UFRJ

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
INSTITUTO DE NUTRIÇÃO JOSUÉ DE CASTRO
PROGRAMA DE PÓS - GRADUAÇÃO EM NUTRIÇÃO

INJC

USO DE FARINHAS DE CASCAS DE FRUTAS CÍTRICAS PARA SABORIZAÇÃO DE CAFÉS EM DIFERENTES GRAUS DE TORREFAÇÃO

ÂNGELA GALVAN DE LIMA

RIO DE JANEIRO
2021

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
INSTITUTO DE NUTRIÇÃO JOSUÉ DE CASTRO
PROGRAMA DE PÓS - GRADUAÇÃO EM NUTRIÇÃO

USO DE FARINHAS DE CASCAS DE FRUTAS CÍTRICAS PARA SABORIZAÇÃO DE CAFÉS EM DIFERENTES GRAUS DE TORREFAÇÃO

Ângela Galvan de Lima

Tese apresentada à banca examinadora ao Programa de Pós-Graduação em Nutrição, do Instituto de Nutrição Josué de Castro da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Doutor em Ciências Nutricionais.

Orientadora: Prof. Drª Adriana Farah de Miranda Pereira
Coorientador: Dr. Antônio Gomes Soares

Rio de Janeiro
Novembro, 2021

CIP - Catalogação na Publicação

GL732u

Galvan de Lima, Ângela
Uso de farinhas de cascas de frutas cítricas para saborização de cafés em diferentes graus de torrefação / Ângela Galvan de Lima. -- Rio de Janeiro, 2021.
231 f.

Orientadora: Adriana Farah de Miranda Pereira.
Coorientador: Antonio Gomes Soares.
Tese (doutorado) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto de Nutrição Josué de Castro, Programa de Pós-Graduação em Nutrição, 2021.

1. Café especial. 2. Qualidade. 3. Cítricos. 4. Composição química. 5. Análise sensorial. I. Farah de Miranda Pereira, Adriana, orient. II. Gomes Soares, Antonio, coorient. III. Título.

Elaborado pelo Sistema de Geração Automática da UFRJ com os dados fornecidos pelo(a) autor(a), sob a responsabilidade de Miguel Romeu Amorim Neto - CRB-7/6283.

USO DE FARINHAS DE CASCAS DE FRUTAS CÍTRICAS PARA SABORIZAÇÃO DE CAFÉS EM DIFERENTES GRAUS DE TORREFAÇÃO

Ângela Galvan de Lima

TESE DE DOUTORADO APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM NUTRIÇÃO DO INSTITUTO DE NUTRIÇÃO JOSUÉ DE CASTRO DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO, COMO REQUISITO PARA À OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTORA EM CIÊNCIAS NUTRICIONAIS.

Examinada por:

Profª. Dr.ª Sílvia Regina Magalhães Couto Garcia
Instituto de Nutrição Josué de Castro/Universidade Federal do Rio de Janeiro
Examinador Externo/ Revisor

Profª. Dr.ª Anna Paola Trindade Rocha Pierucci
Instituto de Nutrição Josué de Castro/Universidade Federal do Rio de Janeiro
Examinador Interno

Profª. Dr.ª Eliane Lopes Rosado
Instituto de Nutrição Josué de Castro/Universidade Federal do Rio de Janeiro
Examinador Interno

Profª. Dr.ª Maria Teresa Salles Trevisan
Departamento de Química Orgânica e Inorgânica/Universidade Federal do Ceará
Examinador Externo

Profª. Dr.ª Márcia Arocha Gularte
Centro de Ciências Químicas, Farmacêuticas e de Alimentos/Universidade Federal de Pelotas
Examinador Externo

Agradecimentos

O fato de termos vivido tantos desafios nos últimos meses devido à grave situação mundial de saúde me fez refletir sobre o quanto sou uma pessoa afortunada por ter conseguido estudar, trabalhar e desenvolver minha pesquisa de tese durante esse tempo, ainda que não tenha sido com todas as condições desejáveis.

Primeiramente gostaria de agradecer a **Deus**, por abrir os caminhos para que eu pudesse trilhar a minha jornada com saúde, força e coragem para concluir mais essa grande etapa na minha vida. Foi um grande desafio, mas tenho certeza de que hoje estou muito mais forte do que quando comecei.

