alimentícios; e
- e. Avaliar a capacidade antioxidante dos extratos obtidos e confrontar os resultados com os teores de compostos fenólicos totais e proantocianidinas não extraíveis (NEPA).

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 O CAFÉ

O cafeeiro (*Coffea arabica* .L) é um arbusto pequeno, originário das florestas da Etiópia e sul do Sudão, cultivado apenas nas regiões tropicais e subtropicais em altitudes que variam de 1.600 a 2.000m. Outra espécie é o *Coffea canephora*, que tem sua origem na Bacia do Rio Congo, e é conhecido mundialmente como café robusta ou conilon. É cultivado na África Ocidental e Central, no sudeste da Ásia e em algumas regiões das Américas, com destaque para o Brasil (ECCARDI; SANDALJ, 2002). Das centenas de espécies de café, apenas as espécies *Coffea arabica* e *Coffea canephora* (*Coffea robusta*) assumem importância econômica mundial (WINTGENS, 2009).

Algumas diferenças entre as espécies devem ser relatadas. O café arábica é mais fino, resultando em uma bebida de qualidade superior, com mais aroma e sabor. Já os grãos robusta é indicado para produção de café solúvel por apresentar maior teor de sólidos solúveis, podendo também ser utilizado na formação de blends com o café arábica, com a finalidade de conferir mais corpo à bebida e diminuir a acidez da mistura (NACIF, 2003).

2.1.1 Importância econômica do café

O café é a mais importante *commodity* de alimentos do mundo e o segundo no ranking depois do petróleo entre todas as commodities. O Brasil é o maior produtor mundial de café, com uma safra estimada em 2015 de 42,15 milhões de sacas de 60 quilos de café beneficiado (espécies arábica e conilon), o que corresponde a 33% de todo o café comercializado, incluindo o mercado interno e externo (CONAB, 2015). Além do Brasil destacam-se, em sequência, os grandes produtores de café mundial, entre eles: Vietnã, Colômbia, Indonésia, Etiópia, Índia, México e Guatemala (Figura 1). Vale ressaltar que o Brasil detém a maior área cultivável da cultura cafeeira totalizando uma área de 2.246,7 mil hectares.

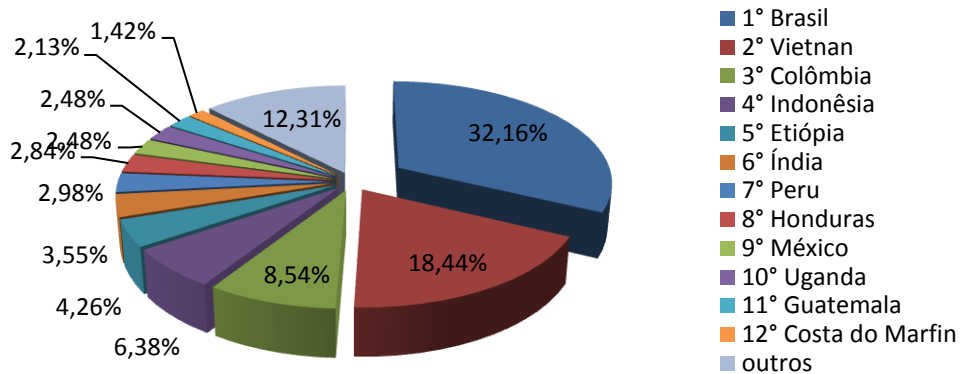


Figura 1- Principais produtores de café no ano de 2014
 Fonte: CONAB, 2014.

No acompanhamento da estimativa da safra brasileira nos anos de 2014/2015, segundo a Conab (Companhia Nacional do Abastecimento), a produção nacional do café tem o estado de Minas Gerais como o campeão de produtividade, principalmente da espécie arábica seguido pelos estados do Espírito Santo, São Paulo, Bahia, Paraná, e Rondônia (Figura 2).

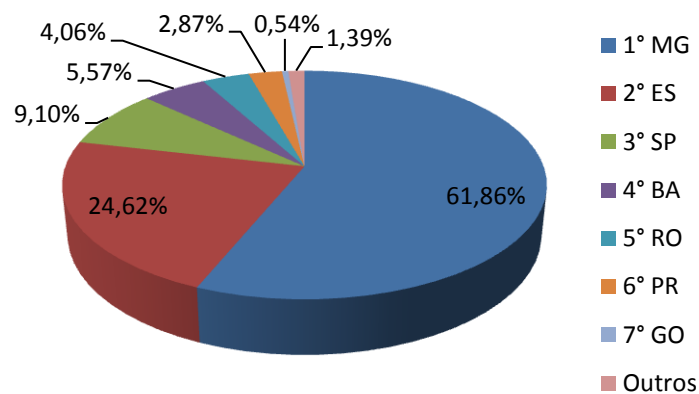


Figura 2 - Participação percentual da produção de café por UF (2015).
 Legenda: (outros) Acre, Ceará, Pernambuco, Mato Grosso do Sul, Distrito Federal, Pará, Mato Grosso e Rio de Janeiro.
 Fonte: CONAB, 2015.

Como grande produtor mundial, o Brasil é o segundo maior consumidor da bebida de café, atrás apenas do Estados Unidos. O consumo interno no país tem aumentado nos últimos anos. No período compreendido entre novembro/2013 a novembro/2014, o consumo de café foi de 20,333 milhões de sacas. O consumo per

capita também aumentou ligeiramente, passando de 4,89 kg/habitante.ano de café torrado e moído (6,12 kg de café verde em grão), o equivalente a 81 litros/habitante.ano, registrando uma evolução de 1,24% em relação ao ano de 2013 (ABIC, 2014).

2.1.2 Borra de café expresso

O café é um dos produtos primários mais valiosos do mundo, devido ao alto consumo da bebida de café. A cadeia produtiva deste alimento na indústria cafeeira gera grandes quantidades de resíduos e um dos principais resíduos advindos desta atividade, destaca-se: a borra de café. A borra de café é um resíduo obtido não só durante a produção de café instantâneo, mas também como resultado do consumo do preparo de bebidas em restaurantes e cafeterias (MUSSATTO *et al.*, 2011).

O café expresso teve origem na Itália e hoje é amplamente disseminado em diversos países, como nos Estados Unidos, Japão, Canadá, entre outros. Pode ser definido como uma bebida polifásica, obtida pelo processo de percolação de água quente sob pressão em grãos de café compactados (ALBANESE *et al.*, 2009). Um café expresso de boa qualidade deve conter atributos sensoriais específicos relacionados à aparência, sabor e aroma, como gosto amargo balanceado, corpo forte, aroma intenso e presença de espuma com textura compacta. A presença e a intensidade de cada termo descritor sensorial deste tipo de café são influenciadas pela origem botânica do café, pelo grau de torração dos grãos de café, e principalmente, pelas variáveis do processo de percolação (tipo de cafeteira expresso, grau de moagem, temperatura e pressão da água e tempo de percolação) (ANDUEZA; PEÑA; CID, 2003).

O preparo deste tipo de café é feito por máquinas do tipo expresso, e exige blends elaborados especificamente para esse fim, combinando diferentes origens com diferentes formas de manejo (café orgânico, por exemplo) e de preparo pós-colheita (natural, cereja descascado, lavado e desmucilado). Os grãos para expresso devem ser Gourmet ou Qualidade superior, variedade de Café Especial, com grau de torra variando de moderadamente escuro a médio claro (VEGRO, 2002).

A borra é um subproduto com alta natureza orgânica e umidade, sua composição química é baseada em celulose, hemicelulose, proteínas, lipídeos, polifenóis, minerais e diferentes produtos formados pela reação de mailard durante o processo de torração, tais como as melanoidinas (BORRELI *et al.*, 2004).

Muitas pesquisas tem sido desenvolvidas para verificar possíveis aplicações da borra de café como potencial insumo agrícola, entre eles, alternativa para remover corantes básicos (FRANCA *et al.*, 2009) e íons de metais pesados presentes em águas contaminadas (TOKIMOTO *et al.*, 2005). Devido a elevada carga orgânica, o resíduo torna-se promissor para a produção de biodiesel (KONDAMUDI *et al.*, 2008).

A presença de material orgânico na borra de café é altamente poluente devido a grande quantidade de oxigênio a ser degradada (SILVA *et al.*, 1998), além do mais a presença de cafeína, polifenóis ou taninos confere uma natureza tóxica deste subproduto, especialmente para o solo e que representa uma poluição drástica quando descartada de maneira inadequada (MUSSATTO *et al.*, 2011). Porém pesquisas relatam evidências de benefícios para a saúde, parcialmente devido a presença de fibras alimentares com atividade antioxidante dos compostos fenólicos presentes na borra de café (BUTT e SULTAN, 2011). Pesquisas recentes demonstram que os componentes bioativos presentes na borra de café possuem atividade neurotróficas e neuroprotetoras, dando ainda mais suporte para a produção de alimentos funcionais ou suplementos dietéticos contendo fenólicos de café. (KIM, 2007; SUL *et al.*, 2009; JEONG *et al.*, 2011).

2.2 FIBRAS ALIMENTARES

A definição de fibra alimentar, proposta pela American Association Cereal Chemists (AACC), designa como a parte comestível das plantas ou análogos aos carboidratos que são resistentes à digestão e absorção pelo intestino delgado, com fermentação parcial ou total no intestino grosso. O Institute of Medicine (IOM), autor das *Dietary References Intakes* (DRIs) complementou esta definição, incluindo substâncias que são fisiologicamente semelhantes às fibras, como a inulina, FOS e amidos resistentes, e ainda as fibras sintéticas e as de origem animal, como a quitosana e os glicosaminoglicanos (DALL'ALBA, AZEVEDO, 2010).

As fibras alimentares correspondem a uma classe de compostos no qual incluem uma mistura de oligo e polissacarídeos como celulose, hemicelulose, substâncias pécticas, gomas, mucilagens, amidos resistentes, frutoligosacarídeos e inulina, que podem estar associadas com a lignina e outros compostos não relacionados aos carboidratos, como polifenóis, ceras, saponinas, cutina, fitatos e proteína resistente (BOCLÉ *et al.*, 2005; ELLEUCH *et al.*, 2011). Elas podem ser agrupadas em duas classes maiores, de acordo com sua solubilidade em água, em fibras alimentares solúveis e insolúveis (NAWIRSKA, KWAŚNIEWSKA, 2005).

Estudos revelam que as fibras solúveis podem ter ação protetora contra doenças inflamatórias intestinais, tais como Doença de Crohn e colite ulcerativa, aumentando a produção de ácidos graxos de cadeia curta, atuando como imunomoduladores no tecido inflamado e também pelo aumento da proporção de microorganismos benéficos que compõem a microflora gastrointestinal em detrimento de bactérias patogênicas (GALVEZ *et al.*, 2005).

As fibras alimentares insolúveis possuem pouca solubilidade em água e permanecem praticamente intatas através de todo trato gastrintestinal. As fibras insolúveis contribuem para a redução do peso corporal por induzirem a saciedade, atuando também na modulação do peristaltismo intestinal através do aumento do bolo fecal (PAPATHANASOPOULOS, CAMILLERI, 2010).

Muitos trabalhos sobre fibras alimentares têm sido desenvolvidos nos últimos tempos, constatando seus inúmeros benefícios para a saúde tanto no tratamento como na prevenção de diversas doenças como diabetes, hiperlipidemias, obesidade, constipação e câncer de cólon (ANDERSON *et al.*, 2009; FERRARI *et al.*, 2013).

Os benefícios fisiológicos da fibra estão relacionados às suas propriedades físico-químicas (ROBERTSON *et al.*, 2000). A propriedade mais apreciada é a capacidade de retenção de água. Do ponto de vista fisiológico, maiores valores de retenção de água propiciam maior volume e umidade do bolo fecal, aumentando a sensação de saciedade e regulando o trânsito intestinal. Do ponto de vista tecnológico, possibilita que os produtos enriquecidos com fibra mantenham suas características de textura durante maior tempo (SAURA-CALIXTO, 2011).

As propriedades tecnológicas dos alimentos afetam as características nutritivas e sensoriais dos produtos, além de ter um importante papel físico na preparação, processamento e estocagem dos alimentos, também estão relacionadas com a capacidade de hidratação, propriedades relacionadas com tamanho, forma e propriedades de superfície das moléculas (SEIBEL; BELÉIA, 2009).

A capacidade de hidratação de água, no caso das fibras, está relacionada com as propriedades hidrofílicas dos grupos hidroxilas livres dos polissacarídeos. A fibra, quando em contato com a água, tem suas macromoléculas dispersas e expandidas. Sua hidratação ocorre por adsorção na superfície das macromoléculas e por incorporação às regiões intersticiais da matriz fibrosa (KAY, 1982).

O IAO é importante para a identificação do potencial do aditivo como agente emulsificante. Os emulsificantes em geral apresentam um segmento de sua molécula com propriedades hidrofílicas e outro segmento lipofílico, servindo por isso, para compatibilizar a mistura de água com óleos, fazendo pontes entre esses componentes, formando emulsões. Na indústria de alimentos um aditivo que possui alto IAO pode apresentar grande importância tendo várias aplicações, como por exemplo melhoradores de textura e da vida de prateleira de produtos contendo amido, pela formação de complexos com os componentes destes; melhoradores de

textura de produtos à base de gorduras, pelo controle de polimorfismo e da estrutura cristalina das gorduras e promover a solubilização de aromas (SANTOS, 2009), porém Betancur-Ancona *et al.* (2004) comentam que um baixo índice de absorção de óleo está associado à diminuição da absorção do colesterol, portanto o essa propriedade da fibra de borra de café não poderia ser útil na alimentação de pacientes hipercolesterolêmicos.

O volume de intumescimento é um fenômeno decorrente da difusão induzido pela afinidade das moléculas do material pelas moléculas pertencentes ao fluido. À medida que o líquido interativo entra em contato com a molécula ocorre um mecanismo do tipo “abertura das fibrilas” onde é produzida uma forma porosa. Quando o intumescimento inicia, mais grupos hidroxilas tornam-se acessíveis para acomodar mais líquido, os quais abrem ainda mais a estrutura e causam mais intumescimento. Quando o líquido interativo é somente água, os grupos hidroxilas presentes na região amorfa tornam-se disponíveis enquanto os das regiões cristalinas permanecem inacessíveis durante todo o processo (QIAN e DING, 1996).

Um produto para ser considerável como fonte de fibra ideal deve seguir alguns requisitos, tais como: ser neutro em teste, cor, textura e odor; fornecer uma composição balanceada de fibras solúveis e insolúveis e quantidades adequadas de compostos bioativos associados; não afetar adversalmente ao alimento quando adicionado; ser compatível com alimento processado; apresentar uma imagem positiva perante ao consumidor no que diz respeito a fonte e a salubridade e possuir efeitos fisiológicos esperados (LARRAURI, 1999).

Thebaudin e colaboradores (1997) comentam que para adicionar fibra em formulações faz-se necessário mudança de níveis de outros ingredientes. A sensação granular produzida pela adição de fibras pode levar a limites organolépticos. Produção de fibras com tamanho de partícula reduzido pode eliminar este problema, mas também pode afetar as propriedades funcionais. Os pesquisadores relatam que podem ser produzidas fibras com características neutras e não neutras, que irão influenciar nas propriedades sensoriais. Ingredientes ricos em fibras podem ser usados por seu efeito de textura e estabilização em alimentos.

A maneira como a fibra é adicionada ao alimento pode determinar a efetividade de sua incorporação. Guillon e Champ (2000) descrevem que é necessário a identificação de fatores químicos e físicos, que incluem: teor de umidade, pH, temperatura de processamento, viscosidade, cor, características texturais e sensoriais.

2.3 RESÍDUO LIGNOCELULÓSICO

Os materiais lignocelulósicos são polímeros de carboidratos complexos, basicamente compostos por: celulose, hemicelulose e lignina. Estes componentes representam cerca de 90% da massa seca do material. Os 10% restantes consistem em extrativos e cinzas. A composição química e estrutural desses materiais varia bastante devido a fatores genéticos e influências ambientais (BALAT, 2010). A figura 3 representa um modelo de estrutura molecular dos principais constituintes do material lignocelulósico.

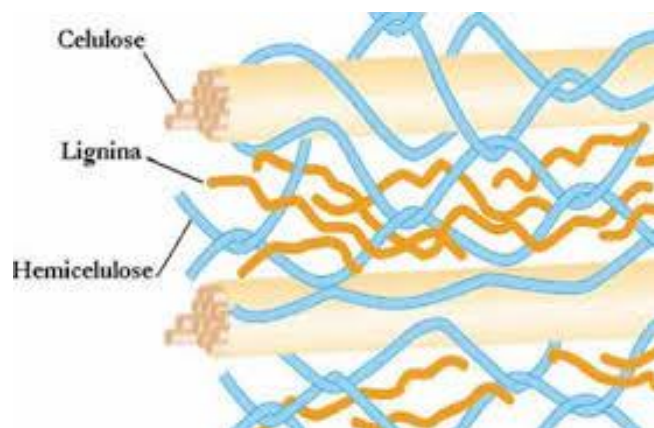


Figura 3: Modelo da estrutura molecular dos principais constituintes do material lignocelulósico

Fonte: Adaptado de Boudet *et al.*, (2003)

Analisando a Figura 3, observa-se que os componentes são arranjados de modo que as cadeias de celulose e hemicelulose sejam fixadas pela lignina. As cadeias de celulose se mantêm compactas através de ligações de hidrogênio que promovem a rigidez da planta, enquanto que a lignina circundante age como uma barreira física para o ataque de microrganismos e água. A hemicelulose, por sua

vez, proporciona a ligação entre a celulose e a lignina formando assim a rede fibrosa (FENGEL e WEGENER, 1989).

A celulose é o principal constituinte dos materiais lignocelulósicos. Quimicamente é uma molécula simples formada por anéis de β -D-glicopiranosíde unidas por ligações do tipo β -D(1,4) glicosídicas, de forma geral $(C_6H_{10}O_5)_n$. Este polímero natural é um homopolissacarídeo linear cuja unidade repetitiva é a celobiose (Figura 4) (FENGEL e WEGENER, 1989).

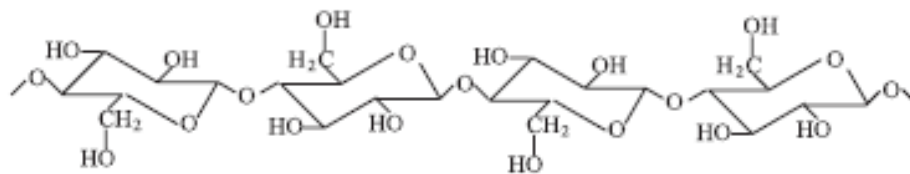


Figura 4: Estrutura da celulose (FENGEL e WEGENER, 1989).

Na celulose as cadeias de glicose são unidas por forças de Van der Waal's e por ligações de hidrogênio, sendo esta estrutura chamada de fibrila elementar. A junção dessas fibrilas elementares, proporcionam a formação das microfibrilas (FAN *et al.*,1982). As regiões dentro das microfibrilas que representam uma elevada ordem são denominadas regiões cristalinas e as regiões menos organizadas designadas amorfas. Na região cristalina a fibra tem maior resistência à tração, já na região amorfa a fibra apresenta maior grau de flexibilidade (FENGEL e WEGNER,1989).

As hemiceluloses estão presentes em todas as camadas da parede celular das plantas, mas concentram-se, principalmente, nas camadas primárias e secundárias, onde estão ligadas à celulose e lignina (FENGEL e WEGNER,1989).

A lignina é o segundo biopolímero mais abundante na superfície terrestre, e é superado apenas pela celulose (BRAGATTO, 2010). É um polímero fenólico, derivado de álcoois aromáticos, caracterizado por conferir acidez, impermeabilidade à água e resistência mecânica e microbiológica aos tecidos vegetais (CARDOSO, 2008).

2.4 TRATAMENTO QUÍMICO

A literatura registra várias técnicas de tratamentos dentre ele de origem química, física e biológica, que podem ser utilizados sozinhos ou em combinação (HSU, 1980). A presença da lignina nos materiais lignocelulósicos atua como uma barreira natural, que previne ataques por fungos e bactérias na célula vegetal. Aliadas a isso, a cristalinidade da celulose e a presença de hemicelulose tornam a biomassa muito resistente à ação enzimática (CHEN *et al.*, 2009; FAN *et al.*, 1982).

Como exemplos de tratamentos químicos têm-se o organosolv, ácido diluído, alcalino e a ozonólise. Neste trabalho utilizou-se o pré-tratamento alcalino que tem por fundamento o efeito que bases têm sobre a lignina, sendo efetivas em sua solubilização. O tratamento alcalino exibe baixa solubilização da celulose e hemicelulose se comparados com outros tratamentos. Pode ser conduzido em condições ambientes e levar de alguns segundos a dias de duração (ALVIRA *et al.*, 2010; KUMAR *et al.*, 2009; MOSIER *et al.*, 2005).

Estudos propostos por Chen *et al.*, (2009) relataram que os tratamentos químicos que utilizam bases são relativamente econômicos e degradam menos a celulose. No entanto, deve-se levar em consideração a perda de açúcares fermentescíveis e produção de compostos inibidores neste processo. A adição de agente oxidante (como oxigênio ou peróxido de hidrogênio) pode favorecer a remoção da lignina (ALVIRA *et al.*, 2010).