Agradeço aos meus Pais, **Salete e Adão**, por sempre me incentivarem a continuar estudando e buscando novas experiências de vida, independente da cidade onde seria, pois ao sair de casa com 17 anos, eles sabiam que eu teria muitas conquistas pela frente e iria realizar todos meus sonhos. Além disso, eles me deram uma família incrível, **Daniel, Christiane, Betila e Elias**, vocês me inspiram a cada dia e somos muito mais do que irmãos, vocês se tornaram meus grandes amigos. Obrigada pelos conselhos, desabafos, conversas e risadas, vocês foram essenciais. Aos meus avós, **Albino e Esperança** (*in memoriam*), que não estão mais presentes aqui comigo, mas sempre me mostraram que o estudo poderia me levar muito longe. Sei que vocês acompanharam minha jornada e me deram forças para não desistir.

Preciso agradecer, de forma muito especial, ao meu grande parceiro **Bruno**, que me acompanhou desde o início e sempre me incentivou. Aceitou encarar esse desafio de mudar de cidade, recomeçar a vida e crescer junto comigo. Obrigada por estar sempre ao meu lado. Agradeço também aos meus sogros **Marilda e Edimar** que nos deram força e apoio.

Aos amigos de longa data e aos amigos que fiz no Rio de Janeiro, agradeço de coração, em especial a **Karlinha, Daiane, Renato, Diana, Deise e Rick** que sempre me apoiaram nessa jornada e entenderam quando eu não podia estar presente nos encontros e confraternizações.

Agradeço à minha orientadora, **Adriana Farah**, que mesmo sem me conhecer, sem contato prévio, me aceitou de coração! Muito aprendi com ela nesses anos de trabalho, não apenas sobre café, mas sobre ciência e sobre a vida. Sei que construímos um grande trabalho, que renderá muitos frutos para novas pesquisas. Foi através da Adriana que me inseri no **Laboratório de Química e Bioatividade de Alimentos e Núcleo de Pesquisa em Café Professora Luiz Carlos Trugo** (NUPECAFE), do Instituto de Nutrição Josué de Castro (INJC), da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ). Neste grupo, fui recebida com muito carinho pelos colegas que também se tornaram meus amigos. Obrigada a todos, em especial, aos que ajudaram nas análises químicas e sensoriais. Sem vocês eu não teria conseguido tantos avaliadores para minha pesquisa!

Ao **Programa de Pós-Graduação em Nutrição** (PPGN) do Instituto de Nutrição Josué de Castro (INJC), da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), pela oportunidade de realizar minha pesquisa, por todo apoio de laboratórios, professores e envolvidos que fazem desse programa referência no País.

À **Universidade Federal de Pelotas** (UFPEL) e aos colegas pela liberação das minhas atividades como professora, para que eu pudesse me aperfeiçoar e retornar com toda bagagem adquirida.

À **Cooperativa dos Cafeicultores do Cerrado** (EXPOCACCER), em especial ao querido Tio **Carlos Behrend, Sandra Moraes, Petrônio, Wellis, Júnior e Leandro** que nos ajudaram na escolha do café e formulação das amostras. Aos Q-Graders, Provadores profissionais: **Elaine, Akio, Dayane, Larissa e Marcelesia**.

Aos laboratórios parceiros onde realizei as análises, em especial ao **Laboratório de Bromatologia e Hidrologia** (LAQV/REQUIMTE), da Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto em Portugal, onde tive a oportunidade de vivenciar um período de muito crescimento pessoal e profissional em outro País. Obrigada **Isabel, Sara e Zita** pela recepção, paciência e ensinamentos.

À **EMBRAPA** Agroindústria de Alimentos, Rio de Janeiro, em especial ao meu coorientador Antônio Gomes, Henriqueta e funcionários.

Ao **Laboratório de Bromatologia da Universidade Federal de Pelotas** (UFPEL).

Agradeço também à **Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior** (CAPES), do **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico** (CNPq) e à **Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro** (FAPERJ) pelo apoio no projeto.

Agradeço, em especial, às professoras **Sílvia Garcia, Anna Paola Pierucci, Eliane Rosado, Maria Teresa Trevisan e Márcia Gularte**, por aceitarem compor minha banca de tese.

RESUMO

LIMA, Ângela Galvan de. Uso de farinhas de cascas de frutas cítricas para saborização de cafés em diferentes graus de torrefação. Tese (Doutorado em Ciências da Nutrição) - Instituto de Nutrição Josué de Castro, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2021.

O hábito de apreciar cafés de qualidade com aromas diferenciados vem crescendo em todo mundo. Além de ser o maior produtor de café, o Brasil também se destaca na produção de diversas frutas cítricas, que possuem diversos compostos benéficos à saúde com potencial de aproveitamento mais eficiente. Estudos que estimulem a utilização desses subprodutos para formulação de novos produtos são potencialmente importantes para a economia e para a saúde e satisfação do consumidor. Esta tese teve como objetivo produzir e avaliar química e sensorialmente *blends* de café em diferentes graus de torrefação saborizados com farinhas de cascas de cítricos produzidos no Brasil. Os teores de umidade variaram de 7,2% a 13,3% estando dentro dos padrões estabelecidos pela ANVISA. Os teores de lipídeos variaram de 1,2% a 3,4%, proteína de 4,1% a 6,6%, cinzas de 2,6% a 4,6% e fibra bruta de 5,3% a 13,6%. Os valores de pH variaram de 3,6 a 5,4 e de acidez total de 1,1 a 2,5 g/100 g. A laranja kinkan doce apresentou a maior concentração de açúcares redutores 34,6 g/100 g e a lima ácida Tahiti a menor 11,8 g/100g. As concentrações de compostos fenólicos (antioxidantes) totais variaram de 596,8 a 1117,1 mg EAG/100 g, sendo o maior teor encontrado na kinkan-limão. Quanto ao perfil volatilômico das farinhas, foram identificados 69 compostos nas diferentes amostras, das classes de monoterpenos (48-97% da área total do cromatograma), aldeídos (0,2-16,1%), monoterpenos álcoois (0,4-11,8%) e ésteres (0,0-7,7%). Embora alguns compostos como limoneno, β-myrceno, linalool e α-pineno tenham sido detectados em todos os cítricos, os perfis voláteis apresentaram padrões específicos, sendo possível caracterizar e distinguir cada cítrico a partir desses perfis. Além disso, foram caracterizados os perfis volátil e não volátil de uma amostra de café arábica especial em diferentes intensidades de torrefação e suas respectivas bebidas. O teor de umidade variou de 2,1 a 2,6 no pó, e, o teor de cafeína se manteve constante com o grau de torra, nos cafés em pó, 1,2 a 1,3 g/100 g e aumentou de 54 a 87 g/100 mL nas bebidas, demonstrando maior extração na torra escura. O teor de trigonelina reduziu com a torrefação, variando de 0,8 a 1 g/100g nos pós, e de 52 a 63 g/100 mL nas bebidas. O teor de ácidos clorogênicos também foi reduzido, de 1,6 a 2,5 g/100g nos cafés em pó e de 121 a 146 mg/100 mL nas bebidas. Foram identificados 70 compostos voláteis, destes os furanos, pirazinas e aldeídos representaram 64,1% da área relativa total nos cafés em pó, enquanto nas bebidas representaram 84,7%. Os compostos o furano-2-carbaldeído e o acetato 2-furanometanol considerados de impacto no aroma, o ácido acético e o 1-hidroxipropan-2-ona foram os mais discriminantes nas amostras de café em pó. Na bebida foram o acetato 2-furanometanol, furano 2-carbaldeído e o limoneno, todos considerados de impacto para o aroma. *Blends* de café saborizados foram caracterizados sensorialmente por um painel de avaliadores profissionais segundo a análise de *Cupping* da SCA. A adição das farinhas de casca de alguns cítricos melhorou significativamente a pontuação final das bebidas ao comparar com o café controle nos diferentes perfis de torra. Porém, diferentes torras harmonizaram melhor com diferentes tipos de cítricos. As pontuações para as amostras controle não saborizadas variaram de 80,7 a 82,3. Nas amostras saborizadas, na torra moderadamente clara, a maior pontuação foi para a lima ácida Tahiti (83,9) e kinkan doce (83,3). Na torra média, a laranja Bahia (83,0) se destacou e na torra moderadamente escura, a lima ácida Tahiti (81,9). A adição das farinhas cítricas ao café contribuiu para melhorar a avaliação final. As mesmas amostras foram avaliadas por consumidores. Considerando as notas médias, as farinhas cítricas, de maneira geral aumentaram a aceitação dos cafés saborizados em relação às amostras controle, especialmente na torra escura. A lima ácida Tahiti e as laranjas kinkan doce e Bahia

apresentaram as melhores notas. Consumidores do sexo feminino, com elevada renda familiar e nível educacional, e que não adoçam o café, apresentaram-se como um nicho de mercado com maior potencial de consumo, em concordância com os avaliadores profissionais. Estudos avaliando a estabilidade química destes produtos precisam ser analisados, bem como o efeito de seu consumo para a saúde.

Palavras-chave: café especial; qualidade; cítricos; composição química; análise sensorial.

ABSTRACT

LIMA, Ângela Galvan de. Use of citrus fruit by-products for flavoring coffees at different degrees of roasting. Thesis (PhD in Nutritional Sciences) - Josué de Castro Nutrition Institute, Federal University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2021.