O tratamento ácido se torna um processo de alto custo, necessitando de equipamentos resistentes a corrosão, além de ocorrer a formação de substâncias tóxicas. O método organosolv, os solventes precisam ser drenados do reator, condensados e reciclados, o que gera alto custo no manuseio. A ozonólise necessita-se de grande quantidade de ozônio, tornando-se um processo muito caro. O tratamento alcalino produz sais irrecuperáveis que são incorporados à biomassa, porém este tipo de pré-tratamento diminui a cristalinidade da biomassa e da lignina de maneira mais eficiente do que os outros tratamentos citados (KUMAR *et al.*, 2009; TAHERZADEH; KARIMI., 2008).

O tratamento alcalino permite maior deslignificação efetiva (CHEN *et al.*, 2009) e remoção da hemicelulose, deixando as fibras de celulose altamente suscetíveis à digestão enzimática. A reação de deslignificação é fortemente dependente do pH da mistura, com um ótimo entre 11,5 a 11,6 (GOULD, 1984; GOULD, 1985; XIAO *et al.*, 2001).

Gould (1984) relata que cerca de metade da lignina e grande quantidade de hemicelulose de materiais lignocelulósicos, como palha e outros resíduos da agricultura, foram solubilizados quando aplicado o pré-tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino. A figura 5 ilustra a quebra da estrutura da matéria lignocelulósica pela influência do tratamento (MOSIER *et al.*, 2004).

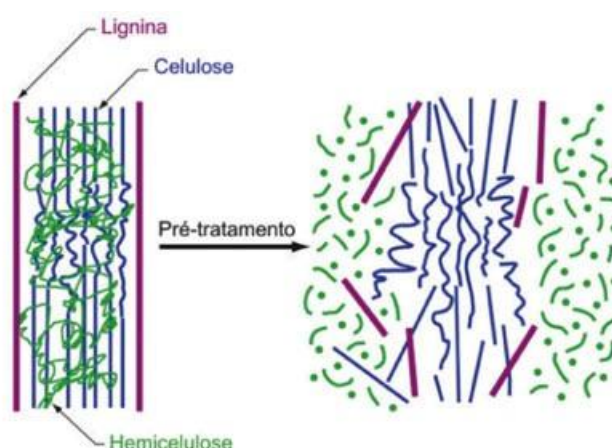


Figura 5: Estrutura da matéria lignocelulósica antes e após o pré-tratamento
Fonte: (MOSIER *et al.*, 2004).

2.4.1 Peróxido de Hidrogênio Alcalino

O peróxido de hidrogênio alcalino é um agente efetivo na deslignificação e solubilização da hemicelulose. Isso é devido à formação do ânion hidroperóxido (HOO^-), formado em pH alcalino, que se apresenta como a principal espécie ativa no peróxido. Em contraste, o peróxido de hidrogênio é instável nas condições alcalinas e decompõe-se em radicais hidroxil (OH^-) e superóxido (O_2^-). Estes radicais são responsáveis pela oxidação da estrutura da lignina, na qual ataca os grupos hidrofílicos (carboxil), quebrando algumas ligações e, eventualmente, levando a

dissolução da lignina e hemicelulose (FANG *et al.*, 1999; PAN *et al.*, 1998; SUN *et al.*, 2004).

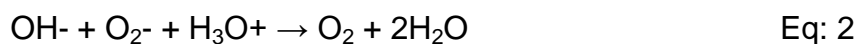
Para o entendimento do mecanismo da reação de deslignificação utilizando peróxido de hidrogênio alcalino é necessário examinar completamente as reações envolvidas na sua decomposição (GOULD, 1985).

Em pH alcalino, a dissociação do peróxido de hidrogênio (H_2O_2) forma o ânion hidroperóxido (HOO^-):

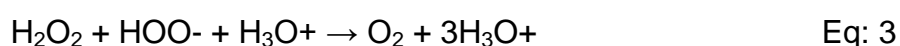


Com o pH a 11,5 o ânion hidroperóxido pode reagir com o H_2O_2 não dissociado para formar um radical hidroxila altamente reativo (OH^-) e superóxido (O_2^-).

Na ausência de outros reagentes, radicais hidroxílicos e superóxidos reagem entre si formando oxigênio e água:



Então, a reação geral de decomposição do peróxido de hidrogênio é apresentada abaixo:



Quando o peróxido de hidrogênio se decompõe em condições alcalinas na presença do substrato contendo lignina, uma menor quantidade de O_2 é envolvida se comparada com a quantidade teórica máxima, indicando que pelo menos alguns dos intermediários reativos formados na reação de decomposição do peróxido foram incorporados nos produtos oxidados da lignina. O fato é que a extensão da deslignificação é máxima em pH 11,5 e sugere fortemente que estes intermediários são gerados via reação (Equação 2), sendo a reação fortemente dependente do pH. A diminuição na eficiência da deslignificação das amostras tratadas a pH menor que 11,5 parece eliminar a possibilidade da oxidação direta significativa da lignina pelo

HOO-, porque a concentração de HOO- na mistura reacional seria aumentada em pH maiores que 11,5.

Com isso, fica claro que a lignina é provavelmente o principal alvo do ataque químico na reação alcalina do peróxido de hidrogênio. As mudanças observadas nas propriedades físicas e morfológicas das fibras de celulose sugerem que pelo menos uma parcela das unidades de glicose podem também ser liberada durante o tratamento. Várias condições do processo têm sido estudadas para avaliar o efeito que o peróxido de hidrogênio proporciona em vários resíduos lignocelulósicos. Alguns desses estudos são citados a seguir:

Segundo Azzam (1989), as condições mais importantes de estudo para o pré-tratamento incluem o tempo de contato, a concentração de peróxido de hidrogênio e a temperatura do tratamento. Resultados obtidos em seu trabalho mostraram que aproximadamente 50% da lignina foi removida e a maior parte de hemicelulose foi solubilizada utilizando uma concentração de 2% de peróxido de hidrogênio alcalino a 30°C em 8 horas. O conteúdo de celulose foi conseqüentemente a 42% do bagaço não tratado para 75% após o processo de oxidação. A sacarificação da polpa pré tratada com celulose de *Trichoderma viride* a 45°C por 24 horas, apresentou um rendimento de glicose de 95%. A eficiência na produção de etanol da fração solúvel com *S. cerevisiae* obteve 90% de rendimento e aproximadamente 50% quando se utilizou o bagaço de cana sem tratamento.

Estudos realizados por Gould e Freer (1984) utilizando alguns resíduos, tais como: palha de trigo, casca de semente e outros materiais lignocelulósicos, analisaram que esses materiais podem ser utilizados para obtenção de açúcares redutores. Amostras de palha de trigo foram moídas, passadas por peneira de 2 mm de diâmetro e lavadas com água destilada por 4 horas para a remoção dos materiais solúveis. Após secagem, foram tratadas com água destilada contendo 1% de H₂O₂. O hidróxido de sódio foi adicionado à suspensão para manter o pH em 11,5. Foram utilizados 10 gramas de biomassa em 500 mL de solução a uma temperatura reacional de 25°C por 16 h. Ao final desse tratamento, pouco mais da metade da lignina e a maior parte da hemicelulose foram solubilizadas, deixando o resíduo

altamente suscetível à hidrólise enzimática da celulose. Os efeitos do peróxido de hidrogênio alcalino na solubilização da lignina, na diminuição do peso seco (principalmente devido à solubilização da hemicelulose) e no aumento da eficiência da sacarificação foram quase completados após 8 horas de tratamento a 25°C.

SUN *et al* (2000) realizaram um estudo comparativo da hemicelulose de palha de arroz utilizando um pré-tratamento alcalino seguido de um tratamento com peróxido de hidrogênio. Primeiramente foi realizada uma extração para retirada de cera da palha de arroz com uma solução de 1% de hidróxido de sódio a 55°C por 2 horas seguindo de um pré-tratamento com 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 e 5,0% de peróxido de hidrogênio a 45°C por 12 horas e pH 11,5. Pôde-se observar que com o aumento da concentração de peróxido, houve um aumento considerável da solubilização da celulose, hemicelulose e lignina, de 2,5%, 67,2% e 68,3%, respectivamente, sem adição de peróxido, contra 17,8%, 88,5% e 95,1%, com adição de 5% de peróxido.

Inglett (1997) produziu uma modificação pronunciada em subprodutos lignocelulósicos, através de multiestágios de cisalhamento combinado com solução de peróxido de hidrogênio alcalino em temperaturas elevadas. O autor obteve produtos capazes de reter grandes quantidades de água, os quais podem ser usados como ingredientes de panificação, sem afetar a qualidade sensorial do produto final. Segundo esse autor o peróxido de hidrogênio deve ser incorporado na faixa de 1- 25% por peso de sólidos. No entanto na maioria dos trabalhos publicados (GOULD *et al.*, 1989; LARREA *et al.*, 1997; RAMASWAMY, 1988), o nível de reagente utilizado foi apenas 1% e apenas Inglett (1995) faz referência esta faixa mais ampla com o uso do peróxido de hidrogênio.

2.5 FIBRAS ALIMENTARES COM CAPACIDADE ANTIOXIDANTE

As fibras alimentares e os antioxidantes são reconhecidos como fatores importantes para a prevenção de diversas doenças. As fibras alimentares estão relacionadas com a regulação intestinal, redução dos riscos de desenvolvimento de doenças cardíacas, hipertensão, diabetes entre outras doenças. Os antioxidantes,

por outro lado, protegem contra danos oxidativos na molécula de DNA, proteínas, bem como lipídeos, e podem ter um impacto positivo sobre a regulação da expressão gênica (SAURA-CALIXTO, 2011).

Dentre os compostos com capacidade antioxidante, os mais comumente encontrados em vegetais são os compostos fenólicos (PEREIRA, 2009). Tais compostos são considerados metabólitos secundários sintetizados por plantas vasculares nas quais desempenham importante papel na regulação da maturação dos frutos, além de funções estruturais e de proteção diante de agentes agressores como bactérias e insetos (STALIKAS, 2007). Se consumidos em proporções adequadas, tais compostos auxiliam na proteção do organismo contra diversos danos oxidativos. Entretanto, se consumidos em demasia, podem exercer papel inverso, atuando como pró-oxidantes.

É de conhecimento que a indústria cafeeira gera quantidades significativas de resíduos. No entanto, pesquisas tem sido pouco exploradas, pelo menos do ponto de vista tecnológico, afim de averiguar o potencial da borra de café como fonte de compostos bioativos (ESQUIVEL, JÍMENEZ, 2012). Associados com fibras dietéticas e proteínas, diferentes compostos químicos relacionados com a saúde, tais como compostos fenólicos, têm sido relatados estar presentes na borra de café. (BRAVO *et al.*, 2013). Os grãos de café e a borra de café contém grandes quantidades de ácidos clorogênicos e seus derivados, tais como, ácido caféico e ferúlico (FARAH e DONANGELO, 2006). Esses compostos, os quais são coletivamente referidos como ácidos clorogênicos, são poderosos antioxidantes *in vitro* (BREZOVÁ *et al.*, 2009; YEN *et al.*, 2005) e fornecem muitos benefícios para a saúde (KULLING; RAWEL, 2007). Os estudos de farmacocinética demonstraram que cerca de um terço dos ácidos clorogênicos ingeridos são absorvidos no estômago e no duodeno, enquanto que os restantes são clivados pela microflora intestinal em ácidos caféico e quínico (RECHNER *et al.*, 2002; STALMACH *et al.*, 2010). Os últimos compostos tem demonstrado possuir propriedades neurotróficos e neuroprotectoras (KIM, 2007; SUL *et al.*, 2009), isso gera um apoio adicional para a produção de alimentos funcionais ou suplementos dietéticos que contém compostos fenólicos de café.

Segundo Bravo *et al* (1993; 1994), os compostos fenólicos podem ser classificados em dois grupos distintos de acordo com sua estrutura: Os fenólicos extraíveis e os não extraíveis. Os extraíveis são compostos de baixo ou médio peso molecular que podem ser extraídos empregando solvente aquoso e aquoso-orgânico. O grupos dos não extraíveis são compostos de elevado peso molecular, tais como: polifenóis ligados a fibra dietética ou a proteínas que podem ser encontrados nos resíduos das extrações.

Os polifenóis não extraíveis incluem os taninos hidrolisáveis e os taninos condensados com um elevado número de unidades na cadeia polimérica, como as ligninas, esses taninos são macromoléculas do metabolismo secundário presentes em vários grupos vegetais. Os taninos hidrolisáveis são estruturas poliméricas que podem ser derivados do ácido gálico ou de produtos oriundos da condensação como o ácido hexahidroxidifênico, além de outros polióis, já os taninos condensados ou proantocianidinas são polímeros de flavonóides, formados pela polimerização de catequina (PÉREZ-JIMÉNEZ, 2007).

É essencial conhecer o teor de proantocianidinas nos alimentos e na dieta afim de elucidar sua importância para a saúde humana. Muitos dados da literatura sobre o teor de proantocianidinas veio das análises de cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC) de extratos aquosos-orgânicos, isto é proantocianidinas extraíveis (EPA), muitas proantocianidinas são extraídas pelos solventes acetona/água/ácido acético (GU *et al.*, 2002). As proantocianidinas oligoméricas são solúveis nesses solventes, porém a maior porção, alto peso molecular de proatocianidinas não extraíveis (NEPA), permanece insolúvel a esses solventes, e geralmente não são analisadas ou usualmente utilizadas para estudos químicos e nutricion (HUEMMER., SCHEREIER, 2008).

2.5.1 Avaliação da atividade antioxidante

Devido à complexidade da composição dos alimentos, a separação e o estudo individual de cada substância antioxidante são praticamente inviáveis além de custosos. Por isso, há necessidade de métodos rápidos para a determinação da

eficiência dos antioxidantes na prevenção de doenças. Entretanto, muitos métodos ainda precisam ser aperfeiçoados (HUANG *et al.*, 2005).

O método de DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidrazila), consiste na transferência de elétrons, por ação de um antioxidante ou uma espécie radicalar, o DPPH que possui cor púrpura é reduzido formando difenil-picril-hidrazina, de coloração amarela, com consequente desaparecimento da absorção, podendo a mesma ser monitorada pelo decréscimo da absorbância. (RUFINO *et al.*, 2007). A molécula de DPPH• é bastante conhecida por caracterizar-se como um radical orgânico livre, estável, boa estabilidade na ausência da luz, aplicabilidade, simplicidade e viabilidade (DENG, CHENG, YANG, 2011). De acordo com Moon, Shibamoto (2009), o método DPPH• é utilizado em mais de 90% dos estudos de avaliação antioxidante de substâncias puras, misturas ou matrizes complexas.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS

Utilizou-se como matéria-prima a borra de café expresso cedida por uma lanchonete no centro do município de Belo Horizonte (MG).

As amostras de borra de café expresso, em torno de 1000g, foram colhidas em um único dia no mesmo lote. E seguida foram acondicionadas em embalagem plástica, rotuladas e conservadas em freezer, em temperaturas abaixo de $-12,0^{\circ}\text{C}$, até o momento de uso. Temperaturas baixas são utilizadas afim de evitar a contaminação e oxidação das amostras (LARRAURI, 1999).

3.2 PREPARO DAS AMOSTRAS

A preparação dos pós ricos em fibras alimentares foram realizadas no laboratório do Núcleo de Aproveitamento de Resíduos Sólidos do departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Minas Gerais - UFMG.

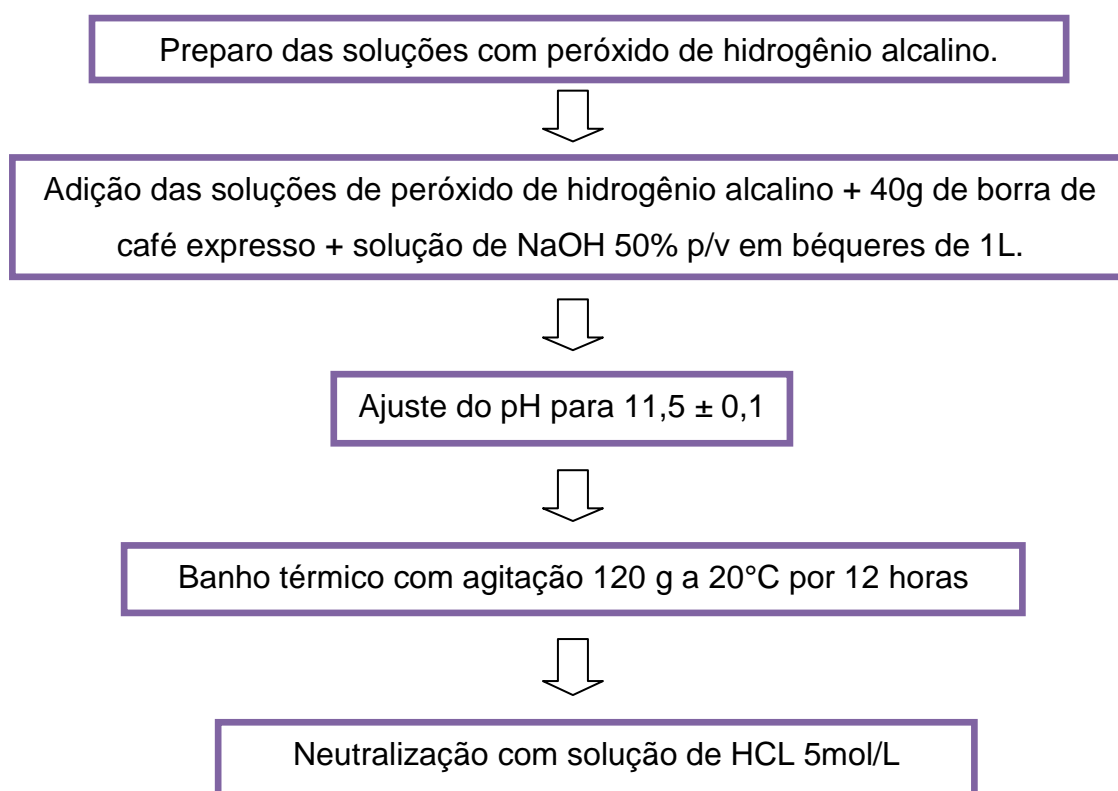
3.2.1 Obtenção de pós ricos em fibras alimentares

As amostras de borra de café expresso foram trituradas por moagem manual através de gral de porcelana e pistilo. Em seguida as amostras foram mantidas em uma estufa convectiva Nova Ética® a 60°C por 12 horas a fim de se obtivesse uma umidade inferior a 9% que é a umidade normalmente encontrada em fibras comerciais (LARRAURI, 1999).

Após a etapa de secagem, a borra de café expresso foi triturada em moedor de café doméstico Cadence Modelo MDR 301, até a obtenção de uma granulometria entre 0,425-0,355 mm (peneirados em conjunto de malhas de 35 a 42 mesh). A granulometria de fibras comerciais se encontram na faixa de 0,43-0,15m (LARRAURI, 1999). Os pós obtidos foram armazenados em embalagem de plástico com tampa e protegidos da luz.

3.2.2 Obtenção da borra de café expresso modificada

A metodologia para obtenção da borra de café expresso modificada baseou-se nos estudos de Gould (1984). O tratamento foi realizado em frascos erlenmeyer de 1 litro de capacidade, contendo 500 mL de solução de peróxido de hidrogênio em concentrações de 5 a 25% (p/v), alcalinizado com solução de hidróxido de sódio 50% (p/v), até atingir pH $11,5 \pm 0,1$. A borra de café foi adicionada na proporção de 1:5 (p/v), os frascos foram tampados e colocados em banho térmico com agitação contante de 120 g a 20°C por 12 horas. Após o tempo requerido de reação, as misturas foram neutralizadas com solução de HCl 5mol/L; o resíduo insolúvel foi recuperado por filtração, lavado até pH menor que 8,0 e posteriormente seco em estufa à 60°C por 12 horas (INGLETT, 1995). Após a secagem, o material foi acondicionado em frascos plásticos. As amostras foram codificadas nos seguintes termos: Amostra sem tratamento (TB), amostra hidratata (T0%) e amostras submetidas a diferentes concentrações (T5%, T10%, T15%, T20% e T25%). As concentrações de peróxido de hidrogênio deste trabalho foram propostas por Inglett (1995). A figura 6 apresenta o fluxograma para obtenção das amostras modificadas.



Resíduo insolúvel recuperado por filtrado em malha fina de tela de arame



Secagem em estufa a 60°C por 12 horas



Acondicionamento e codificação das amostras em frascos de polipropileno



Figura 6: Fluxograma para obtenção da borra de café expresso modificada quimicamente.

As amostras foram codificadas de maneira a simplificar sua identificação, conforme a Tabela 1.

Tabela 1: Codificação e descrição das amostras.