The habit of enjoying quality coffees with different aromas has been growing all over the world. In addition to being the largest coffee producer, Brazil also stands out in the production of various citrus fruits, which have several bioactive and their by-products can be more explored to formulate new products potentially important for the country's economy and for consumers health and satisfaction. This thesis aimed to produce and to evaluate chemically and sensorially coffee blends at different roasting degrees flavored with citrus peel flours. Moisture contents ranged from 7.2% to 13.3%, within the standards established by ANVISA. The lipid contents ranged from 1.2% to 3.4%, protein from 4.1% to 6.6%, ash from 2.6% to 4.6% and crude fiber from 5.3% to 13.6%. The pH values ranged from 3.6 to 5.4 and total acidity from 1.1 to 2.5 g/100 g. The rounds kinkan orange had the highest concentration of reducing sugars (34.6 g/100 g), and the Tahiti acid lime, the lowest (11.8 g/100 g). The concentrations of total phenolic antioxidants compounds ranged from 596.8 to 1117.1 mg EAG/100 g, the highest content being found in oval kinkan. As for the volatilomic profile of the flours, 69 compounds were identified in the different samples, from the classes of monoterpenes (48-97% of the total area of the chromatogram), aldehydes (0.2-16.1%), monoterpenes alcohols (0.4-11.8%) and esters (0.0-7.7%). Although some compounds such as limonene, β-myrcene, linalool and α-pinene were detected in all citrus, the volatile profiles showed specific patterns, making it possible to characterize and distinguish each citrus from these profiles. In addition, the volatile and non-volatile profiles of a sample of specialty arabica coffee at different roasting intensities and their respective beverages were characterized. Moisture content varied from 2.1 to 2.6 in the powder, and caffeine content remained constant with roasting degree, in the powder, 1.2 to 1.3 g/100 g and increased from 54 to 87 g/100 mL in the beverages, demonstrating greater extraction in dark roasting. Trigonelline content decreased with roasting, ranging from 0.8 to 1 g/100g in powders, and from 52 to 63 g/100 mL in the beverages. Total chlorogenic acids content was also reduced with roasting, from 2.5 to 1.6 g/100g in powdered coffees and from 146 to 121 mg/100 mL in beverages. Seventy volatile compounds were identified, of which furans, pyrazines and aldehydes represented 64.1% of the total relative area of the powdered coffee chromatograms, while in beverages they represented 84.7%. Furan-2-carbaldehyde and 2-furanmethanol acetate considered to have an impact on aroma, acetic acid and 1-hydroxypropan-2-one were the most discriminating compounds regarding roast degree in the powdered coffee samples. In the beverage, 2-furanmethanol acetate, 2-carbaldehyde furan and limonene, all considered to have an impact on the aroma, were the most discriminating. Flavored coffee blends were sensorially characterized by a panel of professional evaluators, according to SCA's Cupping analysis. The addition of some citrus peel flours improved significantly the final score of the beverages at both roasts when compared to the control coffee. However, different roasts harmonized better with different types of citrus. Scores for the unflavored control samples ranged from 80.7 to 82.3. In the flavored samples, on the moderately light roast, the highest score was for Tahiti acid lime (83.9) and sweet kinkan (83.3). On medium roast, Bahia orange (83.0) stood out and in the moderately dark roast, Tahiti acid lime (81.9). The addition of citrus flour to a basic specialty coffee contributed to improve the final evaluation. The same samples were evaluated by consumers. Considering the average scores, citrus flours, in general, increased the acceptance of flavored coffees in relation to the control

samples, especially in the dark roast. Tahiti acid lime and round kinkan and Bahia oranges received the best scores. In Brazil, female consumers, with high family income and high educational level, and who do not sweeten coffee are a market niche with greater consumption potential and their scores agreed with those of the professional evaluators. A study evaluating the chemical stability of these products need to be performed, as well as the effect of their consumption on health.

Keywords: Specialty coffee; quality; citrus; chemical composition; sensory analysis.

LISTA DE FIGURAS

Referencial teórico

Figura 1 Consumo de café no Brasil por categoria de qualidade..... **29**

Figura 2 Importância das categorias de café no mercado brasileiro..... **30**

Figura 3 Ácidos clorogênicos e compostos relacionados..... **33**

Figura 4 Representação esquemática da relação entre compostos precursores e voláteis..... **35**

Figura 5 Frutos de café maduro..... **37**

Figura 6 Classificação dos graus de torrefação segundo o sistema Agtron..... **38**

Figura 7 Métodos de preparo de café..... **40**

Figura 8 Morfologia das frutas cítricas..... **41**

Figura 9 Distribuição geográfica dos maiores produtores mundiais de cítricos durante os anos de 2007-2016..... **48**