Grupo Amostral	Descrição
T _B	Borra de café na forma bruta, sem tratamento químico.
T _{0%}	Borra de café hidratada.
T _{5%}	Borra de café tratada com solução de 5% de H ₂ O ₂ alcalino.
T _{10%}	Borra de café tratada com solução de 10% de H ₂ O ₂ alcalino.
T _{15%}	Borra de café tratada com solução de 15% de H ₂ O ₂ alcalino.
T _{20%}	Borra de café tratada com solução de 20% de H ₂ O ₂ alcalino.
T _{25%}	Borra de café tratada com solução de 25% de H ₂ O ₂ alcalino.

3.2.4 Obtenção dos extratos para avaliação da atividade antioxidante

Para o preparo dos extratos, seguiu-se a metodologia descrita nos comunicados Técnicos N°103 e N°127 da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA, 2007), com pequenas modificações. Pesou-se 1 grama de amostra de borra de café expresso em tubos Falcon, adicionou-se 40 mL de metanol 50%, homogeneizou-se e deixou em repouso por 60 minutos à temperatura ambiente e ao abrigo de luz. Centrifugou-se 3500 g por 15 minutos em centrífuga de bancada Celm modelo Combate e transferiu-se o sobrenadante para um balão volumétrico de 100 mL. Sobre o resíduo da primeira extração, adicionou-se 40 mL de acetona 70%, homogeneizou-se e deixou em repouso por 60 minutos à temperatura ambiente e ao abrigo de luz. Centrifugou-se novamente a 3500 g por 15 minutos, transferiu-se o sobrenadante para o balão volumétrico contendo o primeiro sobrenadante e completou-se o volume para 100 mL com água destilada. Os extratos foram conservados em congelador a -12,0°C.

3.3 RENDIMENTO

O rendimento foi calculado afim de se avaliar a quantidade de massa perdida pelo tratamento empregado. O cálculo foi feito pela relação entre a massa resultante após cada tratamento e a massa total da borra de café expresso utilizada antes do tratamento, previamente seca obtida no preparo inicial da amostra a 60°C por 12 horas. O rendimento foi obtido pela equação abaixo:

$$\text{Rendimento (\%)} = \left(\frac{\text{Borra de café pós tratamento (g)} \cdot 100}{\text{Borra de café antes do tratamento (g)}} \right) \quad \text{Eq: 4}$$

Após cada tratamento, a borra foi pesada e sua massa comparada com a massa inicial.

3.4 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

As determinações de umidade, resíduo mineral fixo (RMF) e extrato etéreo (EE) foram feitas em triplicata de acordo com as técnicas descritas pela AOAC (1990, 2007) e pelo Instituto Adolf Lutz-IAL (2008). A determinação do teor de fibra total (solúvel e insolúvel) foi realizada em triplicata de acordo com os métodos enzimático-gravimétrico proposto por Asp e colaboradores (1998).

3.4.1 Análise de Umidade

A umidade foi determinada pelo método gravimétrico, baseado na redução da massa da amostra após o emprego de calor. Inicialmente, cápsulas de porcelana foram limpas e secas em estufa com circulação de ar a 105 °C por 1 hora. Após este tempo, as mesmas foram transferidas para dessecador, onde permaneceram por 30 minutos para resfriamento. A massa das cápsulas vazias foi registrada. Dois gramas de amostra foram pesados em cada cápsula e, em seguida, o sistema foi transferido para estufa com circulação de ar onde permaneceu por 3 horas. Após este período, as cápsulas contendo a amostra foram transferidas para dessecador até o resfriamento. A massa do sistema foi aferida e o mesmo retornou à estufa por mais 1

hora. Este procedimento foi continuado até se alcançar peso constante (AOAC, 1990).

O teor de umidade foi calculado a partir da seguinte fórmula

$$\% \text{ Umidade} = \frac{N \times 100}{P} \quad \text{Eq: 5}$$

Em que:

N = massa (g) de umidade (perda de massa em g)

P = massa (g) da amostra

3.4.2 Análise do resíduo mineral fixo ou cinzas

A determinação do teor de cinzas foi realizado por método gravimétrico baseando-se na perda de massa da amostra após processo de incineração, sendo o resíduo obtido neste processo denominado cinzas, ou resíduo mineral. Cápsulas de porcelana foram previamente colocadas por 2 horas a 550°C em mufla e, em seguida resfriadas em dessecador. Foram pesados 5 gramas de amostra moída nas cápsulas (HOJO *et al.*, 2008). Em seguida, o sistema foi levado à mufla por um período de 16 a 20 horas a 550°C até a obtenção de um resíduo isento de carvão, com coloração branca ou acinzentada (CUNNIFF, 1998)

O resíduo mineral fixo foi calculado através da fórmula:

$$\text{Cinzas (\% m/m)} = \frac{100 \times N}{P} \quad \text{Eq: 6}$$

Em que,

N = massa (g) de cinzas

P = massa (g) da amostra

3.4.3 Análise de extrato etéreo

O teor de extrato etéreo foi determinado pelo método gravimétrico de Soxhlet Modificado (Método 4.5.05 AOAC, 2007). Foram pesados aproximadamente 6 gramas de amostra seca de borra de café expresso em uma balança analítica e adicionadas em papel de filtro qualitativo de 15cm de diâmetro. Na sequência o papel de filtro foi dobrado e grampeado. Para a realização do ensaio os copos de reboyleer contendo as 4 pérolas de vidro foram secos em estufa a 105°C por 30 minutos e posteriormente resfriados em dessecador por 30 minutos e em seguida pesados e os pesos anotados. Foram adicionados 150mL de éter etílico com ponto de ebulição 30°C-60°C em cada reboyleer contendo as pérolas de vidro, a quantidade foi suficiente para que ocorresse completa extração. O papel de filtro contendo as amostras foram acoplados em equipamento extrator de Soxhlet Modificado com capacidade para seis amostras. A extração de lipídeos ocorreu em duas etapas, sendo a primeira a etapa de extração por imersão e a segunda etapa por refluxo contínuo de gotejamento, totalizando 4 horas de extração. Ao concluir a extração, o refluxo que possibilita a passagem do solvente pela amostra foi fechado, aprisionando o solvente e permitindo sua posterior recuperação, aproximadamente 70% do solvente foi recuperado. Os reboyleers contendo os extrato etéreo foram secos em estufa a 105 °C, para evaporação do solvente residual, levados ao dessecador e posteriormente pesados. A quantidade de extrato etéreo foi determinada pela diferença da massa do reboyleer após a extração da sua massa inicial. O teor de Extrato Etéreo foi obtido de acordo com a fórmula abaixo.

$$EE (\% \text{ m/m}) = \frac{100 \times N}{P} \quad \text{Eq: 7}$$

Em que,

N = massa (g) de lipídeos

P = massa (g) da amostra

3.4.4 Determinação de Fibra Alimentar

Para a determinação da fibra alimentar foi utilizado o método enzimático-gravimétrico. Esse método baseia-se na digestão enzimática sequencial da amostra com alfa amilase, pepsina e pancreatina para obtenção da fração resistente à digestão, a partir da qual serão obtidas as frações de fibras.

Para a etapa de digestão, 1 grama de amostra foi adicionado em erlenmeyer e solubilizado com solução tampão. Em seguida a alfa amilase foi adicionada e procede-se a digestão (100 °C/ 15 min). Para a próxima etapa, o pH foi ajustado para 1,5 e a pepsina foi adicionada. O sistema foi levado em banho-maria com agitação constante a 40 °C por 1 hora para que ocorresse o processo de digestão. Por fim, o pH foi ajustado para 6,8 e a pancreatina foi adicionada. O sistema retornou ao banho-maria com agitação constante, tal como para a digestão com pepsina.

Após a digestão procedeu-se a filtração. Esta etapa é subdividida em outras duas. Inicialmente, o conteúdo dos erlenmeyer foi filtrado em cadinho de vidro com fundo poroso previamente tratado contendo celite. O resíduo retido no cadinho foi utilizado para o cálculo da fração de fibra insolúvel (Equação 8).

Para se obter a fração de fibra solúvel o filtrado foi adicionado de etanol a 60 oC e a mistura deixada em repouso por 1 hora para solubilização da fibra insolúvel. Em seguida, procedeu-se a filtragem em cadinhos de vidro com fundo poroso previamente tratado contendo celite. A massa de amostra digerida retida nesta etapa foi utilizada para o cálculo da fração de fibra solúvel (Equação 9). Por fim, a fração de fibra alimentar total foi obtida pela soma das frações solúvel e insolúvel.

$$FAI(\%) = \frac{D1-I1-B1}{W} \times 100 \quad \text{Eq: 8}$$

Em que,

FAI = fibra alimentar insolúvel

D1 = massa do cadinho + resíduo após secagem a 105°C

I1 = massa do cadinho + resíduos após incineração a 550°C

B1 = (D1 – I1) do cadinho branco
W = massa da amostra.

$$\text{FAS(\%)} = \frac{\text{D2-I2-B2} \times 100}{\text{W}} \quad \text{Eq: 9}$$

Em que:

FAS = fibra alimentar solúvel

D2 = massa do cadinho + resíduo após secagem a 105°C

I2 = massa do cadinho + resíduos após incineração a 550°C

B2 = (D1 – I1) do cadinho branco

W = massa da amostra.

3.5 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS

As propriedades tecnológicas da borra de café foram determinadas de acordo com metodologia descrita por Seibel (2006), com ligeiras modificações. Foram determinados: Índice de absorção de água; Índice de absorção de óleo; Índice de solubilidade em água e Volume de intumescimento. Todas as análises foram realizadas em triplicata.

3.5.1 Determinação do índice de absorção de água (IAA)

O índice de absorção de água (IAA) foi determinado seguindo a metodologia descrita por Seibel (2006). O tempo de hidratação foi definido conforme Raghavendra et al., (2004). Pesou-se exatamente cerca de 1,0 grama das amostras de borra de café expresso, adicionou-se 25 mL de água destilada em tubos Falcon secos, previamente pesados e tarados. O conjunto foi colocado sob agitação constante de 150 g por 30 minutos a 20°C em incubadora com agitação orbital Quimis e centrifugado por 10 minutos a 3500 g. O sobrenadante foi descartado e o tubo contendo o sedimento úmido foi pesado. O IAA foi calculado através da razão entre o peso do sedimento úmido (Fibra hidratada) e o peso da matéria seca (Fibra desidratada), expresso em grama de água absorvida por grama de amostra, conforme a seguinte equação:

$$IAA = \frac{MA}{MS} \quad \text{Eq: 10}$$

Em que,
MA= massa (g) de amostra com água
MS= massa (g) de amostra seca

3.5.2 Determinação do índice de absorção de óleo (IAO)

O índice de absorção de óleo (IAO) foi determinado seguindo a metodologia descrita por Seibel (2006). Pesou-se aproximadamente cerca de 1,0 grama das amostras de borra de café expresso e adicionou-se 25 mL de óleo de soja comercial em tubos de Falcon secos, previamente pesados e tarados. O conjunto foi colocado sob agitação constante de 150 g por 30 minutos a 20°C em incubadora com agitação orbital Quimis e depois, centrifugado por 10 minutos a 3500 g. O sobrenadante foi descartado e o tubo contendo o sedimento foi pesado. O índice de absorção de óleo foi calculado através da razão entre o peso final do sedimento e o peso da matéria seca, expresso em grama de óleo absorvido por grama de amostra, conforme a seguinte equação:

$$IAO = \frac{MO}{MS} \quad \text{Eq: 11}$$

Em que,
MO= massa (g) de amostra com óleo
MS= massa (g) de amostra seca

3.5.3 Determinação do volume de intumescimento (VI)

O volume de intumescimento (VI) foi determinado seguindo a metodologia descrita por Seibel (2006). Pesou-se aproximadamente cerca de 1,0 grama das amostras de borra de café expresso em erlenmeyer previamente secos e adicionou-se 70 mL de água destilada. O conjunto foi colocado sob agitação constante de 150 rpm em agitador Nova Ética por 2 horas. Após esse procedimento, as suspensões foram transferidas para as provetas graduadas de 100 mL e deixadas em repouso por 18 horas até completa decantação. O volume de intumescimento foi calculado pela razão entre o volume ocupado pela amostra e o peso da amostra, conforme a equação abaixo:

$$VI = \frac{VA}{MS} \quad \text{Eq: 12}$$

Em que,
 VA= Volume ocupado pela amostra (mL)
 MS= massa (g) de amostra seca.

3.5.4 Determinação do Índice de solubilidade em água (ISA)

O sobrenadante obtido na determinação do índice de absorção de água foi transferido para cápsulas de porcelana previamente secas e pesadas. Colocou-se essas cápsulas de porcelana em estufa a 105 °C por 15 horas para que houvesse a completa secagem do material. Após esse período transferiu-se as cápsulas para um dessecador para que fossem resfriadas durante 30 minutos. Em seguida elas foram pesadas. O índice de solubilidade foi então calculado através da seguinte equação:

$$ISA = \frac{(CS-C)}{M} \times 100 \quad \text{Eq: 13}$$

Em que,
 CS= massa (g) da cápsula com sobrenadante.
 C= massa (g) da cápsula vazia.
 M= massa (g) de amostra utilizada.

3.6 ANÁLISE COLORIMÉTRICA

As análises colorimétricas das amostras foram realizadas em colorímetro Tristimulus (HunterLab Colorflex 45/0 Spectrophotometer, Hunter Laboratories, VA, EUA) utilizando ângulo de observação de 10° e iluminante padrão D65 (luz diurna).

As medidas de cor foram baseadas no sistema cartesiano tridimensional xyz, representado pelas variáveis CIE L*, a* e b* em que a luminosidade (L*) apresenta escala de 0 (preto) a 100 (branco), correspondente ao eixo z; o parâmetro a* corresponde ao posicionamento da cor no eixo x, e que representa as variações de cor dentro da escala vermelho-verde; e o parâmetro b*, correspondente ao

posicionamento da cor no eixo y e que representa as variações de cor dentro da escala amarelo-azul.

Os parâmetros c^* , correspondente à pureza da cor, e H^* , que corresponde à tonalidade que descreve essa cor propriamente dita, foram calculados a partir dos valores encontrados nas coordenadas de base a^* e b^* segundo as equações:

$$C^* = [(a^*)^2 + (b^*)^2]^{1/2} \quad \text{Eq.6}$$

$$H^* = \text{tg}^{-1} (b^* / a^*) \quad \text{Eq.7}$$

As leituras foram realizadas em triplicata. Os dados fornecidos pelo colorímetro (L^* , a^* e b^*) foram utilizados para o cálculo da saturação (c^*) e tonalidade (H^*).

3.7 CONTEÚDO DE COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS

A determinação de fenólicos totais foi conduzida de acordo com o procedimento descrito por Singleton e Rossi (1965). Em tubos de ensaio de 15 mL, preparou-se no mínimo três repetições em triplicata, a partir do extrato obtido no item 3.2.4. Em ambiente escuro, adicionou-se 1mL do extrato, 1mL do reagente Folin ciocalteau (1:3), 2mL de carbonato de cálcio 20%, 2mL de água destilada e homogeneizou-se. O branco da leitura foi 1 mL de água destilada acrescentando todos os reagentes acima citados. Realizou-se a leitura das amostras em Espectrofotômetro Micronal AJX 1900 utilizando comprimento de onda de 765 nm. A partir da absorbância, determinou-se a concentração das amostras. Os resultados obtidos foram comparados em relação a um padrão de referência. Para isso, plotou-se uma curva padrão empregando ácido gálico (Vetec) com concentrações de 10, 20, 30 e 40 $\mu\text{g/mL}$ (Anexo A). Em seguida, determinou-se a equação da reta. Os resultados foram expressos em mg de ácido gálico/100g de amostra. Todas as determinações foram feitas em triplicata.

3.8 TEOR DE PROANTOCIANIDINAS NÃO EXTRAÍVEIS (NEPA)

O procedimento realizado para esta análise baseou-se na metodologia descrita por Zurita *et al.*, (2012). Em cadinhos de porcelana, previamente secos, foram colocados os resíduos obtidos dos extratos de polifenóis extraíveis, logo em seguida o conjunto (cadinho + resíduo) foi seco em estufa a 35°C por 12 horas, resfriados e os pesos anotados. Os resíduos foram transferidos em tubos Pyrex 13x100 com tampa rosqueada de teflon e foram adicionados 10 mL da solução de n-butanol-HCL (95:5), contendo 0,7g/L de cloreto de ferro, os tubos foram homogeneizados em vórtex e colocados em banho Dubnoff a 100°C por 1 hora. Logo em seguida os resíduos foram transferidos para tubos falcon de 15mL e centrifugados 3500 rpm por 10 minutos, os sobrenadantes foram recolhidos em balão volumétrico de 25 mL. Repetiu o procedimento duas vezes com lavagem de 5mL de butanol e uma lavagem com 2 mL de butanol (PEREZ-JIMENEZ *et al.*, 2009). Completou-se com água destilada o volume final em um balão de 25mL.

Para a determinação das proantocianidinas não extraíveis (NEPA), o extrato obtido no item anterior, preparou-se em tubos de ensaio no mínimo 3 repetições em triplicata. Alíquotas foram diluídas até a concentração adequada (<100mg/L). Logo após proceder com as diluições as amostras foram lidas em espectrofotômetro. As diluições das amostras contendo PA (mg/L) foram deduzidas da soma das absorbâncias de 450nm e 555nm e plotadas contra uma concentração de (0-100 mg/L de PA) (Anexo B). O espectrofotômetro foi zerado com o branco de HCL/n-butanol. A partir da absorbância, determinou-se a concentração das amostras. Os resultados foram expressos em mg de PA/100 g de amostra original.

3.9 CAPACIDADE ANTIOXIDANTE PELO MÉTODO DPPH'

O procedimento realizado para esta análise, seguiu-se a metodologia descrita no comunicado Técnico N°103 da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA, 2007). A partir dos extratos preparados no item 3.2.2 foram feitas quatro diluições com concentrações de 200mg/L, 400mg/L, 600mg/L e 800mg/L.

Essas diluições foram feitas nas proporções de 2:10; 4:10; 6:10 e 8:1,0 (volume de extrato/volume de água).

Preparou-se uma solução estoque de DPPH com concentração 60 μM com a diluição de 2,4 mg da fonte radicalar em álcool metílico, completando-se o volume para 100 mL em balão volumétrico. A partir desta solução, traçou-se uma curva de calibração a partir de diluições dessa solução variando de 10 μM a 60 μM (Anexo B). Plotou-se as concentrações de DPPH (μM) no eixo X e as respectivas absorbâncias no eixo Y e calculou-se a equação da reta.

Para a avaliação da capacidade antioxidante dos extratos, uma alíquota de 0,1 mL de cada diluição do extrato foi transferida para tubos de ensaio e, posteriormente foram adicionados 3,9 mL de solução inicial de DPPH. Realizou-se também um controle contendo apenas 0,1 mL de solução água-acetona-metanol e 3,9 mL de solução de DPPH. As leituras foram realizadas com comprimento de onda de 515 nm, monitoradas a cada minuto, onde foi observada a redução da absorbância até sua estabilização. A leitura da absorbância final para o cálculo do EC_{50} somente foi realizada após a estabilização da absorbância (tempo EC_{50}). Essas determinações foram feitas em triplicata e os resultados obtidos foram expressos em g de amostra/g DPPH.

3.10 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Todas as análises foram conduzidas em triplicata, calculando-se média e desvio padrão para cada resultado obtido. Foi feita a análise de variância (ANOVA) e o Teste de Tukey para comparar diferenças entre as médias. As diferenças entre essas médias no nível de 5% foram consideradas significativa.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos em referência ao rendimento da borra de café estão apresentados na Tabela 2.

4.1 RENDIMENTO

Tabela 2: Determinação do rendimento das amostras de borra de café expresso em função dos diferentes tratamentos empregados com peróxido de hidrogênio alcalino na exposição das fibras.

Grupo amostral	Rendimento (%) ^a
T _{B%}	100
T _{0%}	77,39
T _{5%}	50,31
T _{10%}	54,59
T _{15%}	50,16
T _{20%}	45,17
T _{25%}	45,08

^a Calculado com base no conteúdo final e inicial de massa (g) de borra de café expresso utilizados para o tratamento. Resultados obtidos após 12 h de secagem.

Observa-se uma diminuição do rendimento, já no processo de hidratação, provavelmente associado a solubilização de compostos presentes na borra residual.

A deslignificação, por sua vez, é mais eficiente no processo com tratamentos mais agressivos com peróxido de hidrogênio. Como consequência, as borras de café expresso obtidas a partir de concentrações maiores com peróxido de hidrogênio alcalino apresentaram possivelmente um menor teor de lignina residual. A remoção da lignina na etapa dos tratamentos dirige aos efeitos do meio básico ao material lignocelulósico como um todo, provocando uma maior solubilização deste material, e consequentemente, um menor rendimento da borra de café.

4.2 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

Os resultados, dos teores de umidade, resíduo mineral fixo (RMF) e extrato etéreo (EE) estão expostos na Tabela 3.

Tabela 3: Teores de umidade, resíduo mineral fixo e extrato etéreo de PRF.

Grupo Amostral	Umidade (%)	EE (%)	RMF (%)
T _B	5,92 ± 0,76 ^b	11,07 ± 0,21 ^e	3,58 ± 0,29 ^e
T _{0%}	6,00 ± 0,28 ^b	9,23 ± 0,12 ^d	1,93 ± 0,30 ^d
T _{5%}	7,97 ± 0,11 ^a	16,43 ± 0,08 ^c	4,32 ± 0,39 ^{cd}
T _{10%}	8,08 ± 0,10 ^a	17,05 ± 0,38 ^c	5,08 ± 0,13 ^c
T _{15%}	8,31 ± 0,14 ^a	16,64 ± 0,32 ^c	4,90 ± 0,18 ^c
T _{20%}	8,85 ± 0,16 ^a	18,59 ± 0,19 ^b	6,66 ± 0,41 ^b
T _{25%}	8,64 ± 0,16 ^a	20,46 ± 0,25 ^a	7,65 ± 0,37 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Médias seguidas de mesma letra numa mesma coluna, não diferem entre si, pelo Teste de Tukey com (p > 0,5). **EE:** Extrato Etéreo; **RMF:** Resíduo Mineral Fixo.

Os resultados mostraram que o teor de umidade em todas as amostras foram menores que 9%, atendendo aos requisitos propostos por Larrauri (1999), valores abaixo de 9% é indicado para produção de fibras alimentares comerciais. A utilização da secagem em estufa convectiva utilizando temperatura de 105°C por 5 horas promoveu uma redução adequada do teor de umidade em todas as amostras. Os teores de umidade entre os grupos amostrais T5% a T25% não apresentaram diferenças significativas entre eles, porém apresentaram teores elevados de umidade em relação aos grupos TB e T0%.

Um estudo realizado por Mussatto *et al.* (2011), trabalhando com a extração de compostos fenólicos provenientes da borra de café expresso, encontraram teor de umidade em torno de 5%, enquanto Zuorro *et al.* (2012) analisando a borra de café como fonte de compostos fenólicos e de bionergia encontraram para umidade valor médio em torno de 6%. Assim, os resultados obtidos para umidade das fibras de borra de café expresso neste estudo estão similares aos demais resultados listados na literatura para fibras obtidas a partir de resíduos alimentares.

Os valores de umidade obtidos para borra de café espresso, com a finalidade de obter pós ricos em fibras, foram menores que os valores encontrados por Moraes Neto (1998) em farinha de banana madura (13,8%) e os obtidos por Alves et al. (2012) em farinha de albedo de tangerina pokan (19,5%). A faixa encontrada neste estudo se enquadra nos estudos relatados por Santos *et al.* (2010), que encontraram 7,18% de umidade na farinha de albedo de laranja variedade pêra (*Citrus sinensis*).

De acordo com os estudos propostos por Larrauri (1999), a etapa de secagem é a mais dispendiosa do processo de produção da fibras, porém, é de extrema necessidade, pois promove o aumento de vida de prateleira e reduz os custos com embalagem e transporte, entretanto, dependendo da secagem aplicada, provoca efeitos adversos na qualidade do produto.

Quanto ao teor de extrato etéreo, as amostras de borra de café espresso obtidas por extração com éter etílico obtiveram valores que variaram entre $11,07 \pm 0,21\%$, na amostra TB a $20,46 \pm 0,25\%$ na amostra T25%. Estes valores foram semelhantes aos dados publicados por Ravindranath (1972) com teor de lipídeos em borra de café variando entre 8 a 17%.

Em relação a outras matrizes alimentares, um estudo feito por Gonçalves (2001), ao analisar 63 amostras de farelo de arroz integral coletadas no estado do Rio Grande do Sul, os valores médios obtidos para extrato etéreo foram em torno de 16,17%, valor semelhante obtido pelo grupo amostral T15% ($16,64 \pm 0,32\%$).

Os teores de extrato etéreo de todas as amostras obtidos neste estudo foram superiores aos encontrados por Andrade (2009), o qual relatou $4,25 \pm 0,35\%$ de lipídeo em amostras de cascas de café secas utilizando um sistema de extração com éter de petróleo em um período de 3 horas, enquanto Capelle (2001), ao determinar a composição química do bagaço de malte, encontrou 6,50% de extrato etéreo.

Os resultados obtidos neste trabalho foram inferiores aos estudos publicados por Adans e Dougan (1985) que citam valores de 22% a 27% de lipídeos em borra

de café. Lago e Antoniassi (2001) avaliaram a composição centesimal da borra de café de três indústrias nacionais de café solúvel e encontraram teor de lipídeos que variaram entre 19,90% a 27,83%.

Entre os grupos estudados, foi observado um teor levado de extrato etéreo nas amostras submetidas ao tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino T5% a T25%. O aumento do teor de lipídeos pode ser explicado pelo fato do tratamento ter solubilizado total ou parcialmente a estrutura da lignina, bem como a diminuição da recalcitrância da celulose, fatores que impedem ou dificultam a entrada de solventes na matriz celular (MOSIER *et al.*, 2005). Com a desestruturação desses constituintes lignocelulósicos, a parede da célula se torna mais susceptível à penetração de solventes, obtém-se, portanto, maiores rendimentos das extrações de gorduras com o éter etílico. Outro fator é a concentração de alguns componentes na matriz celular com a diminuição da massa residual, proporcionada por altas concentrações de peróxido de hidrogênio.

Os teores lipídeos encontrados nas amostras de borra de café expresso T5%, T10% e T15% não diferiram estatisticamente, o que permite concluir que o tratamento químico promoveu os mesmos efeitos para as três amostras. No grupo amostral T0%, houve uma perda de lipídeos provavelmente devido a remoção de materiais solúveis submetido pela lavagem.

Os teores de resíduo mineral fixo (RMF) relatados neste estudo foram menores nas amostras obtidas pelos grupos amostrais T0% ($1,93 \pm 0,30\%$) e TB ($3,58 \pm 0,29\%$), enquanto que os maiores resultados foram observados nas amostras T20% ($6,66 \pm 0,41\%$) e T25% ($7,65 \pm 0,37\%$).

Os resultados obtidos neste estudo para alguns grupos amostrais (T5% a T25%) foram similares aos encontrados por Oliveira et al (2006), esses autores avaliaram a composição química dos grãos de café defeituosos e relataram valor de 4,8 a 5,8% de RMF. O teor de cinzas dos grãos de café defeituosos analisados por Vasconcelos et al. (2007) variaram entre 4,7 a 6%. Esses autores também

observaram que, dentre os grãos defeituosos, os da classe de grãos pretos obtiveram um teor de cinzas maior que os demais.

O teor de cinzas da borra de café foi relatado em alguns estudos, o autor Silva (1991) encontrou valores médios de resíduo mineral fixo entre 0,27 e 1,08%, já Tango (1971) relatou teor de 4,5%. Nos trabalhos desenvolvidos por Gopalakrina Kao e Natarajan (1974), os teores de cinzas encontrados foram de 1,14%, já Pfluger (1975) relatou valor de 0,5%. Marins (1980) encontrou 1% do resíduo mineral fixo. Os teores de cinzas nesse estudo foram altos comparados com os valores relatados para borra de café solúvel (0,4-1,6%) (CAETANO *et al.*, 2012; LAGO *et al.*, 2001; MUSSATTO *et al.*, 2011).

A diminuição do teor de cinzas na amostra T0% se deve ao fato de que a mesma passou por um processo de lavagem com água, o que possivelmente teria acarretado perdas de alguns minerais presentes na amostra. A tendência de aumento no teor de cinzas observados nos tratamentos T5%, T10%, T15%, T20% e T25% pode ser explicada pela perda da massa sofrida, uma vez que o rendimento desses tratamentos foram menores, porém, com a despolimerização e solubilização de alguns constituintes lignocelulósicos (lignina, hemicelulose e celulose) presume-se que houve maior concentração de sais minerais fixados na matriz das borras tratadas, Vale ressaltar que o tratamento gera sais irrecuperáveis na matriz residual, concentrações de alguns íons, notadamente de sódio (Na), proveniente da adição do agente alcalino, podem ter sido aderidos a borra de café.

O aumento relatado neste trabalho pode ser confirmado com os trabalhos realizados por Correa (2013), o autor estudou o efeito do peróxido de hidrogênio alcalino em bagaço de caju e notou-se um aumento do teor de cinzas empregando diferentes tempos de reação. O pré-tratamento foi realizado a pH 11,5, 35 °C, 4,3% v/v de peróxido de hidrogênio e com carga de bagaço inicial de 5% m/v. o teor médio de cinzas do bagaço de caju *in natura* foi de 1,6% \pm 0,1 e, após 30 minutos de reação, houve um aumento para 4,3% \pm 0,7 do teor de cinzas.

Os resíduos advindos da produção agrícola são fontes ricas de fibra alimentar, nas quais se destacam alguns componentes, tais como: celulose, hemicelulose, lignina, pectinas, gomas e outros polissacarídeos (MURTHY e NAIDU, 2010). A tabela 4 mostra a porcentagem de fibra alimentar obtida para a borra de café expresso.

Tabela 4: Porcentagem de fibra alimentar Insolúvel (FAI), fibra alimentar solúvel (FAS) e fibra alimentar Total (FAT) obtidos a partir dos pós de borra de café expresso determinados a 20°C.

Grupo amostral	FAI (%)	FAS (%)	FAT (%)
T _B	48,35 ± 0,55 ^b	2,27 ± 0,16 ^b	50,62 ± 0,72 ^b
T _{0%}	48,96 ± 0,92 ^b	1,77 ± 0,15 ^b	50,73 ± 0,94 ^c
T _{5%}	45,17 ± 0,24 ^c	3,40 ± 0,11 ^a	48,58 ± 0,31 ^c
T _{10%}	43,68 ± 0,29 ^c	3,46 ± 0,14 ^a	47,14 ± 0,42 ^c
T _{15%}	43,46 ± 0,28 ^c	3,50 ± 0,36 ^a	46,97 ± 0,15 ^c
T _{20%}	69,11 ± 0,87 ^a	0,91 ± 0,05 ^c	70,04 ± 0,81 ^a
T _{25%}	67,75 ± 0,81 ^a	0,57 ± 0,15 ^c	68,33 ± 0,85 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Médias seguidas de mesma letra numa mesma coluna, não diferem entre si, pelo Teste de Tukey com (p > 0,5). **FAI:** Fibra Alimentar Insolúvel; **FAS:** Fibra Alimentar Solúvel; **FAT:** Fibra Alimentar Total

Comparando-se os resultados obtidos deste estudo com os resultados apresentados por Murthy e Naidu (2010), os quais relataram a composição química de alguns resíduos da produção cafeeira, percebe-se que a porcentagem de fibras insolúveis da borra de café expresso na forma bruta TB (48,35% ± 0,55) foi superior às encontradas na polpa (10%) e na casca (26%), porém a amostra TB obteve resultados inferiores aos encontrados para película prateada (64%). Mesmo assim, o emprego de concentrações elevadas de peróxido de hidrogênio alcalino possibilitou um aumento do teor de fibras insolúveis (69,11% ± 0,81) superando, portanto, o teor de fibras insolúveis encontrados na película de prata. Os pesquisadores Lago e Antoniassi (2001) avaliaram o teor de fibra bruta para a borra desengordurada e encontraram valores que variaram entre 48,23 e 67,22%. Esses autores não utilizaram o método enzimático-gravimétrico de determinação de fibras e não

apresentaram a proporção entre fibras solúveis e insolúveis, entretanto, os resultados são semelhantes ao determinado para fibra alimentar total presente neste estudo ($43,46 \pm 0,28$ a $69,11 \pm 0,87\%$), utilizando o método enzimático-gravimétrico.

Os teores de fibras solúveis da borra de café expresso, utilizando os tratamentos T5% ($3,40 \pm 0,11\%$); T10% ($3,46 \pm 0,14\%$) e T15% ($3,50 \pm 0,36\%$) apresentaram valores maiores comparados com outras matrizes alimentares semelhantes, tais como: grãos de lima (*Phaseolus lunatus*), 2,61% (BETANCUR-ANCONA *et al.*, 2004) e cascas de arroz, 2,23% (KUAN, LIONG, 2008). Valores próximos aos obtidos neste trabalho foram relatados por Redondo-cuenca *et al.* (2008) para sementes de soja, cujos teores de fibras solúveis determinados foram de 3,5%.

No presente trabalho, os valores de fibras totais variaram entre TB ($46,97 \pm 0,15\%$) a T20% ($70,04 \pm 0,81\%$), resultado semelhante ao encontrado por Melo (2013). Esse autor estudou algumas frações do resíduo de café, entre eles as cascas e a polpa de café, e obteve para fibras totais teores entre 65,21 a 67,08%. Em outro estudo, Borreli *et al.* (2004) encontraram em torno de 62,4% de fibras totais para a película prateada do café. Brand *et al.* (2001), estudando o teor de fibras totais em base seca de cascas de café, encontraram valores de 30,8%. Os valores obtidos no presente estudo apresentaram uma quantidade maior de fibras totais quando comparadas ao trigo (9,6%) e farelo de trigo (43,5%) analisados por Borreli *et al.* (2004).

O teor de fibra total relatados neste estudo fora semelhantes e/ou superiores aos avaliados por Ajila *et al.* (2010), o teor de fibra alimentar total determinado para casca de manga foi de $51,2 \pm 1,08\%$. Viuda-Martos *et al.* (2012) avaliaram pós de dois diferentes subprodutos obtidos do processamento de romã. O bagaço proveniente do processamento das sementes para obtenção de suco de romã apresentou teor de $45,6 \pm 0,21\%$ de fibra alimentar total, enquanto que esse teor foi maior no bagaço proveniente do processamento dos frutos inteiros ($50,3 \pm 0,34\%$).

Em relação a outras fontes de fibras encontradas na literatura, é possível perceber que as amostras analisadas apresentam resultados inferiores de fibras totais quando comparado aos de cascas de manga 72,3% (HASSAN *et al.*, 2011) e de sementes de maracujá desengorduradas (85,9%), sendo, para este último, 84,9% de fibras insolúveis e 0,97% de fibras solúveis (CHAU, HUANG, 2004). Os pesquisadores Llobera e Cañella (2007) estudaram resíduo de uvas da variedade Manto Negro e encontraram teores médios de fibra alimentar total de $74,5 \pm 2,43$ % no bagaço e de $77,2 \pm 1,97$ % na haste. Cascas de maracujá apresentaram um valor de 70,67% de fibras totais em base seca, (SOUZA *et al.*, 2008), valor semelhante ao encontrado neste estudo pelos grupos amostrais T15% ($70,91 \pm 0,22\%$) e T20% ($70,03 \pm 0,81\%$).

Neste estudo, o elevado teor de fibras insolúveis comparado com os obtidos para as fibras solúveis é devido a presença de partes significativas das frações de celulose, hemicelulose e lignina, naturalmente presentes em materiais lignocelulósicos (BORRELI *et al.*, 2004). No trabalho, houve uma diminuição do teor de fibras insolúveis com o emprego dos tratamentos T5%, T10% e T15%, comparado com a amostra na forma bruta, TB.

Pelos resultados obtidos neste trabalho, as propriedades físicas das fibras são alteradas substancialmente pelo tratamento químico com peróxido de hidrogênio, na qual age solubilizando parte da lignina e reduzindo a cristalinidade da celulose, o que pode ser verificado pela diminuição das fibras alimentares insolúveis obtidas pelos tratamentos T5%, T10% e T15% produzindo um material com estrutura interna mais aberta, essa alteração gera uma melhora em algumas características da fibras como as propriedades tecnológicas e também nas características sensoriais do produto (BORRELI *et al.*, 2004).

Houve uma tendência de aumento do teor de fibras solúveis ao aplicar os tratamentos T5%, T10% e T15% e, portanto, nesses grupos amostrais, não houve diferença estatística significativa entre os mesmos, porém, os valores encontrados geraram diferenças estatísticas e valores superiores aos demais grupos amostrais TB, T0%, T20% e T25%. Os tratamentos T20% e T25% apresentaram os menores

teores de fibras solúveis, o emprego de concentrações elevadas acarretou remoção do material solúvel na borra de café.

Em relação ao teor de fibras totais da borra de café expresso, houve um aumento com o emprego de concentrações mais elevadas de peróxido de hidrogênio alcalino, o que é perceptível nos grupos T20% ($70,04 \pm 0,81\%$) e T25% ($68,33 \pm 0,85\%$), já os tratamentos T5%, T10% e T15% apresentaram menores valores de fibras totais, quadro semelhante relatado pelas fibras insolúveis.

Trabalhos realizados por Qin et al. (2011) avaliaram diferentes efeitos das concentrações aplicando o tratamento com NaOH na digestão anaeróbica em cascas de arroz para produção de biogás e encontraram uma redução das frações de fibras insolúveis hemicelulose e lignina com adição de 8% de NaOH. Gould (1984) relatou que cerca de metade da lignina e grande quantidade de hemicelulose de materiais lignocelulósicos, como palha e outros resíduos de agricultura, foram solubilizados quando aplicado pré-tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino.

Segundo Larrauri (1999), teores de fibra alimentar total acima de 50% (TB, T0%, T20% e T25%) e umidade abaixo de 9% são requisitos importantes a serem considerados na obtenção de pós ricos em fibras provenientes de subprodutos agroindustriais, e que foram constatados nos resultados deste trabalho.

4.3 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS

Os resultados encontrados na avaliação das propriedades tecnológicas dos PRF estão expostos na Tabela 5. Essas propriedades funcionais foram determinadas a temperatura de 20°C.

Tabela 5: Resultados das propriedades tecnológicas dos pós ricos em fibras de borra de café expresso determinados a 20°C.

Grupo amostral	IAA (g/g)	IAO (g/g)	ISA (mL/g)	VI (%)
T _B	2,43 ± 0,04 ^d	2,64 ± 0,13 ^e	3,82 ± 0,60 ^c	4,97 ± 0,00 ^b
T _{0%}	2,67 ± 0,10 ^d	2,89 ± 0,01 ^{ed}	7,62 ± 1,25 ^{bc}	3,92 ± 0,06 ^c
T _{5%}	3,00 ± 0,11 ^c	3,10 ± 0,11 ^{cd}	4,03 ± 2,04 ^c	4,87 ± 0,07 ^b
T _{10%}	3,52 ± 0,68 ^{ab}	3,00 ± 0,15 ^d	9,61 ± 2,18 ^{abc}	4,97 ± 0,01 ^b
T _{15%}	3,26 ± 0,17 ^{bc}	3,40 ± 0,05 ^c	9,51 ± 2,20 ^{abc}	4,91 ± 0,08 ^b
T _{20%}	3,46 ± 0,16 ^b	4,58 ± 0,07 ^a	11,41 ± 1,60 ^{ab}	5,62 ± 0,50 ^a
T _{25%}	3,78 ± 0,05 ^a	4,24 ± 0,03 ^b	14,82 ± 3,00 ^a	5,52 ± 0,46 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Médias seguidas de mesma letra, numa mesma coluna, não diferem entre si, pelo Teste de Tukey com (p > 0,5). **IAA**: Índice de absorção de água (g H₂O /g de fibra); **IAO**: Índice de absorção de óleo (g óleo/g de fibra); **ISA**: Índice de solubilidade em água (g H₂O/g de fibra); **VI**: Volume de intumescimento (mL/g de fibra).

No presente estudo, foram utilizadas partículas com um diâmetro ≤ 0,500 mm, uma vez que esse tamanho é considerado ideal para avaliar as propriedades funcionais das fibras alimentares (BETANCUR-ANCONA *et al.*, 2004; RAGHAVENDRA *et al.*, 2004), Partículas abaixo desse valor, favorece um aumento entre o contato da área da superfície das fibras e do líquido circundante. No entanto, a estrutura da partícula e a sua composição pode também contribuir para a distribuição global de água ou de óleo (ROBERTSON *et al.*, 2000).

Os valores de IAA encontrados nas amostras dos pós ricos em fibras da borra de café expresso variaram entre 2,43 ± 0,04g H₂O/g (TB) a 3,78 ± 0,05g H₂O/g (T25%), observando-se um aumento dos valores com a concentração de peróxido de hidrogênio. Trabalho semelhante realizado por Sangank e Noomhorm (2003), estudando fibras obtidas de bagaço de cana açucareira, avaliaram IAA nativo e

encontraram o valor de 4,98g H₂O/g de fibra e após o tratamento com peróxido de hidrogênio obteve um resultado de 9,76 g H₂O/g de fibra.

Os valores obtidos neste trabalho para o IAA foram inferiores aos encontrados por Addul Hamid e Luan (2000) na qual analisaram fibras obtidas de farelo de arroz desengordurado e obtiveram valor de 4,89g H₂O/g de fibra. Hassan *et al.* (2011) determinaram o IAA de fibras obtidas de cascas de *Mangifera pajang* (uma variedade de manga asiática) e encontraram 11,6 ± 0,03g H₂O/g de fibra.

Os valores obtidos para o IAA neste estudo foram superiores aos encontrados por Kaur e Singh (2005) 2,39 a 2,66 g H₂O/g de fibra em farinhas de grãos de bico de diferentes cultivares, porém resultados superiores foram encontrados para farinhas de ervilhas de diferentes cultivares 4,84 a 5,01g H₂O/g de fibra. Millán-Carrilo *et al.*, (2000) encontraram IAA de 2,15g de H₂O/g de fibra em farinhas de grão de bico, valor inferior ao encontrado para a borra de café expresso sem tratamento TB 2,43 ± 0,04 g de H₂O/g de fibra.