Figura 10 Cadeia produtiva de cítricos e valorização de resíduos..... **49**

Figura 11 Formulário de avaliação sensorial de cafés..... **51**

Figura 12 Possíveis defeitos encontrados em cafés..... **52**

Figura 13 Fluxograma..... **59**

Capítulo I

Figura I.1 Frutas cítricas produzidas no Brasil e utilizadas para a produção das farinhas..... **63**

Figura I.2 Determinação de Compostos Fenólicos totais em farinhas da casca de frutas cítricas produzidas em diferentes anos..... **71**

Capítulo II

As figuras estão localizadas no Manuscrito 1..... **208**

Capítulo III

Figura III.1 Mapa de Calor gerado a partir da análise de agrupamento hierárquico (*Heatmap-AAH*), com base nos padrões de intensidade dos compostos voláteis detectados nos três perfis de torra de café arábica especial..... **92**

Figura III.2 Resultados da análise discriminante de mínimos quadrados parciais (PLS-DA) de perfis voláteis em amostra de café em pó em três graus de torrefação..... **93**

Figura III.3 Mapa de Calor gerado a partir da análise de agrupamento hierárquico (*Heatmap-AAH*) com base nos padrões de intensidade dos compostos voláteis detectados em bebidas de café filtrado em três graus de torrefação..... **95**

Figura III.4 Resultados da análise discriminante de mínimos quadrados parciais (PLS-DA) de perfis voláteis em amostra de bebida de café filtrado em três graus de torrefação..... **96**

Figura III.5 Análise de componentes principais gerada a partir da correlação dos compostos voláteis detectados na bebida filtrada de café arábica especial em três perfis de torra..... **98**

Capítulo IV

Figura IV.1 Desenho experimental do estudo..... **104**

Figura IV.2 Configuração e numeração da prova de xícara..... **106**

Figura IV.3 PLS-DA e pontuação VIP da análise derivada da determinação de atributos através da análise Cupping em café de diferentes torras..... **108**

Figura IV.4 Avaliação da análise de *Cupping* de bebidas de cafés de torra média clara (#65) saborizadas com farinhas de cítricos..... **112**

Figura IV.5 Avaliação da análise de *Cupping* de bebidas de cafés de torra média (#55) saborizadas com farinhas de cítricos..... **113**

Figura IV.6 Avaliação da análise de *Cupping* de bebidas de cafés de torra moderadamente escura (#45) saborizadas com farinhas de cítricos..... **115**

Capítulo V

Figura V.1 Desenho experimental do estudo..... **120**

Figura V.2 Bancada montada para a análise sensorial realizada por avaliadores não treiandos..... **122**

Figura V.3 **A:** Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 1 #65**..... **126**

Figura V.4 **A:** Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 2 #65**..... **130**

Figura V.5 **A:** Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 1 #55**..... **134**

Figura V.6 **A:** Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 2 #55**..... **137**

Figura V.7 **A:** Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 1 #45**..... **140**

Figura V.8 **A:** Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 2 #45**..... **144**

Figura V.9 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial Grupo 1 #65..... **150**

Figura V.10 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 1 #65** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100) **151**

Figura V.11 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial do Grupo 2 #65..... **153**

Figura V.12 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 2 #65** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100)..... **154**

Figura V.13 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial do Grupo 1 #55..... **156**

Figura V.14 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 1 #55** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100)..... **157**

Figura V.15 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial do Grupo 2 #55..... **159**

Figura V.16 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 2 #55** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100)..... **160**

Figura V.17 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial do Grupo 1 #45..... **162**

Figura V.18 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 2 #55** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100)..... **163**

Figura V.19 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial do Grupo 2 #45..... **165**

Figura V.20 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 2 #55** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100)..... **166**

Manuscrito 1

Figura 1 Citrus fruits used for flour preparation at commercial degree of ripeness according to the citrus fruit classification standards in Brazil..... **213**

Figura 2 Relative peak area (%) of volatile compounds in Brazilian citrus fruit peel flours, grouped into chemical classes..... **221**

Figura 3 Entanglement between the dendrograms resulting from the hierarchical clustering (AHC) based on the volatile compositions of peel flours from ten different citrus for S1 (left) and S2 (right), with lines connecting the same observations in the two dendrograms..... **223**

Figura 4 Cluster plots (A) grouping of ten citrus peel flours by volatile profile similarity..... **225**

Figura Suplementar Heat-map generated from hierarchical cluster analysis (HCA) based on intensity patterns of volatiles in the peels of 10 citrus analyzed..... **231**

LISTA DE TABELAS

Referencial teórico

Tabela 1 Composição química dos grãos verdes e torrados de *Coffea arábica* (g/100g b.s.)..... **31**

Tabela 2 Classificação de cafés a partir da pontuação final, referente à análise sensorial, segundo a Specialty Coffee Association (SCA)..... **51**

Capítulo I

Tabela I.1 Frutas cítricas utilizadas no preparo das farinhas..... **62**

Tabela I.2 Composição proximal de farinhas da casca de frutas cítricas..... **69**

Tabela I.3 Composição físico-química de farinhas da casca de frutas cítricas..... **73**

Capítulo II

As tabelas estão localizadas no Manuscrito 1..... **208**

Capítulo III

Tabela III.1 Teores de umidade, pH, acidez titulável, sólidos solúveis, açúcares redutores, cafeína e trigonelina em uma amostra de café em pó torrado em três intensidades e nas suas bebidas..... **84**

Tabela III.2 Teores de ácidos clorogênicos e lactonas em uma amostra de café em pó torrado em três intensidades e nas suas bebidas..... **86**

Tabela III.3 Valores da área relativa (%) de compostos voláteis identificados em uma amostra de café em pó torrado em três intensidades e nas suas bebidas..... **87**

Capítulo IV

Tabela IV.1 Escala de qualidade de cafés avaliados por provadores *Q-graders* (SCA)..... **109**

Tabela IV.2 Avaliação da análise *Cupping* (SCA) para as torras #65, #55 e #45..... **110**

Capítulo V

Tabela V.1 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 1 #65** – torra média clara..... **127**

Tabela V.2 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 1 #65** – torra média clara..... **129**

Tabela V.3 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não, referentes ao **Grupo 2 #65** – torra média clara..... **131**

Tabela V.4 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 2 #65** – torra média clara..... **132**

Tabela V.5 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 1 #55** – torra média..... **135**

Tabela V.6 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 1 #55** – torra média..... **136**

Tabela V.7 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 2 #55** – torra média..... **138**

Tabela V.8 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 2 #55** – torra média..... **139**

Tabela V.9 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 1 #45** – torra moderadamente escura..... **141**

Tabela V.10 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 1 #45** – Torra moderadamente escura..... **142**

Tabela V.11 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não, referentes ao **Grupo 2 #45** – torra moderadamente escura..... **144**

Tabela V.12 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 2 #45** – Torra moderadamente escura..... **146**

Tabela V.13 Resultado do teste Q de Cochran para o questionário CATA de acordo com a frequência de escolha de cada atributo para todas as amostras..... **148**

Tabela V.14 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas..... **149**

Tabela V.15 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas..... **152**

Tabela V.16 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas..... **155**

Tabela V.17 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas..... **158**

Tabela V.18 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas..... **161**

Tabela V.19 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas..... **164**

Manuscrito 1

Tabela 1 Water content in peel flours from citrus fruits grown in Brazil (g/100g DW) **217**

Tabela 2 Volatile compounds identified in peel flours from citrus fruits grown in Brazil and their classical odor description..... **218**

Tabela 3 Relative (percent) area of the main volatile compounds in peel flours from citrus fruits grown in Brazil..... **227**

LISTA DE APÊNDICES

Apêndice A Comentários feitos pelos consumidores durante a análise sensorial de cafés saborizados..... **197**

LISTA DE ANEXOS

Anexo A Parecer de aprovação do Conselho de Ética em Pesquisa..... **202**

Anexo B Termo de consentimento livre e esclarecido (TCLE)..... **203**

Anexo C Questionário sociodemográfico..... **205**

Anexo D Escala Hedônica..... **206**

Anexo E Lista de atributos para análise de CATA..... **207**

Anexo F Manuscrito 1 – Headspace volatolome of peel flours from citrus fruits grown in Brazil..... **208**

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

#65	grau de torrefação médio-claro
#55	grau de torrefação médio
#45	grau de torrefação moderadamente escuro
3-CQA	ácido 3-cafeoilquínico
4-CQA	ácido 4-cafeoilquínico
5-CQA	ácido 5-cafeoilquínico
3-CQL	ácido 3-cafeoilquínicolactona
4-CQL	ácido 4-cafeoilquínicolactona
FQA	ácidos feruloilquínicos
3-FQA	ácido 3-feruloilquínico
4-FQA	ácido 4-feruloilquínico
5-FQA	ácido 5-feruloilquínico
diCQA	ácidos dicafeoilquínicos
3,4-diCQA	ácido 3,4-dicafeoilquínico
3,5- diCQA	ácido 3,5-dicafeoilquínico
4,5- diCQA	ácido 4,5-dicafeoilquínico
p-CoQA	ácido p-cumaroilquínico
ABIC	Associação Brasileira da Indústria de Café
AHC	Análise Hierárquica de Clusters
ANOVA	Análise de Variância
ANVISA	Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AOAC	*Association of Official Analytical Chemists*
ART	Açúcares Redutores Totais
AT	Acidez Total
BHI	*Brain Heart Infusion*
bs	base seca
BSCA	Associação Brasileira de Cafés Especiais
CATA	*Check-all-that-appy*
CEP	Comitê de Ética em Pesquisa
CFT	Compostos Fenólicos Totais
CGA	Ácidos clorogênicos totais