A borra de café expresso tratada a T25% apresentou o maior índice de absorção de água (3,78 ± 0,05 g de H₂O/g de fibra), quando comparado com outros estudos tais como: bagaço de malte 3,68 g de H₂O/g de fibra; casca de arroz 2,58g de H₂O/g de fibra; casca de aveia 2,13 g de H₂O/g de fibra; casca de trigo 2,48g de H₂O/g de fibra e casca de milho 2,32 g de H₂O/g de fibra (Zambrano *et al.*, 2001).

Segundo Ning *et al.*, (1991) o peróxido de hidrogênio e o hidróxido de sódio apresentam participação importante no aumento das propriedades de hidratação das fibras. O primeiro atua na degradação da lignina, através de sua remoção por solubilização e/ou modificação estrutural, promovendo também um aumento no grau de hidratação da celulose e quebra da sua cristalinidade. Já o segundo altera a estrutura da fibra, aumentando sua porosidade, facilitando a penetração e retenção de água na matriz fibrosa.

Larrea *et al.*, (1997) aperfeiçoou processos de pré-tratamento com solução de peróxido de hidrogênio alcalino seguido de extrusão para modificação da fibra da

casca de arroz, visando melhorar as propriedades funcionais dessa fibra, obteve um aumento de 95% na capacidade de retenção de água e 138% no volume de intumescimento.

Galdeano e Grossmann (2005) avaliaram o efeito do tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino a 7%, associado à extrusão, nas propriedades de hidratação de casca de aveia, e obtiveram um aumento de 70% na capacidade de retenção de água e de 55% no volume de intumescimento.

Os resultados encontrados na determinação do IAO variaram entre $4,58 \pm 0,07$ g óleo/g fibra para o grupo amostral T20% a $2,64 \pm 0,13$ g óleo/g fibra para o grupo amostral TB. Os valores encontrados neste trabalho foram maiores que os obtidos por Martínez *et al.*, (2012) na qual avaliaram-se subprodutos proveniente de diversas frutas dentre eles casca de manga ($1,6 \pm 0,04$ g óleo/g), sementes de maracujá ($0,9 \pm 0,03$ g óleo/g), cascas de abacaxi ($0,7 \pm 0,08$ g óleo/g) e sementes de goiaba ($0,7 \pm 0,05$ g óleo/g). Os valores obtidos neste trabalho foram maiores que os encontrados em farelo de casca de milho, farelo de casca de trigo e farelo de casca de soja com valores de 1,70g de óleo/g de amostra seca; 1,90g de óleo/g de amostra seca e 0,50g de óleo/g de amostra seca, respectivamente (ZARAGOZA *et al.*, 2001).

O Índice de solubilidade em água é um parâmetro que reflete a degradação sofrida pelos constituintes da fibra, ou seja, o somatório dos efeitos de gelatinização, dextrinização e, conseqüentemente, solubilização (COLONNA *et al.*, 1984; GUTKOSKY,1997). A solubilidade tem efeito na funcionabilidade da fibra e, principalmente, na estabilidade da viscosidade (GUILLON; CHAMP, 2000). Nesse trabalho o maior valor de ISA foi encontrado no tratamento T25%, $14,82 \pm 3,00\%$. Céspedes (1999) verificou teores para o índice de solubilidade da polpa de laranja extrusada e não extrusada de 19,82 e 12,5%, respectivamente e Maturra (2005) determinou 25,9% de ISA para albedo de maracujá. O presente estudo obteve valores de ISA superiores aos relatados por Dors *et al.*, (2006) em farinha de arroz cru (2,10%). Assim o tratamento utilizado proporcionou pós com boas propriedades funcionais, pois obtiveram bons resultados de índices de solubilidade, propriedade

desejada em farinhas para a produção de sopa, mingaus e pudins instantâneos, essa propriedade diminui o tempo de preparo em função da maior solubilização e maior rendimento no produto final (SANTOS, 2009). Geralmente esse parâmetro encontra-se associado de forma diretamente proporcional com o índice de absorção de água (SEIBEL, 2006).

Os resultados encontrados na determinação do volume de intumescimento (VI) das fibras alimentares de borra de café expresso utilizando os tratamentos T10% ($4,97 \pm 0,01$ mL/g), T15% ($4,91 \pm 0,08$ mL/g), T20% ($5,62 \pm 0,50$ mL/g) e T25% ($5,52 \pm 0,46$ mL/g) foram superiores que os observados por Femenia et al., (1999) em resíduos de couve-flor secados a 75°C ($4,2 \pm 0,2$ mL/g) e cascas de manga ($4,6 \pm 0,12$ mL/g) e sementes de goiaba ($1,4 \pm 0,09$ mL/g) determinados no estudo de Martínez et al., (2012).

O VI determinado foi menor que os descritos por Escalada-pla et al.,(2007) em fibras de casca de abóbora ($22,0 \pm 0,4$ mL/g); Chantaro et al., (2008) com resíduos de cenoura branqueados e secados em diferentes condições ($22,95 \pm 0,76$ a $33,41 \pm 0,37$ mL/g), Hassan et al., (2011) em resíduos da fruta *Mangifera pajang* ($18,7 \pm 0,8$ mL/g) e resíduos de casca de coco ($6,51 \pm 0,11$ mL/g) por Lecumberri et al., (2007).

O intumescimento é normalmente causado por uma fixação espontânea da água através da matriz fibrosa. O grau de intumescimento pode ser controlado por forças intermoleculares e ligações dentro da matriz. Segundo Gould (1985) e Ning et al., (1991), o peróxido de hidrogênio alcalino degrada a lignina através de sua remoção por solubilização e/ou modificação estrutural, ao mesmo tempo em que modifica a cristalinidade da celulose, aumentando a capacidade da fibra intumescer. Portanto, o intumescimento de matérias lignocelulósicas tratados com álcali está associado a mudanças na flexibilidade da cadeia molecular e interações intermoleculares. Neste trabalho, os resultados obtido para o volume de intumescimento representou de forma satisfatória as diferenças causadas pelo tratamento, sendo que o aumento da concentração com peróxido de hidrogênio proporcionou um aumento nesta propriedade.

4.4 ANÁLISE COLORIMÉTRICA

Os valores médios dos parâmetros de cor para as amostras de TB, T0%, T5%, T10%, T15%, T20% e T25%, estão expostos na Tabela 6.

Tabela 6: Parâmetros de cor das amostras de borra de café expresso determinadas a 20,0°C.

Gupo amostral	L*	a*	b*	c*	H°
T _B	17,98 ± 0,43 ^a	3,42 ± 0,01 ^a	2,29 ± 0,21 ^a	4,17 ± 0,14 ^a	29,06 ± 2,7 ^a
T _{0%}	17,98 ± 0,43 ^a	3,42 ± 0,01 ^a	2,29 ± 0,21 ^a	4,17 ± 0,14 ^a	29,06 ± 2,7 ^a
T _{5%}	45,91 ± 0,19 ^b	12,18 ± 0,06 ^b	27,67 ± 0,12 ^b	30,58 ± 0,35 ^b	65,64 ± 0,26 ^b
T _{10%}	59,84 ± 0,48 ^c	12,073 ± 0,28 ^b	34,80 ± 0,21 ^{bc}	36,88 ± 0,16 ^b	70,76 ± 0,23 ^b
T _{15%}	60,48 ± 0,41 ^c	11,60 ± 0,22 ^b	34,15 ± 0,27 ^{bc}	35,99 ± 0,58 ^b	71,11 ± 0,38 ^b
T _{20%}	66,20 ± 0,57 ^c	9,77 ± 0,06 ^b	37,35 ± 0,09 ^c	38,61 ± 0,03 ^b	75,35 ± 0,07 ^{bc}
T _{25%}	77,60 ± 0,17 ^d	4,12 ± 0,07 ^a	30,3 ± 0,23 ^{bc}	30,58 ± 0,19 ^b	82,34 ± 0,06 ^c

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Médias seguidas de mesma letra, numa mesma coluna, não diferem entre si, pelo Teste de Tukey com (p > 0,5), L: Luminosidade; a*, b*: parâmetros de cor; c*: saturação da cor; H°: tonalidade.

O parâmetro L* representa a escala de cor preto-branco que varia de 0 a 100. Desta forma, quanto mais clara a amostra mais próximo de 100 será seu valor de L*. Percebe-se que o emprego do tratamento químico com peróxido de hidrogênio em altas concentrações proporcionou amostras mais claras. Pode-se observar que o tratamento afetou de forma significativa a luminosidade, sendo os grupos amostrais submetidos aos tratamentos (T5%, T10%, T15%, T20% e T25%) mais claras que as amostras não tratadas (TB e T0%), o aumento da luminosidade proporcionada pelo tratamento é devido o peróxido ter agido como agente branqueador neste processo. Estudos mostram que o peróxido de hidrogênio atua como alvejante em polpas de madeira altamente lignificadas para a produção de papel (REICHERT e PETE, 1949).

A variável a* posiciona a cor do objeto no eixo verde-vermelho, enquanto a variável b* descreve a cor no objeto no eixo amarelo-azul. Entretanto, não é possível efetuar uma avaliação comparativa das amostras avaliando estes parâmetros

separadamente, uma vez que um parâmetro afeta o outro. Desta maneira, a discussão dos resultados será efetuada com base nos parâmetros L^* , H° e c^* . O parâmetro h^* descreve a tonalidade definindo a cor propriamente dita. O parâmetro c^* , por sua vez, descreve a intensidade da cor. Quanto maiores os valores de c^* , mais intensa é a cor.

Quanto à percepção da tonalidade da cor, mensurada pelo parâmetro H° observou-se que a amostra T25% teve um aumento significativo comparado com os demais tratamentos. Não houve diferenças significativas nos tratamentos T5%, T10% e T15% em relação a tonalidade. As amostras que não foram tratadas com peróxidoTB e T0% apresentaram tonalidade vermelho-alaranjada. Após o tratamento com peróxido observa-se uma tendência da tonalidade para o amarelo.

Os valores calculados a partir dos resultados encontrados nos parâmetros a^* e b^* mostraram que o tratamento provocou alterações significativas de intensidade de cor nas amostras T5%, T10%, T15%, T20% e T25%.

A cor é um dos parâmetros utilizado na aceitação ou rejeição de um produto, por isso, na indústria de alimentos a cor é um atributo importante (BATISTA, 1994). Se a cor for atraente, dificilmente o alimento não será ingerido ou, pelo menos, provado (SILVA *et al.*, 2000). Portanto a coloração escura da borra de café sem tratamento é uma limitação para sua aplicação em alimentos, pois restringe os níveis de adição, por conferir tonalidades e pontos escuros não característicos aos alimentos nos quais teria um uso potencial. O tratamento não elimina a cor escura da borra de café, apenas tornou um pouco mais clara, o que representa um fator interessante para ampliar suas aplicações, tornando-o mais aceito.

4.5 CONTEÚDO DE FENÓLICOS TOTAIS

Os resultados encontrados na determinação do conteúdo de fenólicos totais estão expostos na Tabela 7.

Tabela 7: Teores médios de compostos fenólicos totais extraíveis (mg EAG.100g⁻¹ de amostra seca) obtidos para as amostras de borra de café expresso determinadas a 20,0°C.

Grupo amostral	Fenólicos Totais (mgEAGg ⁻¹)
T _B	10,25 ± 0,05 ^a
T _{0%}	7,30 ± 0,03 ^b
T _{5%}	1,30 ± 0,04 ^c
T _{10%}	1,01 ± 0,04 ^d
T _{15%}	0,52 ± 0,05 ^e
T _{20%}	0,50 ± 0,03 ^e
T _{25%}	0,45 ± 0,03 ^e

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Médias seguidas de mesma letra, numa mesma coluna, não diferem entre si, pelo Teste de Tukey com (p > 0,5). **mgEAG⁻¹**: Miligrama de ácido gálico por grama de amostra seca.

De acordo com Murthy e Naidu (2010), todos os subprodutos e ou resíduos do processamento de café são ricos em compostos fenólicos, sendo assim, matérias primas com elevado potencial para obtenção de compostos de alto valor agregado.

A quantidade final de fenólicos totais pode estar influenciada por diversos fatores tais como: a maturação, a espécie, práticas de cultivo, origem geográfica, estágio de crescimento, condições de colheita e processo de armazenamento (SOARES *et al.*, 2008; VIEIRA, 2009; SOUSA *et al.*, 2010). Além disso, a quantidade de fenólicos presentes nos vegetais pode variar de acordo com fatores que não são intrínsecos ao alimento, como radiação solar, época do ano, períodos chuvosos ou não, radiação UV, entre outros fatores que podem interferir no metabolismo e produção de fenólicos nos alimentos (MACHADO *et al.*, 2008).

Foi possível verificar que o grupo amostral TB apresentou-se os maiores teores de compostos fenólicos totais, o que naturalmente já era esperado, pois o resíduo na forma bruta apresenta uma alta carga de matéria orgânica contendo a

presença de diversos compostos bioativos, entre eles: cafeína, taninos e os polifenóis (SILVA et al, 1998). Porém as amostras submetidas ao tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino, houve uma tendência à diminuição de alguns compostos bioativos, notadamente de compostos derivados das frações de ligninas, sendo que os tratamentos T15%, T20% e T25%, não apresentaram diferenças significativas entre eles.

A redução do teor de fenólicos totais nos extratos da borra de café podem estar associadas à degradação desses compostos já no processo de torrefação dos grãos, anteriormente ao preparo da bebida e que foi acentuado com o tratamento químico aplicado (DAGLIA *et al.*, 2000).

O peróxido de hidrogênio alcalino atua como estresse oxidativo nas amostras. Os radicais livres contêm espécies reativas de oxigênio, que incluem os radicais superóxidos e o radical hidroxila, além dos derivados do oxigênio que não contêm elétrons ímpares, como o peróxido de hidrogênio. Os radicais instáveis vasculham as células para doar elétrons e diminuem a funcionalidade das mesmas, ou seja a ressonância do anel aromático que confere estabilidade aos compostos fenólicos bem como o agrupamento hidroxila e ou metoxilas da molécula ficam comprometidos com altas concentrações de peróxido de hidrogênio.

Em meio alcalino fraco, o peróxido age de forma seletiva nos compostos fenólicos, promovendo uma cisão parcial da lignina, causando a sua degradação sem alterar a fração celulósica dos materiais lignocelulósicos (CURRELI et al., 1997). Usando apenas peróxido em meio alcalino (PATEL e BHATT, 1991) ou combinando-o com uma etapa anterior de pré-tratamento alcalino (CURRELI et al., 1997), a eficácia quanto ao processo de deslignificação é notório.

Na literatura as concentrações de compostos fenólicos presentes na borra de café variam de forma discrepante, sendo que Acevedo *et al.*, (2013) encontraram 273,34 mg EAG/g de amostra seca, enquanto Ramalakshmi *et al.*, (2009) relataram 6,32 mg EAG/g de mostra seca. Zuurro e Laveccia (2012) encontraram 21,56 mg EAG/g de compostos fenólico na borra. Um estudo relatado por Panuza *et al.*, (2013)

encontraram teores de compostos fenólicos que variaram entre 17 a 35 mg EAG/g para borras de café obtidas por filtração comum e borra de café do tipo expresso, respectivamente. Estas variações podem ser ocasionadas pelos melhor de produção da da borra de café entre as empresas, ou do tipo e da origem do café processado.

Os teores de fenólicos totais encontrados na borra de café TB ($10,25 \pm 0,05$ mgEAGg⁻¹) foram superiores quando comparados com outras matrizes alimentares, como os obtidos de cascas de banana (9,28mg GAE/g) por Subagio *et al.*, (1996); fruto da manga (9,62mg GAE/g), encontrado por Ajila *et al.*, (2010) e inferiores quando comparados com amendoim (125 mg GAE/g) por Yu *et al.*, (2005); e abacate (51,6mg GAE/g) no estudo feito por Wang *et al.*, (2010). Para grãos similares, estudos realizados por Reyes-Caudillo *et al.*, (2008), avaliaram os compostos fenólicos presentes na sementes de chia e encontraram valores entre 0,88 e 0,92 mgEAG/g, enquanto que Martínez-Cruz e Paredes-López (2014), ambos encontraram 1,64 mg GAE/g para semente de chia procedente do México.

Os valores encontrados neste trabalho para a borra bruta TB e a borra hidratada T0% se assemelham aos valores encontrados por Machado *et al.*, (2012) na qual demonstrou que o fungo *Penicillium purpurogenum* é capaz de liberar compostos fenólicos mediante a fermentação em estado sólido, tendo como substrato a borra de café e o tegumento do café, os teores de fenólicos totais encontrados foram 7,02 mgEAG g⁻¹ e 3,47 mgEAGg⁻¹, respectivamente.

Os teores de fenólicos totais encontrados para o grupo amostral TB ($10,25 \pm 0,05$ mgEAG g⁻¹) e T0% ($7,30 \pm 0,03$ mgEAG g⁻¹) foram superiores em relação a outros subprodutos similares da atividade cafeeira. Melo (2013) estudou resíduos do café e encontrou 5,15 mg EAG/ g para casca seca. 8,23 mg EAG/ g para cascas e polpas frescas. 3,00 mg EAG/ g para cascas e polpas frescas branqueadas a 32,5 °C e 3,77 mg EAG/ g para cascas e polpas frescas secas a 50°C.

No trabalho de Penna (2015), avaliando o potencial de grãos defeituosos de café como substrato para produção de fibras alimentares com potencial antioxidante, o grupo que apresentou o maior teor de fenólicos totais foi o de grãos ardidos claros

74,49 ± 1,56 mg EAG/g e o menor valor obtidos pelo grãos pretos 22,47 ± 0,16 mg EAG/g, atribuindo as diferenças devido a fatores como: solo, clima, altitude e a presença de pragas que naturalmente provocam alterações na produção de compostos fenólicos nas plantas (BRAVO, 1998). Além disso, as etapas de processamento, as condições e tempo de estocagem afetam a quantidade de compostos fenólicos dos resíduos agrícolas.

Os teores de compostos fenólicos relatados na borra de café expresso no presente estudo foram inferiores em relação a outros resíduos agroindustriais, por exemplo, nas sementes de uva foram encontrados em torno de 14 mg GAE/g (LOULI *et al.*, 2004) e resíduos de casca de cenoura (CHANTARO *et al.*, 2008). Valores similares de fenólicos totais TB (10,25 ± 0,05 mg GAE/g) e T0% (7,30 ± 0,03 mg GAE/g) foram encontrados para casca de kiwi (8,2 mg GAE/g) e maçã (11,4 mg GAE/g), respectivamente (WIJNGAARD *et al.*, 2009).

De acordo com o proposto por Vasco *et al.*, (2008), pode-se classificar as matérias-primas em baixo (< 1mg GAE/g), médio (de 1 a 5 mg GAE/g) e alto teor de compostos fenólicos (> 5 mg GAE/g). Seguindo esta classificação, verificou-se que a borra na forma bruta T_B (10,25 ± 0,05mg GAE/g) e na forma hidratada T0% (7,30 ± 0,03 mg GAE/g) são considerados produtos com alto teor de compostos fenólicos, os tratamentos T5% (1,30 mg GAE/g ± 0,04) e T10% (1,01 ± 0,04 mg GAE/g) possuem médio teor de compostos fenólicos, Já os tratamentos T15% (0,52 ± 0,05 mg GAE/g), T20% (0,50 ± 0,03 mg GAE/g) e T25% (0,45 ± 0,03 mg GAE/g) apresentam baixo teor de compostos fenólicos.

4.6 TEORES DE PROANTOCIANIDINAS NÃO EXTRAÍVEIS (NEPA)

Os resultados encontrados para avaliação dos teores de proantocianidinas não extraíveis das fibras de borra de café expresso estão expostos na Tabela 8.

Tabela 8: Teor de proantocianidinas não extraíveis (NEPA) obtidos para as amostras de borra de café expresso determinados a 20,0°C.

Grupo amostral	Teor de NEPA*
T _B	2.336,16 ± 143,85 ^a
T _{0%}	2.152,28 ± 143,59 ^a
T _{5%}	886,64 ± 109,23 ^b
T _{10%}	501,21 ± 41,37 ^c
T _{15%}	486,85 ± 95,39 ^c
T _{20%}	256,55 ± 33,51 ^c
T _{25%}	249,78 ± 28,24 ^c

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Médias seguidas de mesma letra numa mesma coluna, não diferem entre si, pelo Teste de Tukey com (p > 0,5). * Teor de proantocianidinas (mg/100g de amostra fresca), expressos com padrão de taninos de alfarroba (carob pod tannins); curva de calibração fornecida por ZURITA et al., (2012).

A metodologia empregada nessa determinação baseia-se no procedimento completo proposto por Zurita e coautores (2012). São empregadas leituras das absorvâncias que variam entre 450 e 555 nm, esse comprimento de onda é necessário, uma vez que compostos xantílicos derivados da butanolise são detectados na faixa de comprimento de 450 nm. A soma das absorvâncias é empregada para obtenção de resultados completos. Diversos artigos anteriores a 2012 utilizam apenas a leitura a 555 nm, e isso gera resultados superestimados conforme esclarecido por Zurita e coautores (2012). Pós rico em fibras de borra de café avaliados nesse trabalho apresentaram melhores resultados avaliados com o novo procedimento.