CONAB	Companhia Nacional de Abastecimento
CV	Coeficiente de Variação
DAD	Detector de Feixe de Diosos
DNS	Ácido dinitrosalicílico
DVB/CAR/PDMS	*Divinilbenzen / Carboxen / Polydimethylsiloxane*
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
FAO	*Food and Agriculture Organization of the United Nations*
GC-MS	*Gas-Chromatography - Mass-Spectrometry* (Cromatografia Gasosa - Espectrometria de Massa)
HPLC	*High Performance Liquid Chromatography* (Cromatografia Líquida de Alta Eficiência)
HS-SPME	*Headspace Solid Phase Micro Extraction* (Micro extração em fase sólida por headspace)
IARC	*International Agency for Research on Cancer* (Agência Internacional para Pesquisa em Câncer)
IBGE	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
ICO	*International Coffee Organization* (Organização Internacional do Café)
IRL	Índice de Retenção Linear
IRLE	Índice de retenção Linear Experimental
KD	kinkan doce
KL	kinkan limão
LB	Laranja Baia
LL	Laranja Lima
LP	Lima da Pérsia
LT	Lima ácida Tahiti
LS	Limão Siciliano
LV	Laranja Valência
MAPA	Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento
NBR	Norma Técnica Brasileira
NIST	Instituto Nacional de Padrões e Tecnologia
NMP	Núcleo mais provável
NUPECAFÉ	Núcleo de Pesquisa em Café

PCA	*Principal Component Analysis* (Análise de Componentes Principais)
RDC	Programa de Qualidade do Café
REQUIMTE	Rede de Química e Tecnologia
rpm	rotação por minuto
RT	Tempo de Retenção
SCA	*Specialty Coffee Association* (Associação de Cafés Especiais)
SCAA	*Specialty Coffee Association of America* (Associação de Cafés Especiais da América)
SINDICAFE	Sindicato da Indústria de Café
SG	Laranja Sanguínea de Mobuca
SS	Sólidos Solúveis
TG	Tangerina
TCLE	Termo de Consentimento Livre Esclarecido
UFC	Unidades formadoras de colônias
UFPEL	Universidade Federal de Pelotas
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro
USDA	*United States Department of Agriculture* (Departamento de Agricultura dos Estados Unidos)
WHO	*World Health Organization* (Organização Mundial da Saúde)

SUMÁRIO

APRESENTAÇÃO..... 25
1 INTRODUÇÃO GERAL..... 26
2 REFERENCIAL TEÓRICO..... 28
2.1 *CAFÉ*..... 28
2.1.1 *Importância econômica*..... 28
2.1.2 *Composição química dos grãos de café*..... 30
2.1.2.1 *Compostos fenólicos em café*..... 32
2.1.2.2 *Compostos voláteis em café*..... 35
2.1.3 *Cafés especiais: características, classificação e qualidade*..... 37
2.1.4 *Métodos de preparo da bebida de café*..... 39
2.2 *FRUTAS CÍTRICAS*..... 41
2.2.1 *Morfologia e classificação das frutas cítricas*..... 41
2.2.2 *Composição química de frutas cítricas*..... 44
2.2.2.1 *Compostos fenólicos em frutas cítricas.*..... 45
2.2.2.2 *Compostos voláteis em frutas cítricas*..... 46
2.2.3 *Consumo e importância econômica das cascas de cítricos*..... 47
2.3 *ANÁLISE SENSORIAL*..... 50
2.3.1 *Análise de Cupping*..... 50
2.3.2 *Testes hedônicos*..... 53
2.3.3 *Check All That Apply (CATA)*..... 54
3 JUSTIFICATIVA..... 56
4 OBJETIVOS..... 57
4.1 Objetivo geral..... 57
4.2 Objetivos específicos..... 57
5 FLUXOGRAMA..... 59
CAPÍTULO I. *Caracterização química não volátil e físico-química de farinhas da casca de frutas cítricas cultivadas no Brasil*..... 60
I.1 Introdução..... 61
I.2 Materiais e métodos..... 61
I.2.1 *Seleção das amostras*..... 61
I.2.2 *Processamento experimental: descascamento, secagem e moagem das amostras*..... 62

I.2.3 ***Análise microbiológica*** **63**

I.2.4 ***Determinação da composição proximal*** **64**

I.2.5 ***Análise de compostos fenólicos totais (CFT)*** **64**

I.2.6 ***Determinação da acidez titulável, pH e açúcares redutores por DNS*** **65**