Os teores de NEPAs variaram entre TB (2.336,16 ± 143,85 mg/100g) a T25% (249,78 ± 28,24 mg/100g), sendo que a amostra TB e T0% apresentaram os maiores valores em relação aos demais grupos amostrais, porém não relataram diferença estatística a nível de 5%. Os grupos amostrais T10%, T15%, T20% e T25% não

apresentaram diferença significativa a nível de 5%, porém os valores encontrados foram menores quando comparados com as amostras TB e T0%, o que nos remete que o tratamento químico empregado influenciou em níveis baixos de proantocianidinas não extraíveis no resíduo.

Os teores de proantocianidinas não extraíveis encontrados neste trabalho para as amostras TB, T0% e T5% foram superiores aos encontrados por Gu et al., (2002), na qual utilizou-se a técnica de HPLC, afim de averiguar algumas concentrações de proantocianidinas em alimentos comuns e estimou-se o consumo dos mesmos. O teore de proantocianidinas não extraíveis encontrado para o feijão foi na ordem de $796,3 \pm 58,7$ mg/100g de amostra seca, valor próximo ao encontrado pelo grupo amostral T5% ($886,64 \pm 109,23$ mg/100g) e inferior a TB ($2.336,16 \pm 143,85$ mg/100g) e T0% ($2.152,28 \pm 143,59$ mg/100g).

Mesmo tendendo a uma diminuição dos teores de NEPAs em altas concentrações de peróxido de hidrogênio alcalino, as amostras de borra de café expresso submetidas aos tratamentos T0% a T25% apresentaram teores maiores de NEPA que os encontrados por Pérez-jimenez *et al.* (2009), os quais avaliaram os valores de proantocianidinas não extraíveis em alguns alimentos e os resultados encontrados para casca de maçã (var. *Jonagold*) foram $79,9 \pm 9$ mg/100g de amostra seca e para a casca da pêra (var. *Abete Fete!*) 183 ± 20 mg/100g de amostra.

Os valores encontrados neste estudo para os grupos amostrais TB e T0% foram inferiores aos relatados por Pérez-Jimenez (2009), nos quais encontraram valores que variaram entre 9.870 ± 375 mg/100g para o bagaço de uva tinta (var. *Cencibel*) e 1.0258 ± 1043 mg/100g para semente de uva tinta (var. *Cencibel*). Os valores obtidos para os resíduos de uva foram superiores quando comparados com os encontrados para as amostras TB ($2336,16 \pm 143,85$) mg/100g e T0% ($2152,28 \pm 143,59$) mg/100g.

Os teores de proantocianidinas não extraíveis obtidos ao empregar os tratamentos T10% ($501,21 \pm 41,37$ mg/100g) a T25% ($249,78 \pm 28,24$ mg/100g), se

assemelham com os teores encontrados pelos estudos de Pérez-Jimenez et al., (2009) nectarina com casca (var. *Royal*) obteve (341 ± 9 mg/100g) de amostra; uva branca (var. *Thompson*) (529 ± 30 mg/100g) de amostra e pêssego amarelo com casca (var. *Royal*) (427 ± 3 mg/100g).

Apesar do tratamento com peróxido de hidrogênio proporcionar uma diminuição do teor de proantocianidinas não extraíveis. Os teores encontrados neste trabalho foram semelhantes ou superiores comparado a outros resíduos agrícolas, o que nos remete a existência de fortes ligações intermoleculares de compostos orgânicos presentes na borra, notadamente de proteínas (PIZZI et al., 2004).

4.7 ATIVIDADE ANTIOXIDANTE PELO MÉTODO DPPH

Os resultados encontrados na determinação da atividade antioxidante dos extratos da borra de café expresso estão expostos na Tabela 9.

Tabela 9: Atividade antioxidante em grama de matéria seca/grama de DPPH obtidos para as amostras de borra de café expresso determinadas a 20,0°C.

Grupo amostral	EC ₅₀ (g/g DPPH)
T _B	604,92 ± 50 54,14 ^c
T _{0%}	746,77 ± 30,31 ^c
T _{5%}	2.026,91 ± 774,84 ^b
T _{10%}	2.207,98 ± 46,41 ^b
T _{15%}	2.295,97 ± 201,25 ^b
T _{20%}	3.220,48 ± 69,23 ^b
T _{25%}	4.607,05 ± 51,55 ^a

Valores médios ± desvio padrão (n = 3). Médias seguidas de mesma letra, numa mesma coluna, não diferem entre si, pelo Teste de Tukey com (p > 0,5). **CE₅₀**: Quantidade de amostra em gramas necessária para reduzir em 50% a concentração inicial do radical DPPH.

Na avaliação da atividade antioxidante pelo método DPPH, o radical livre reage com o antioxidante, convertendo-se à sua forma reduzida. Nessa reação, a solução de DPPH, inicialmente de coloração violeta é reduzido formando difenil-picril-hidrazina, de coloração amarela; e o grau deste descolorimento, monitorado através do espectrofotômetro, indica a habilidade do antioxidante em sequestrar o

radical livre. Uma forma usual de expressar os resultados nesse ensaio é calcular a quantidade do antioxidante capaz de sequestrar metade dos radicais livres DPPH presentes na solução. Esse índice denomina-se EC_{50} . Quanto menor o valor de EC_{50} apresentado pelo extrato, menor quantidade do extrato será necessária para reduzir 50 % do radical livre DPPH, e maior será sua atividade antioxidante (LIMA, 2008).

Estes resultados representam quantos gramas de uma amostra são necessários para reduzir em 50% a concentração inicial de uma solução de DPPH. O tempo necessário para a estabilização da absorbância no presente estudo foi de 30 minutos. Não houve aumento significativo do consumo ao longo do tempo total de observação (120 minutos).

Dos resultados para atividade antioxidante expresso em EC_{50} (g de amostra/g DPPH), observou-se que não houve diferença significativa entre os grupos amostrais submetidos ao tratamentos T5%, T10%, T15% e T20%. Isso indica que tratamento empregado nessas concentrações teve pouca influência na capacidade antioxidante total. A quantidade necessária do extrato em reduzir a concentração inicial de DPPH em 50% (EC_{50}) variou entre T0% ($604,92 \pm 50,54$ g/DPPHg) a T25% ($4607,05 \pm 51,55$ g/DPPHg) nas amostras de borra de café expresso. Os grupos amostrais TB e T0% apresentaram os menores valores de EC_{50} , valor já esperado, uma vez que esses grupos não sofreram severas modificações na matriz residual, matendo de forma parcial e/ou total o teor de compostos bioativos. Os dados obtidos para TB ($604,92 \pm 50,54$ g/DPPHg) e T0% ($746,77 \pm 30,31$ g/ DPPHg) indicam melhor desempenho desse grupo para a atividade antioxidante. Já a amostra T25% apresentou o menor valor de EC_{50} $4593,6 \pm 59,26$ g/DPPHg, provavelmente, a aplicação de tratamentos mais severos seguiu-se uma tendência de diminuição da atividade antioxidante do resíduo.

Os resultados acima comprovam que o aumento da concentração do tratamento químico, proporcionou uma baixa capacidade das amostras em sequestrar o radical DPPH•, ou seja, menor capacidade antioxidante. Tal fato sugere que a exposição da borra de café expresso em concentrações elevadas de peróxido

de hidrogênio alcalino possivelmente extraiu boa parte dos compostos fenólicos presentes no resíduo.

A estrutura química dos compostos fenólicos desempenham um papel importante na neutralização de radicais livres e quelação de metais de transição, agindo tanto na etapa de iniciação como na propagação do processo oxidativo. Os intermediários formados pela ação de antioxidantes fenólicos são relativamente estáveis, em razão da ressonância do anel aromático presente na estrutura dessas substâncias (FARAH e DONANGELO, 2006).

Ao aplicar um tratamento químico severo na matriz celular e em quantidade maiores, fica evidente que os compostos bioativos presentes no resíduo não foram capazes de prevenir ou repararem os danos ocasionados às células pelas espécies reativas de oxigênio (CHANWITHEESUK *et al.*, 2005).

De acordo com os estudo de Heinonen *et al.* (1998), os quais afirmam que a atividade de um extrato não pode ser explicada apenas com base em seu teor de fenólicos totais, requer também a caracterização da estrutura dos compostos ativos. Korus *et al.* (2007), afirmam que a atividade antioxidante não depende, somente da quantidade, mas também do tipo de compostos bioativos (taninos condensados, flavonóides, ácidos carboxílicos C₆-C₁ e C₆-C₃), dentre outros presentes na amostra.

Um estudo utilizando o mesmo método obtido neste trabalho foi realizado por Leão (2013) na qual obteve pós ricos em fibra alimentar a partir de farelo de trigo e pericarpo de pequi e constam valores médios de 25.729,3 ± 21,16 g/g DPPH a 44,43 ± 2,49 g/g DPPH, respectivamente. Estes resultados expressam grande diferença entre a capacidade antioxidante das fibras alimentares do pericarpo de pequi comparados ao da fibra alimentar do farelo de trigo. Os valores de EC₅₀ para os pós ricos em fibras do pericarpo de pequi variaram entre 44,43 ± 2,49 g/g DPPH a 50,79 ± 1,75g/g DPPH.

Segundo Scherer e Godoy (2009) e Dawidowicz *et al.* (2012), a capacidade antioxidante pelo método do DPPH é difícil de ser comparada entre os trabalhos

publicados por falta de um padrão na forma de expressar os resultados e pelo fato de diferentes metodologias influenciarem na determinação da capacidade antioxidante dos compostos avaliados. Ressalta-se que não existe um método oficial para determinação da atividade antioxidante em alimentos de origem vegetal e seus resíduos/subprodutos, tendo em vista os vários mecanismos antioxidantes que podem ocorrer, bem como a diversidade de compostos bioativos numa amostra, portanto vale ressaltar que dificilmente pode-se encontrar na literatura valores similares aos que foram obtidos neste trabalho. Apesar do expressivo aumento do número de trabalhos que determinam a capacidade antioxidante em alimentos, há uma série de limitações em relação às metodologias utilizadas. Portanto, novas metodologias estão sendo desenvolvidas e adaptadas de acordo com as características de cada amostra (FERREIRA e AVACA, 2008).

5 CONCLUSÃO

A utilização do tratamento permitiu a obtenção de um com uma granulometria adequada e que apresentasse um teor de fibras totais relativamente alto. O conteúdo de fibras totais chegou a ser maior ou semelhante em relação a outros cereais e resíduos agrícolas. Isso pode indicar o potencial desse resíduo como uma fonte natural de fibras, notadamente de fibras insolúveis, na qual exerce papel fundamental na regulação do trânsito intestinal e a redução significativa de doenças cardiovasculares. Os tratamentos T5%, T10% e T15% proporcionaram aumento do teor de fibras solúveis, o que implica melhoria nas propriedades de hidratação, notadamente de absorção de água.

O tratamento proporcionou valores desejáveis para os ensaios de umidade. Os resultados encontrados para a análise de cinza e extrato etéreo sofreram um aumento em altas concentrações de peróxido de hidrogênio, tal fato é explicado pela diminuição do rendimento da massa e maiores concentrações da matéria orgânica.

As propriedades tecnológicas variaram de forma significativa nos diferentes grupos analisados. O tratamento com altas concentrações de peróxido de hidrogênio

alcalino apresentaram valores de absorção de água, absorção de óleo e volume de intumescimento mais elevados quando comparados com a borra de café na forma bruta. Os resultados são comparáveis com valores encontrados para outros resíduos da produção agrícola. Os valores obtidos para as propriedades de hidratação torna promissor o emprego de pós ricos em fibras como aditivos alimentares.

O tratamento afetou de forma significativa a coloração dos pós ricos em fibras de borra de café expresso, sendo que os grupos tratados com peróxido de hidrogênio alcalino tenderam a uma coloração mais clara que o grupo amostral TB (borra sem tratamentos) e T0% (borra hidratada), a coloração é um fator decisivo para a aceitação pelos consumidores.

No que tange ao teor de compostos fenólicos, esses foram expressivamente maiores na amostra sem tratamento (TB). Os teores de compostos fenólicos encontrados na borra de café obtiveram resultados expressivos bem superiores aos encontrados em outros resíduos agrícolas. Quanto à atividade antioxidante, foi encontrado valores inferiores às amostras que submeteram a menores concentrações de peróxido de hidrogênio alcalino. Pode-se observar que as proantocianidinas não extraíveis obtiveram um valor elevado comparado com outros resíduos agrícolas. O método DPPH foi eficiente para avaliação da atividade antioxidante de todos os grupos amostrais o que pode ter correlacionado de forma significativa com o teor de compostos fenólicos.

6 PERSPECTIVAS

Pelos resultados obtidos sugere a utilização dos pós de borra de café na formulação de algum ingrediente alimentar. Seria necessária a realização de testes microbiológicos e, posteriormente, toxicológicos a fim de se avaliar a existência de possíveis riscos à saúde do consumidor que possam estar relacionados ao consumo dessas fibras. Seria necessário estudos clínicos que comprovem que a adição dessas fibras possuem um efeito fisiológico benéfico para a saúde e também

estudos que avaliem a absorção e disponibilidade dos compostos fenólicos presentes nessas fibras, no organismo do ser humano.

Sugere realização de testes para avaliar as modificações sensoriais resultantes dessa adição. Para isso é necessário a realização de testes sensoriais com provadores treinados, para se identificar possíveis diferenças no sabor e textura, e também com consumidores para se avaliar a aceitação da fibra em relação ao produto.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AACC. The definition of dietary fiber. *Cereal Foods World*, v. 46, n.3, p.112-129, 2001.

ABIC. Associação Brasileira das Indústrias de Café. Café Beneficiado (safra 2014). Parque Cafeeiro, Produção e Produtividade. Indicadores da indústria de café no Brasil em 2014. Disponível em: <<http://www.abic.com.br>>. Acesso em: 27 out. 2015.

ACEVEDO, F., RUBILAR, M SCHEUREMANN, E., CANCINO, B., UQUICHE, E., GARCÉS, M., INOSTROZA, K., SHENE, C. Spent coffee grounds as a renewable source of bioactive compounds. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy*, Valencia, v.7, n.20, p.1-9, 2013.

ADANS, M.R., DOUGAN, J. Waste products. In: CLARKE, R.J.; MACRAE. R. *Coffee: technology*. London. Elsevier Applied Science. v.2 p.282-291, 1985.

ADDUL-HAMID, A.; LUAN, Y. S. Functional properties of dietary fibre prepared from defatted rice bran. *Food Chemistry*, v. 68, p.15-19, 2000.

AJILA, C. M., AALAMI, M., LEELAVATHI, K., PRASADA RAO, U.J.S. Mango peel powder: A potencial source of antioxidant and dietary fiber in macaroni

preparation. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, v. 11, p. 219-224, 2010.

ALBANESE, D. et al. Espresso coffee (EC) by POD: Study of thermal profile during extraction process and influence of water temperature on chemical–physical and sensorial properties. *Food Research International*, v. 42, p. 727–732, 2009.

ALVES, T.O et al. Desenvolvimento de biscoito tipo cookie rico em fibras utilizando farinha de albedo de tangerina “Pokan”. In: CONBRAN. XXII CONGRESSO BRASILEIRO DE NUTRIÇÃO. Recife, 2012.

ALVIRA, P., TOMÁS-PEJO, M., NEGRO, M. J. Pretreatment technologies for an efficient bioethanol production process based on enzymatic hydrolysis: a review. *Bioresource Technology*, v.101, p.4851-4861, 2010.

ANDERSON, J. W., BAIRD, P., DAVIS JR, R. H., FERRERI, S., KNUDTSON, M., KORAYM, A., WATERS, V., WILLIAM, C. L. Health benefits of dietary fiber. *Nutrition Reviews*, v.67, p.188-205, 2009.

ANDRADE, Aretha Priscilla Silva. Análise química e avaliação do potencial alelopático da casca de café (*Coffea arabica*). 2009. 90 p. Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2009.

ANDUEZA, S.; PEÑA, M. P.; CID, C. Chemical and sensorial characteristics of espresso coffee as affected by grinding and torrefacto roast. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 51, p. 7034-7039, 2003.

ARTZ, W., WARREN, C., VILLOTA, R. Twin-screw Extrusion Modification of a Corn Fiber and Corn Starch Extruded Blend. *Journal of Food Science*, v.55, n.3, p.746-754, 1990.

ASP, N.G., JOHANSSON, C.G., HALMMER, H., SILJESTROM, M. Rapid enzymatic assay of insoluble and soluble dietary fiber. *J. Agric. Food Chem.*, v.31, p.476-482, 1998.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS- AOAC. *Official Methods of Analysis*. 12. ed. Washigton: Association of Official Analytical Chemists, 1990.

ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS - AOAC. *Official Methods of Analysis of the AOAC International*, 18th ed. Rev. 2. HORWITZ, W.; LATIMER JR., G. W. (Editors) Gaithersburg, Maryland: (Method 4.5.05), 2007.

AZZAN, A, M.. Pretreatment of cane bagase with hydrogen peroxide for enzymatic hydrolysis of cellulose and ethanol fermentation. *Journal of Environment Science and Health*. v. 24(4), p. 421-433, 1989.

BALAT, M. Production of bioethanol from lignocellulosic materials via the biochemical pathway: A review. *Energy Conversion And Mangement*, Trabzon, p.858-875, 2010.

BATISTA CLLC. *Produção e avaliação da estabilidade de corante hidrossolúvel de urucum*. v.71 p. 1. Ed. UFLA. Brasil, 1994.

BELITZ, H. D., GROSCH, W., SCHIEBERLE, P. Coffee, Tea, Cocoa. In BELITZ, H. D., GROSCH, W., SCHIEBERLE, P. *Food Chemistry*, Springer, 2009.

BETANCUR-ANCONA, D., PERAZA-MERCADO, G., MOGUEL-ORDOÑES, Y., e FUERTES-BLANCO, S. Physicochemical characterization of lima bean (*Phaseolus lunatus*) and Jack bean (*Canavalia ensiformis*) fibrous residues. *Food Chemistry* ,v. 84, p. 287–295. 2004.

BOCLÉ, J. C., CHAMP, M., BERTA, J. L. Les fiber alimentaires: Déterminants physico-chimiques, définition, aspects analytiques et physiologiques. Cahiers de Nutrition et de Diététique, v. 40, p. 15-21, 2005.

BORRE, L. B., REINERT, F., SAN GIL, R. A. S. Transesterificação da Fração Lipídica da Borra de Café; In: Anais do II Congresso da Rede Brasileira de Biodiesel; Brasília, 2010.

BORRELLI, R. C., ESPOSITO, F., NAPOLITANO, A., RITIENI, A., FOGLIANO, V. Characterization of a new potential functional ingredient: Coffee silverskin. Journal of Agricultural and Food Chemistry, v.52, p.1338-1343, 2004.

BOUDET, A.M. Towards and understanding of the supramolecular organization of the lignified wall. In: ROSE, j. (Ed.). The plant cell wall. Oxford: Blackwell, p.155-182, 2003.

BRAGATTO, J. Avaliação do potencial da cascada de Eucalyptus spp. para a produção de bioetanol, 2010. Tese (Doutorado em Ciências: Fisiologia e bioquímica de plantas) - Escola Superior de Agricultura de Queiroz, Piracicaba, 2010.

BRAND, D., PANDEY, A., RODRÍGUEZ-LEÓN, J. A., ROUSSOS, S., BRAND, I., SOCCOL, C. R. Packed bed column fermenter and kinetic modeling for upgrading the nutritional quality of coffee husk in solid-state fermentation. Biotechnology Progress, v.17, p.1065-1070, 2001.

BRAVO, L.; MAÑAS, E.; SAURA-CALIXTO, F. Dietary non-extractable condensed tannins as indigestible compounds; effects on faecal weight, and protein and fat excretion. Journal of the Science of Food and Agriculture, v.63, n. 1, p.63-68,1993.

BRAVO, L.; ABIA, R.; SAURA-CALIXTO, F. Polyphenols dietary fiber associated compounds. Comparative study on in vivo and *in vitro* properties. Journal of Agricultural and Food Chemistry, v. 42, n. 7, p.1481-1487, 1994.

BRAVO, L. Polyphenols: Chemistry, Dietary Sources, Metabolism, and Nutritional Significance. *Nutrition Reviews*, v. 56, n.11, p.317-333,1998.

BRAVO, J., MONENTE, C., JUÁNIZ, I., PAZ DE PEÑA, M., CID, C. Influence of extraction process on antioxidant capacity of spent coffee, *Food Research International*, v. 50, p. 610-616, 2013.

BREZOVÁ, V., SLEBODOVÁ, A., STASKO, A. Coffee as a source of antioxidants: an EPR study. *Food Chemistry*. v.114, p. 859-868, 2009.

BUTT, M. S., SULTAN, M. T. Coffee and its consumption: benefits and risks. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, v. 51, p. 363-373, 2011.

CAETANO, N.S., SILVA, V.F.M., MATA, T.M. Valorisation of coffee grounds for biodiesel production. *Chem. Eng. Trans.* v. 26, p. 267–272, 2012.

CAPPELLE, E. R., *et al.* Estimativas do valor energético a partir das características químicas e bromatológicas dos alimentos. *Revista Brasileira de Zootecnia*, v.30, n.6 p.1837-1856, 2001

CARDOSO, M. Análise da unidade de recuperação do licor negro de Eucalipto no processo de "Kraft", avaliando as alternativas de processamento. Tese de doutorado, departamento de sistemas químicos e informática da faculdade de Engenharia Química- FEQ, Universidade Federal de Campinas, UNICAMP, 2008..

CATANEO, C. B., CALLARI, V., GONZAGA, L. V., KUSKOSKI, E. M., FETT, R. Atividade antioxidante e conteúdo fenólico do resíduo agroindustrial da produção de vinho. *Ciências Agrárias*, v. 29, n. 1, p. 93-102, 2008.

CÉSPEDE, M. A. L. Otimização do processo de extrusão da polpa de laranja: modificação das propriedades funcionais e sua aplicação como fonte de fibra

alimentar. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos., Campinas, SP, p.163.1999

CHANG, V. S., NAGWANI, M., HOLTZAPPLE, M. T. Lime pretreatment of crop residues bagasse and wheat straw. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, v.74, p. 135-159, 1998.

CHANTARO, P., DEVAHASTIN, S., CHIEWCHAN, N. Production of antioxidant high dietary fiber powder from carrot peels. *LWT - Food Science and Technology*, v. 4, p. 1987-1994, 2008.

CHANWITHEESUK A, TEERAWUTGULRAG A, RAKARIYATHAM N. Screening of antioxidant activity and antioxidant compounds of some edible plants of Thailand. *Food Chem.* v. 92, p.491-497, 2005.

CHAU, C. F., HUANG, Y. L. Characterization of passion fruit seed fibres a potential fibre source. *Food Chemistry*, v.85, p. 89-194, 2004.

CHEN, M., ZHAO, J., XIA, L. Comparison of four different chemicals pretreatment of corn stover for enhancing enzymatic digestibility. *Biomass and energy*, n.33, p. 1381-1385, 2009.

COLONNA, P.; DOUBLER, J.L.; MELCON, J.P.; MONREDON, F.; MERCIER, C. Extrusion cooking and drum drying of wheat starch. I. Physical and macromolecular modifications. *Cereal Chemistry*, Saint Paul, v.61, n.6, p. 538-543, 1984.

CONAB, Companhia Nacional de Abastecimento. Levantamento de safra. Disponível em:< <http://www.conab.gov.br>>. Acesso em out 2015.

CORREA, J. A. C . Estudo do pré-tratamento do bagaço de caju com peróxido de hidrogênio alcalino para produção de etanol. Dissertação (Mestrado em

Engenharia Química)- Escola de Engenharia de Química, Universidade Federal do Ceará , Fortaleza-CE, 2013.

CUNNIFF, P. (Ed.) Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists – AOAC, 16^o edição, Arlington, Virginia, (Método 985.29), 1998.

CURRELI, N., FADDA, MB., RESCIGNO, A., RINALDI, AC., SODDU, G., SOLLAI, F., VACCARGIU, S., SANJUST, E., RINALDI, A., Mild alkaline/oxidative pretreatment of wheat straw. *Process Biochemistry*, v.32(8), p.665-670, 1997.

DAGLIA, M., PAPETTI, A., GREGOTTI, C., BERTÈ, F., GAZZANI, G. *In vitro* antioxidant and ex vivo protective activities of green and roasted coffee. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Washington, v.48, n.5, p.1449-1454, 2000.

DAWIDOWICZ, A. L.; WIANOWSKA, D.; OLSZOWY, M. On practical problems in estimation of antioxidant activity of compounds by DPPH method (Problems in estimation of antioxidant activity). *Food Chemistry* v. 131, n. 3, p. 1037-1043, 2012.

DE KANTEREWICZ, R.J., PILOSOFF, A.M.R.; BARTHOLOMAI, G.B. A simple method for determining oil absorption capacity of protein and the kinetics of oil uptake. *Journal of American Oil Chemists Society*, Champaign, v. 66, n. 6, p. 809-812, 1989.

DENG, J.; CHENG, W.; YANG, G. A novel antioxidant activity index (AAU) for natural products using the DPPH assay., *Food Chemistry* v.125, n.4, p.1430-1435, 2011.

DALL'ALBA, V., AZEVEDO, M. J. Papel das fibras alimentares sobre o controle glicêmico, perfil lipídico e pressão arterial em pacientes com diabetes melito tipo 2. *Revista HCPA*, v. 30, p. 363-371, 2010.

DOMINGUEZ, H., TORRES, J. L., NUNEZ, M. J. Antioxidant phenolics as food additives from agricultural wastes. *Polyphenols Actualites*, v. 21, p. 26-30, 2001.

DORS, G. C. ; CASTIGLION, G. L.; RUIZ, W. A. Utilização da farinha de arroz na elaboração de sobremesa. *Vetor*, Rio Grande-RS, v. 16, p. 63-67, 2006.

ECCARDI, F., SANDALJ, V. Coffee a celebration of diversity. Sandalj Eccardi Company: Trieste, Italy, 228p, 2002.

ELLEUCH, M., BEDIGIAN D., ROISEUX O., BESBES S., BLECKER C., ATTIA H. Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterisation, technological functionality and commercial applications: A review. *Food Chemistry*, v.124, p. 411-421, 2011.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISAS AGROPECUÁRIAS – EMBRAPA. Comunicado Técnico No. 103. Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela Captura do Radical Livre DPPH•. Rio de Janeiro, 2007. 4p.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISAS AGROPECUÁRIAS – EMBRAPA. Comunicado Técnico No. 127. Metodologia Científica: Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pela Captura do Radical Livre DPPH•. Fortaleza, 2007. 4p.

ESCALADA-PLA, M. F.; PONCE, N. M.; STORTZ, C. A.; GERSCHENSON, L. N.; ROJAS, A. M. Composition and functional properties of enriched fiber products obtained from pumpkin (*Curcubita moschata* Duchesne ex Poiret). *LWT*, v. 40, p.1176-1185, 2007.

ESQUIVEL, P., JIMÉNEZ, V. M. Functional properties of coffee and coffee by products. *Food Res. Int.*. doi:10.1016/j.foodres 2011.05.028, 2012.

FAN, L.T., LEE, Y.H., GHARPURAY, M.M. The nature of lignocelulosics and their pretreatments for enzymatic hydrolysis. *Adv. Biochem. Eng.*, n.23, p.157-187,1982.

FANG, J. M., SUN, R. C., SALISBURY, D., et al. Comparative study of hemicelluloses from wheat straw by alkali and hydrogen peroxide extractions. *Polymer Degradation and Stability*, v. 66, p.423–432, 1999.

FARAH, A., DONANGELO, C.M. Phenolic compounds in coffee. *Brazilian Journal Plant of Physiology*, Londrina, v.18, n.1, p.23-26, 2006.

FEMENIA, A., SELVENDRAN, R. R., RING, S. G., ROBERTSON, J. A. Effects of heat treatment and dehydration on properties of cauliflower fiber. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 47, p. 728-732, 1999.

FENGEL, D., WEGENER, G. *Wood chemistry, ultrastructure, reactions*. Berlin: Water de Gruyter e CO, p.613, 1989.

FERREIRA, RAFAEL DE QUEIROZ ; AVACA, L. A. . Determinação Eletroquímica Da Capacidade Antioxidante De Sucos De Frutas Industrializados Usando O Cracassay. *Química Nova*, V. 31, P. 2169-2173, 2008

FERRARI, P. et al. Dietary fiber intake and risk of hormonal receptor–defined breast cancer in the European Prospective Investigation into Cancer and Nutrition study. *The American Journal of Clinical Nutrition*, v. 97, p. 344-353, 2013.

FRANCA, A. S., OLIVEIRA, L. S. Chemistry of Defective Coffee Beans. In: Koeffler, E. N. (Ed.). *Food Chemistry Research Developments*. Nova Publishers, New York, NY, USA p.105-138, 2008.

FRANCA, S. F., OLIVEIRA, L.S., FERREIRA, M.E. Kinetics and equilibrium studies of methylene blue adsorption by spent coffee grounds. *Desalination* v.249, p. 267-272, 2009.

GALDEANO, M.C.; GROSSMANN, M.V.E. Effect of Treatment with Alkaline Hydrogen Peroxide Associated with Extrusion on Color and Hydration Properties of Oat Hulls. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, v.78, n.1, p. 63-72, 2005.

GALVEZ, J., RODRIGUEZ, C. M. E., ZARZUELO, A. Effect of dietary fiber on inflammatory bowel disease. *Molecular Nutrition and Food Research*. v. 49, n.6, p. 601–608, 2005.

GIUNTINI, E. B., LAJOLO, F. M., MENEZES, E. W. Potencial de fibra alimentar em países ibero-americanos: alimentos, produtos e resíduos. *Arch. Latinoam. Nutr.*, v. 53, n.1, p.1-7, 2003.

GOPALAKRINA KAO, N; NATARAJAN, C.P. Utilization off coffe by products. *Indian Coffee*, New Delli, n.495, p.3-5,1974.

GOULD, J. M. Alkaline peroxide delignification of agricultural residues to enhance enzymatic saccharification. *Biotechnoly and Bioengineering*, v. 26, p.46-52, 1984.

GOULD, J. M. Studies on the Mechanism of Alkaline Peroxide Delignification of Agricultural Residues. *Biotechnology and Bioengineering*, n. 27(3), p. 225-23,1985.

GOULD, J. M., FREER, S.N. High efficiency ethanol production from lignocellulosic resides pretreatment with alkaline H₂O₂. *Biotechnology and Bioengineering*. v.26, p. 628-631, 1984.

GOULD, J. M., JASBERG B. K., DEXTER L. B., HSU, J. T., LEWIS S. M., FAHEY G. C. High fiber, Noncaloric Flour Substitute for Baked Foods. Properties of Alkaline Peroxide treated Lignocellulose. *Cereal Chemistry*, v. 66, n. 3, p. 201-205, 1989.

GU, L., KEIM, M., HAMMERSTONE, J. F., BEECHER, G., CUNNINGHAM, D., VANNOZZI, S., et al. Fractionation of polymeric procyanidins from lowbush blueberry and quantification of procyanidins in selected foods with an optimized normalphase

HPLC–MS fluorescent detection method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 50, p. 4852-4860, 2002.

GUILLON, F., CHAMP, M. Structural and physical properties of dietary fibres, and consequences of processing on human physiology. *Food Research International*, v.33, p.233-245, 2000.

GUTKOSKY, L. C. Caracterização tecnológica de frações de moagem de aveia e efeito de umidade e temperatura de extrusão na sua estabilidade. 1997. 241p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1997.

HASSAN, F. A., ISMAIL, A., HAMID, A. A., AZLAN, A., AL SERAGI S. H. Characterisation of fibre-rich powder and antioxidant capacity of *Mangifera pajang* K. fruit peels. *Food Chemistry*, v.126, p. 283–288, 2011.

HOJO, O.; ERNESTO, V. A. R. T.; RIBEIRO, C. A.; FISCARELLI, P.; FERTONANI, F. L. Comparação metodológica entre mufla convencional e automática para análise de umidade e cinzas em bagaço de cana. In: CONGRESSO DA QUALIDADE EM METROLOGIA, 8., 2008, São Paulo. Anais... São Paulo: REMESP, 2008, p.1-6.

HEINONEN, M.; LEHTONEN, P. J.; HOPLA, A. Antioxidant activity of berry and fruit wines and liquor. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Washington, v. 46, n. 1, p. 25-31, 1998.

HSU, T. A., LADISCH, M. R., TSAO, G.T. Alcohol from Cellulose. *Chemical Technology*, n.10, p.315-319, 1980.

HUANG, DEJIAN; OU, BOXIN; PRIOR, RONAL L. The chemistry behind antioxidant capacity assays. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Easton, v. 53, n. 6, p. 1841-1856, 2005.

HUEMMER, W., SCHEREIER, P. Analysis of proanthocyanidins. *Molecular Nutrition and Food Research*, v.52, p.1381-1398, 2008.

INGLETT, G.E. Dietary fiber gels for preparing calorie reduced foods. U.S. Patent application serial number 08/563,834; November 28, 1995.

INGLETT, G.E. Development of a Dietary Fiber Gel for Calorie-reduce Foods. *Cereal Foods World*, v. 42, n. 5, p. 382-385, 1997.

INSTITUTO ADOLF LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos /coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea - São Paulo:Instituto Adolfo Lutz, p. 83-160, 2008.

JEONG, C.H., JEONG, H.R., CHOI, G.N., KIM, D.O., LEE, U., HEO, H.J. Neuroprotective and antioxidant effects of caffeic acid isolated from *Erigeron annuus* leaf. *Chin. Med.* v.24, p.6-25, 2011.

KAUR, M., SINGH, N. Studies on function, thermal and pasting properties of flours from different chickpea (*Cicer arietinum* L.) cultivars. *Food Chemistry*, London, v.91.p-403-411, 2005.

KAY, R. M.; Dietary Fiber. *Journal of Lipid Research*. v.23, p.221-242, 1982.

KIM, S.Y. Neuroprotective and neurotrophic agents. In: Suk, K. (Ed.), *Research Focus on Natural Products and the Body's Immune and Inflammatory Systems*. Nova Science Publishers, New York, p. 23-39, 2007.

KONDAMUDI, N., MOHAPATRA, S., MISRA, M., 2008. Spent coffee grounds as a versatile source of green energy. *J. Agric. Food Chem.*v. 56, p-11757-11760, 2008.

KORUS, J.; GUMUL, D.; CZECHOWSKA, K. Effect of extrusion on the phenolic composition and antioxidant of dry beans of *Phaseolus vulgaris* L. *Bio Food Tech*, Canadá, v. 45, p.139-146, 2007

KUAN, Y.H., LIONG, M. T. Chemical and physicochemical characterization of agrowaste fibrous materials and residues. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v.56, p. 9252–9257, 2008.

KUMAR, P., BARRET, M. J., STROEVE, P. Methods for Pretreatment of Lignocellulosic Biomassa for Efficient Hydrolysis and Biofuel Production. *Ind. Eng. Chem. Res.*, n.48, p.3713-3729, 2009.

LAGO, R., ANTONIASSI, R., FREITAS, S. Proximate composition and of amino acids in Green coffee, roasted and soluble coffee grounds. In: *II Simpósio de Pesquisados Cafés do Brasil*, Sep 24–27, Vitoria, Brasil, p. 1473-1478, 2001.

LARRAURI, J.A.; RUPÉREZ, P.; SAURA-CALIXTO, F. Pineapple shell as a source of dietary fiber with associated polyphenols. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 45, p. 4028-4031, 1997.

LARRAURI, J. A. New approaches in the preparation of high dietary fiber powders from fruit by-products. *Food Science & Technology*, n. 10, p. 3-8, 1999.

LARREA, M. A., GROSSMANN, M. V. E., BELÉIA, A. P., TAVARES, D.Q. Changes in water absorption and swollen volume in extruded alkaline peroxide pretreated rice hulls. *Cereal Chemistry*, v.74, n.2, p. 98-101, 1997.

LASHERMES, P., ANDRADE, A. C., ETIENNE, H. Genomics of coffee, one of the world's largest traded commodities. In P. H. MOORE., R. MING (Eds.), *Genomics of tropical crop plants*. p. 203–225. New York: Springer, 2008.

LECUMBERRI, E.; MATEOS, R.; ISQUIERDO-PULIDO, M.; RUPÉREZ, P.; GOYA, L.; BRAVO, L. Dietary fibre composition, antioxidant capacity and physico-

chemical properties of a fibre-rich product from cocoa (*Theobroma cacao* L). *Food Chemistry*, v.104, p. 948-954, 2007.

LEÃO, Daniela Pereira. Avaliação comparativa do potencial de farelo de trigo comercial e pericarpo de pequi como substratos na produção de fibras com capacidade antioxidante. 2013. 88 p. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) – Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2013.

LIMA, A. Caracterização química, avaliação da atividade antioxidante *in vitro* e *in vivo* e identificação dos compostos fenólicos presentes no pequi (*Caryocar brasiliense* Camb.). 2008. 186 f. Tese (Doutorado em Bromatologia) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2008.

LLOBERA, A., CAÑELLAS, J. Dietary fibre content and antioxidant activity of Manto Negro red grape (*Vitis vinifera*): pomace and stem. *Food Chemistry*, v. 101, n. 2, p. 659-666, 2007.

LOULI, V., RAGOSSIS, N., MAGOULAS, K. Recovery of phenolic antioxidants from wine industry by-products. *Bioresour. Technol.* v.92, p. 201-208, 2004.

LUÍZ, M. M., SANDIA M., MARCELA A., JOÃO A. L, RICARDO N.M.J.P. Rapid assessment of bioactive phenolics and methylxanthines in spent coffee grounds by FT-NIR spectroscopy, *Talanta*, v.147, p.460-467, 2016.

MACHADO, H. et. al. Flavonóides e seu potencial terapêutico. *Boletim do Centro de Biologia da Reprodução, Juiz de Fora*, v. 27, n. 1/2, p.33-39, 2008.

MACHADO, E. M. S.; RODRIGUEZ-JASSO, R. M.; TEIXEIRA, J. A.; MUSSATTO, S. I. Growth of fungal strains on coffee industry residues with removal of polyphenolic compounds. *Biochemical Engineering Journal*, Amsterdam, v.60, n.1, p.87-90, 2012.

MARINS, J. M. Borra de café. In: SEMINÁRIO COMO BIOMASSA DE ENERGIA PARA INDÚSTRIA. Rio de Janeiro. Anais...Rio de Janeiro: UFRJ, p.12-14, 1980.

MARTÍNEZ-CRUZ, O.; PAREDES-LÓPEZ, O. Phytochemical profile and nutraceutical potential of chia seeds (*Salvia hispanica* L.) by ultra high performance liquid chromatography. *J. Cromatog. A*, v. 1346, p.43-58, 2014.

MARTINÉZ, R., TORRES, P.; MENESES, M. A.; FIGUEROA, J. G.; PÉREZ-ÁLVAREZ, J. A.; VIUDA-MARTOS, M. Chemical, technological and *in vitro* antioxidant properties of mango, guava, pineapple and passion fruit dietary fibre concentrate. *Food Chemistry*, v. 135, p. 1520-1526, 2012.

MATSURA, F. C. A.U. Estudo do albedo de maracujá e seu aproveitamento em barra de cereais. Campinas, 2005. 138p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) Faculdade de engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas, 2005.

MELO, J. C. S. Avaliação do potencial tecnológico e antioxidante de cascas de café como substrato para produção de fibras alimentares. 2013. 99 f. Dissertação (Mestrado em Ciências de Alimentos). Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais, 2013

MELLO, J. C. P., SANTOS, S. C. Taninos. In: SIMÕES, C.M.; SCHENKEL, E. P.; GOSMANN, G.; MELLO, J. C.P.; MENTZ, L.A.; PETROVICK, P.R. *Farmacognosia: da planta ao medicamento*. 3 ed. Porto Alegre: Ed.UFGRS/Ed.UFSC, cap. 24, p.517-543, 2001.

MENDES L.C Estudos para determinação das melhores formulações de blends de café arábica (*C. arabica*) com café robusta (*C. canephora* Conilon) para uso no setor de cafés torrados e moídos e de cafés espresso. Tese de Doutorado. Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 186, 2005.

MILÁN-CARRILLO, J., REYES-MORENO, C., ARMIENTA-RODELO, E., CARABÉZ-TREJO, A., MORA-ESCOBEDO, R. Physicochemical and nutritional characteristics of extruded flours from fresh and hardened chickpeas (*Cicer arietinum* L). *Lebensmitte-Wissenschaft und- Technologie*, London, v.33, p.177-123, 2000.

MOON, J.K.; SHIBAMOTO, T. Antioxidant Assays for Plant and Food Components. *J Agric Food Chem*, v. 57, n. 5, p.1655-1666, 2009.

MORAES NETO, João Miguel de et al. Componentes químicos da farinha de banana (*Musa sp.*) obtida por meio de secagem natural. *Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental*, v. 2, n. 3, p. 316-318, Campina Grande, PB, DEAg/UFPB, 1998.

MOSIER, A.; WASSMANN, R.; VERCHOT, L.; KING, J.; PALM, C. Methane and nitrogen oxide fluxes in tropical agricultural soils: sources, sinks and mechanisms. *Environment, Development and Sustainability*, v.6, p.11–49, 2004.

MOSIER, N., WYMAN, C., DALE, B., ELANDER, R., LEE, Y. Y., HOLTZAPPLE, M., LADISCH, M. Features of promising technologies for pretreatment of lignocellulosic biomass. *Bioresource Technology*, n.96, p.673-686, 2005.

MURTHY, P.S., NAIDU, M. M., 2010. Recovery of phenolic antioxidants and functional compounds from coffee industry by-products. *Food Bioprocess Technol.* doi:10.1007/s11947-010-0363-z

MUSSATTO, S. I., BALLESTEROS, L. F., MARTINS, S., TEIXEIRA, J. A. Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds. *Separation and Purification Technology*, v. 83, p.173-179, 2011.

MUSSATTO, S. I., MACHADO, E., MARTINS, S., TEIXEIRA, J. Production, composition and application of coffee and its industrial residues. *Food Bioprocess Technology*. v. 4, p. 661–672, 2011.

NACIF, A. P. Consórcio brasileiro de pesquisa e desenvolvimento do café: relatório de gestão 1998/2003. Viçosa, MG: UFV p.148, 2003.

NAWIRSKA, A., KWAŚNIEWSKA, M. Dietary fibre fractions from fruit and vegetable processing waste. *Food Chemistry*, v. 91, p. 221-225, 2005.

NING, L., VILLOTA, R., ARTZ, W.E. Modification of Corn Fiber Through Chemical Treatments in Combination with Twin-screw Extrusion. *Cereal Chemistry*, v.68, n.6, p.632-636, 1991.

OLIVEIRA, L.S., FRANCA, A. S., MENDONÇA, J.C.F., BARROS-JÚNIOR, M.C. Proximate composition and fatty acids profile of green and roasted defective coffee beans, *LWT - Food Science and Technology*, v.39, p.235-239, 2006.

PAN, G. X., BOLTON, J. L., LEARY, G. J. Determination of ferulic and p-coumaric acids in wheat straw and the amounts released by mild acid and alkaline peroxide treatment. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, v. 46, p.5283-5288, 1998.

PANUSA, A., ZUORRO, A., LAVECCHIA, R., MARROSU, G., PETRUCCI, R. Recovery of Natural Antioxidants from Spent Coffee Grounds. *Journal of agricultural and Food Chemistry*. [dx.doi.org/10.1021/jf4005719](https://doi.org/10.1021/jf4005719), 2013.

PAPATHANASOPOULOS, A., CAMILERRI, M. Dietary fiber supplements: effects in obesity and metabolic syndrome and relationship to gastrointestinal functions. *Gastroenterology*, v. 138, p. 65-72, 2010.

PATEL, M. M., BHATT, R. M. Optimization of the alkaline peroxide pretreatment for the delignification of rice straw and its applications. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, v.53(3), p.253-263, 1991.

PAVLOVIC, M.D., Buntic, A.V ., Šiler-Marinkovic, S.S., Dimitrijević-Brankovic, I.S. Ethanol influenced fast microwave-assisted extraction for natural antioxidants obtaining from spent filter coffee. *Separation and purification Technology*. v.118 p. 503-510, 2013.

PENNA, A. M. M. Avaliação do potencial de grãos defeituosos de café como substrato na produção de fibras com potencial antioxidante. 2015 f. Dissertação (Mestrado em Ciências de Alimentos). Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais, 2015.

PEREIRA, A. C. S. Qualidade, compostos bioativos e atividade antioxidante total de frutas tropicais e cítricas produzidas no Ceará. Fortaleza: Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, 2009. 120p. (Dissertação: Mestrado em Tecnologia de Alimentos).

PÉREZ-JIMÉNEZ, J. Metodología para la evaluación de ingredientes funcionales antioxidantes: efectos de fibra antioxidante de uva en status antioxidante y parámetros de riesgo cardiovascular en humanos. 2007. 244 f. Tesis (Doctoral)-Universidad Autónoma de Madrid, 2007.

PÉREZ- JIMÉNEZ, J.; ARRANZ, S.; SAURA-CALIXTO, F. Proanthocyanidin content in foods is largely underestimated in the literature data: An approach to quantification of the missing proanthocyanidins. *Food Research International*, 42, p. 1381–1388, 2009.

PFLUGER, R. A. Soluble coffee processing. In: MANTELL, C.L. (Ed). *Solid waster: origin, collection, processing and disposal*. Toronto: Wiley, p. 365-376, 1975.

PIZZI, A. Advanced Wood Adhesives Technology. New York: Marcel Dekker, p.156-166, 2004.

QIAN, J.Y.; DING, X.L. Effect of twin-screw extrusion on the functional properties of soya fiber. Journal Science Food Agric. v.71, n.1, p.64-68, 1996

QIN G D, LIU R H, SUN C. Effects of different concentrations of NaOH pretreatment on anaerobic digestion of rice straw for biogas production. Transactions of the CSAE, v. 27, p.59-63, 2011.

RAO, Y.; XIANG, B. Determination of total ash and acid-insoluble ash of Chinese herbal medicine *Prunellae Spicaby* infrared spectroscopy. Yakugaku Zasshi, v. 129, n. 7, p. 881-886, 2009.

RAGHAVENDRA, S. N., RASTOGI, N. K., RAGHAVARAO, K. S. M. S., e THARANATHAN, R. N. Dietary fiber from coconut residue: Effects of different treatments and particle size on the hydration properties. European Food Research and Technology, v.218, p.563-567, 2004.

RAMALAKSHMI, K., RAO, L.J.M., TAKANO-ISHIKAWA, Y., GOTO, M. P. Bioactive of low-grade green and spent coffee ground in different *in vitro* model systems. Food Chemistry, Barking, v. 115, n.1, p.79–85, 2009.

RAMASWAMY, S.R. Dietary fiber and method of making. European Patent Application 028 589 A1, sep 1988.

RAVINDRANATH, R.; YOUSUF ALI KHAN, R.; OBY REDDY, T. THIRUMALA RAO, S.D. REDDY, B.R. Composition and Characteristics of Indian Coffee Bean, Spent Ground and Oil. Journal Science Agriculture, v. 23, p. 307-310, 1972.

RAWEL, H.M., KULLING, S.E. Nutritional contribution of coffee, cacao and tea M phenolics to human health. J. Verbr. Lebensm. v.2, p.399-406, 2007.

RECHNER, A.R., KUHNEL, G., BREMNER, P., HUBBARD, G.P., MOORE, K.P., RICE-EVANS, C.A. The metabolic fate of dietary polyphenols in humans. *Free Radic. Biol.Med.* v.33, p.220-235, 2002.

REDONDO-CUENCA, A., VILLANUEVA-SUÁREZ, M. J., MATEOS APARICIO, I. Soybean seeds and its by-product okara as sources of dietary fibre. Measurement by AOAC and Englyst methods. *Food Chemistry*, v.108, p.1099-1105, 2008.

REICHERT, J.S., PETE, R.H. Peroxide Bleaching of Groundwood. *TAPPI J* v.32(3) p.97,1949.

REYES-CAUDILLO, E.; TECANTE, A.; VALDIVIA-LÓPEZ, M. A. Dietary fibre content and antioxidant activity of phenolic compounds present in Mexican chia (*Salvia hispanica* L.) seeds. *Food Chemistry.*, v. 107, p. 656- 663, 2008.

ROBERTSON, J. A., MONREDON, F.D., DYSSELER, P., GUILLON, F., AMADÒ, R., THIBAUT J.F. Hydratation properties of dietary fibre and resistant starch: a European collaborative study. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, v.33, p.72-79, 2000.

RUFINO, M.S.M, ALVES, R. E., BRITO E.S, MORAIS S.M, SAMPAIO C.G, JIMENEZ J.P, CALIXTO F.D.S. Determinação da atividade antioxidante total em frutas pela captura do radical livre DPPH. *Comunicado Técnico Embrapa*, n. 127, p.1-4, 2007.

SANGANRK, A.; NOOMHORM, A. Effect of particle size on functional properties of dietary fiber prepared from sugarcane bagasse. *Food Chemistry*, v.80, p.221-229, 2003.

SANTOS, A.P. et al. Farinha de Feijão (*Phaseolus vulgaris*): Caracterização Química e Aplicação em Torta de Legumes. *Revista Ciências Exatas e Naturais*, v.11 n.2, 2009.

SANTOS, A. A. O., SANTOS, A. J. A. O., SILVA, I. C. V., LEITE, M. L.C., SOARES, S. M., MARCELLINI, P. S. Desenvolvimento de biscoitos de chocolate a partir da incorporação de fécula de mandioca e albedo de laranja. *Alim. Nutr.*, Araraquara, v. 21, n. 3, p. 469-480, 2010.

SAURA-CALIXTO, F. Dietary Fiber as a Carrier of Dietary Antioxidants: An Essential Physiological Function. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. v. 59, p. 43–49, 2011.

SCHERER, R.; GODOY, H. T. Antioxidant activity index (AAI) by the 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl method., *Food Chemistry* v. 112, n. 3, p. 654-658, 2009

SEIBEL, Neuza Fátima. Caracterização, fracionamento e hidrólise enzimática dos componentes do resíduo do processamento da soja [(*Glycine max* (L.) Merrill)], fibras dos cotilédones. 2006. 111 p. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) Departamento de Tecnologia de Alimentos e Medicamentos, Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2006.

SEIBEL, N. F., BELÉIA, A. D. P. Características químicas e funcionalidade tecnológica de ingredientes de soja [*Glycine Max* (L.) Merrill]: carboidratos e proteínas. *Brazilian Journal of Food Technology*, Campinas, v.12, n. 2, p.113-122, 2009.

SILVA, J.H.V, ALBINO, L.F.T, GODÓI, M.J.S. Efeito do extrato de urucum na pigmentação da gema dos ovos. *Revista Brasileira de Zootecnia*, v.29, p.1435-1439, 2000

SILVA, M. A. Estudo da secagem em ciclone. 1991. 146f. Tese Doutorado em engenharia mecânica- Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1991.

SILVA, M. A., NEBRA, S. A., MACHADO SILVA, M. J., SANCHEZ, C. G. The use of biomass residues in the Brazilian soluble coffee industry. *Biomass and Bioenergy*, v.14, p.457-467, 1998.

SINGLETON V. L, ROSSI, J. A. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic phosphotungstic acid reagent. *Am J Enol Vitic*, v.16(3):p.144-58, 1965.

SOARES, M.; WELTER, L.; KUSKOSKI, E. M.; GONZAGA, L.; FETT, R. Compostos fenólicos e atividade antioxidante da casca de uvas niágara e isabel. *Rev. Bras. Frutic.*, Jaboticabal - SP, v. 30, n.1, p.059-064, 2008.

SOUZA, M. W. S., FERREIRA, T. B. O., VIEIRA, I. F. R. Composição centesimal e propriedades funcionais tecnológicas da farinha de casca do maracujá. *Alim. Nutr.*, v.19, p. 33-36, 2008.

SOUSA, P. B. et. al. Fenólicos totais, carotenóides e capacidade antioxidante de raspas de buriti (*Mauritia flexuosa* L.) *In natura* comercializadas em teresina-piauí. V Congresso Norte e Nordeste de Pesquisa e Inovação Tecnológica – V CONNEPI. Maceió–AL, 2010.

STALIKAS, C.D. Extraction, separation, and detection methods for phenolic acids and flavonoids. *J. Sep. Sci.* v. 30, p. 3268 – 3295, 2007.

STALMACH, A., STEILLING, H., WILLIAMSON, G., CROZIER, A. Bioavailability of chlorogenic acids following acute ingestion of coffee by humans with an ileostomy. *Arch. Biochem. Biophys.* v. 501, p.98-105, 2010.

SUBAGIO, A.; MORITA, N.; SAWADA, S. Carotenoids and their fatty-acid esters in banana peel. *Journal of Nutritional Science and Vitaminology*, v. 42, p. 553-66, 1996.

SUL, D.G., KIM, H.S., LEE, D.H., JOO, S.S., HWANG, K.W., PARK, S.Y. Protective effect of caffeic acid against beta-amyloid-induced neurotoxicity by the inhibition of calcium influx and tau phosphorylation. *Life Sci.* n.84, p.257-262, 2009.

SUN, J. X., SUN, X. F., SUN, R. C., SU, Y. Q. Fractional extraction and structural characterization of sugarcane bagasse hemicelluloses. *Carbohydrate Polymers*, v. 56, p.195–204, 2004.

SUN, R. C., TOMKINSON, J., MA, P. L., LIANG, S. F. Comparative study of hemicelluloses from rice straw by alkali and hydrogen peroxide treatments. *Carbohydrate Polymers*, v.42 p.111-122, 2000.

TAHERZADEH, M. J., KARIMI, K. Pretreatment of lignocellulosic wastes to improve ethanol and biogás production: a review. *Int.J. Mol. Sci.* n.9, p.1621-1651, 2008.

THEBAUDIN, J.Y., LEFEBVRE, A.C., HARRINGTON, M., BOURGEOIS, C.M. Dietary fibres: Nutritional and technological interest. *Trends in Food Science Technology*. v.8, p.41-48, 1997.

TOKIMOTO, T., KAWASAKI, N., NAKAMURA, T., AKUTAGAWA, J., TANADA, S. Removal of lead ions in drinking water by coffee grounds as vegetable biomass. *J. Colloid Interface Sci.* v.281, p.56-6, 2005.

VASCO, C., RUALES, J., & KAMAL-ELDIN, A. Total phenolic compounds and antioxidant capacities of major fruits from Ecuador. *Food Chemistry*, v.111, p.816–823, 2008.

VASCONCELOS, A. L. S., FRANCA, A. S., GLÓRIA, M. B. A., MENDONÇA., J. C. F. A comparative study of chemical attributes and levels of amines in defective green and roasted coffee beans. *Food Chemistry*, v.101, p.26-32, 2007.

VEGRO, C. L. R. O prazer e a excelência de uma xícara café expresso: um estudo de mercado. São Paulo: Ceres, 2002.

VIEIRA, LUANNE MORAIS. Fenólicos totais e capacidade antioxidante *in vitro* de polpas de frutos tropicais. Monografia (obtenção do título de Tecnólogo em Alimentos) Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Piauí – IFPI. Curso de graduação em Tecnologia de alimentos. Teresina, PI, 2009.

VILCHE, C.; GELY, M.; SANTALLA, E. Physical properties of quinoa seeds. *Biosystems Engineering*, London, v. 86, n.1, p. 59-65, 2003.

VIUDA-MARTOS, M.; RUIZ-NAVAJAS, Y.; MARTIN-SÁNCHEZ, A.; SÁNCHEZ-ZAPATA, E.; FERNÁNDEZ-LÓPEZ, J.; SENDRA, E.; SAYAS-BARBERÁ, E.; NAVARRO, C.; PÉREZ-ÁLVAREZ, J. A. Chemical, physico-chemical and functional properties of pomegranate (*Punica granatum L.*) bagasses powder co-product. *Journal of Food Engineering*, v. 110, p. 220-224, 2012.

WANG, W.; BOSTIC, T. R.; GU, L. Antioxidant capacities, procyanidins and pigments in avocados of different strains and cultivars. *Food Chemistry*, v. 122, p. 1193-1198, 2010.

WIJNGAARD, H.H., ROBLE, C., BRUTON, N. A survey of Irish fruit and vegetable waste and by-products as a source of polyphenolic antioxidants. *Food Chem.* v.116, p.202-207, 2009.

WINTGENS, J.N. *Coffee: Growing, Processing, Sustainable Production*, second ed. Wiley-VCH, Weinheim, 2009.

XIAO, B., SUN, X.F., SUN, R. Chemical, structural, and thermal characterizations of alkali-soluble lignins and hemicelluloses, and cellulose from maize stems, rye straw, and Rice straw. *Polymer Degradation and Stability*, n.74, p.307-319, 2001.

YEN, W., WANG, B., CHANG, L., DUH, P. Antioxidant properties of roasted coffee residues. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, n.53, v.7, p.2658-2663, 2005.

YU, J.; AHMEDNA, M.; GOKTEPE, I. Effects of processing methods and extraction solvents on concentration and antioxidant activity of peanut skin phenolics. *Food chemistry*, v. 90, p. 199–206, 2005.

ZAMBRANO, M., MELÉNDEZ, R., e GALLARDO, Y. Propiedades funcionales y metodología para su evaluación en fibra dietética. In F. Lajolo, F. Saura-Calixto, E. Witting, e E. Wenzel de Menezes (Eds.), *Fibra dietética en Iberoamérica: Tecnología y Salud* (p. 195- 209). Brasil: Livrería LTDA. 2001.

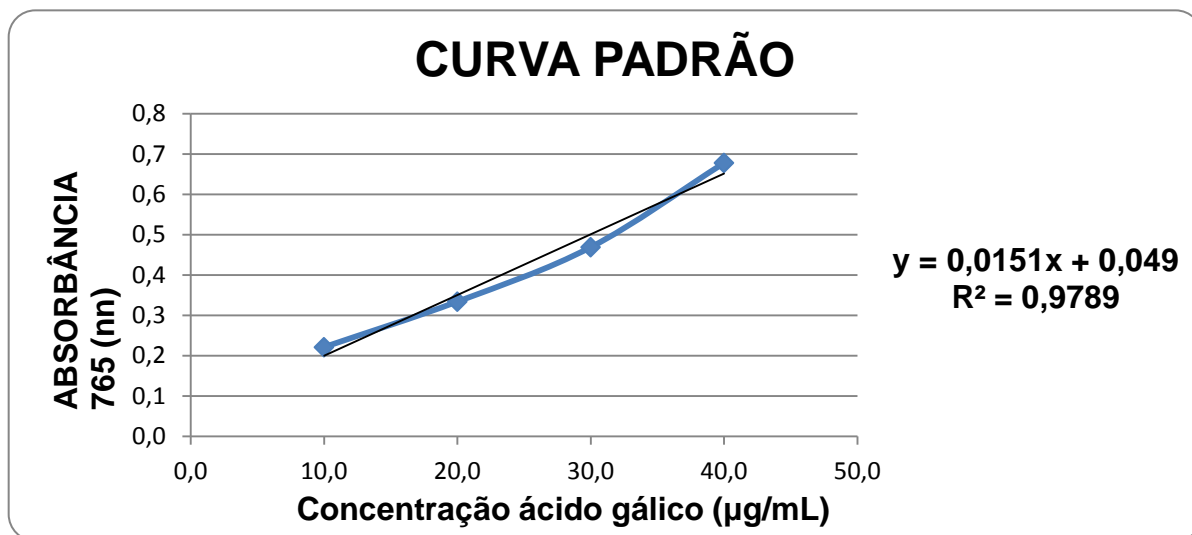
ZARAGOZA, M. L. Z.; PÉREZ, R. M.; NAVARRO, Y. T. G. Propiedades funcionales y metodología para su evaluación en fibra dietética. In: LAJOLO, F.M. et al. *Fibra dietética en Iberoamérica: tecnología y salud*. São Paulo: Varela. p.195-209, 2001.

ZUORRO, A; LAVECCHIA, R. Spent coffee grounds as a valuable source of phenolic compounds and bioenergy. *Journal of Cleaner Production*. Amsterdam, v.34, p.49-56, 2012.

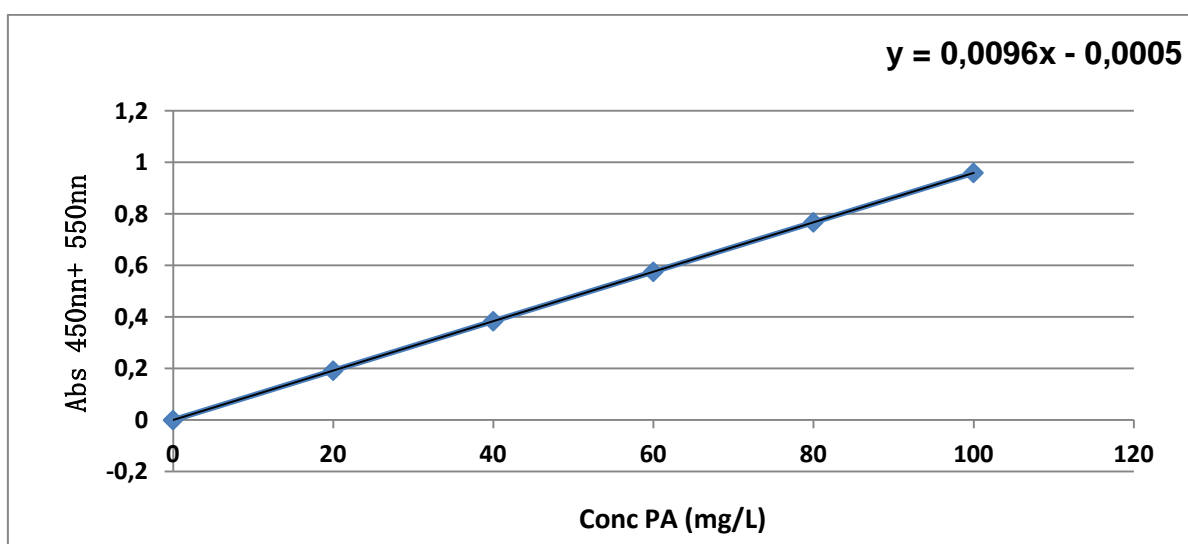
ZURITA, J., DÍAZ-RUBIO, M. E., SAURA-CALIXTO, F. Improved procedure to determine non-extractable polymeric proanthocyanidins in plant foods. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, v.63, n.2, p. 936-939, 2012.

8 ANEXOS

ANEXO A – Curva de calibração de ácido gálico para determinação de fenólicos totais em extratos da borra de café.



ANEXO B - Curva padrão para NEPA de polímeros de PA obtidos de Taninos de Alfarroba.



ANEXO C – Curva de calibração para determinação de atividade antioxidante pelo método DPPH em extratos da borra de café.