I.2.7 ***Análises estatísticas*** **66**

I.3 Resultados e discussão **66**

I.3.1 ***Análise microbiológica das farinhas cítricas*** **66**

I.3.2 ***Composição proximal*** **67**

I.3.3 ***Compostos Fenólicos Totais (CFT)*** **70**

I.3.4 ***Composição físico-química*** **72**

I.3 Conclusões **73**

CAPÍTULO II. ***Perfil volátil de farinhas da casca de frutas cítricas produzidas no Brasil*** (*Headspace Volatolome of Peel Flours from Citrus Fruits Grown in Brazil*)…..... **75**

Resumo **76**

CAPÍTULO III. ***Caracterização química de um café arábica especial em diferentes grau de torrefação e suas respectivas bebidas*** **77**

III.1 Introdução **78**

III.2 Materiais e métodos **79**

III.2.1 ***Amostra*** **79**

III.2.2 ***Torrefação e moagem*** **79**

III.2.3 ***Preparo das bebidas para as análises químicas*** **80**

III.2.4 ***Determinação da umidade, acidez titulável total, pH, sólidos solúveis redutores*** **80**

III.2.5 ***Análise de compostos bioativos*** **80**

III.2.6 ***Análise de compostos voláteis*** **82**

III.2.7 ***Análise estatística*** **82**

III.3 Resultados e discussão **83**

III.3.1 ***Compostos não voláteis*** **83**

III.3.2 ***Compostos voláteis e características de odor*** **87**

III.3.3 ***Variações de compostos voláteis em café torrado e moído*** **91**

III.3.4 ***Variações de compostos voláteis em bebidas de café filtrado*** **94**

III.4 Conclusões **99**

CAPÍTULO IV. ***Impactos da saborização de cafés especiais com farinha da casca de cítricos sobre as características sensoriais e pontuação pelo método da SCA*** **101**

IV.1 Introdução **102**

IV.2 Materiais e métodos..... **103**
IV.2.1 ***Desenho experimental***..... **103**
IV.2.2 ***Amostras***..... **104**
IV.2.3 ***Torrefação e moagem do café***..... **105**
IV.2.4 ***Seleção de frutas, descascamento, secagem e moagem***..... **105**
IV.2.5 ***Análises de segurança microbiológicas***..... **105**
IV.2.6 ***Preparo das bebidas para a prova de xícara***..... **105**
IV.2.7 ***Prova de xícara (Cupping)*** **106**
IV.2.8 ***Análise estatística***..... **107**
IV.3 Resultados e discussão..... **107**
IV.3.1 ***Análises de segurança microbiológicas***..... **107**
IV.3.2 ***Perfil sensorial pela prova de xícara (CUPPING)*** **108**
IV.4 Conclusões..... **116**

CAPÍTULO V. ***Uso da farinha da casca de cítricos para saborizar naturalmente cafés especiais: perfil sensorial, aceitação e seleção das melhores combinações atribuídas pelo consumidor***..... **117**
V.1 Introdução..... **118**
V.2 Materiais e métodos..... **119**
V.2.1 ***Desenho experimental***..... **119**
V.2.2 ***Amostras***..... **120**
V.2.3 ***Torrefação e moagem do café***..... **120**
V.2.4 ***Seleção de frutas, descascamento, secagem e moagem***..... **121**
V.2.5 ***Análises microbiológicas***..... **121**
V.2.6 ***Preparo das bebidas para os testes sensoriais***..... **121**
V.2.7 ***Análise Sensorial***..... **121**
V.2.8 ***Testes sensoriais de aceitação e intenção de compra***..... **124**
V.2.9 ***Teste Check All That Apply (CATA)*** **124**
V.2.10 ***Análise estatística***..... **125**
V.3 Resultados e discussão..... **125**
V.3.1 ***Análises microbiológicas***..... **125**
V.3.2 ***Testes sensoriais de aceitação e intenção de compra***..... **126**
V.3.2.1 ***Perfil de torra médio claro (#65 – escala Agtron - SCA)***..... **126**
V.3.2.2 ***Perfil de torra médio (#55 – escala Agtron - SCA)*** **133**
V.3.2.3 ***Perfil de torra moderadamente escuro (#45 – escala Agtron - SCA)*** **140**
V.3.2.3 ***Teste sensorial "Check All That Apply" (CATA)*** **147**

V.3.2.3.1 ***Perfil de torra médio claro #65*** **148**

V.3.2.3.2 ***Perfil de torra médio #55*** **154**

V.3.2.3.3 ***Perfil de torra moderadamente escuro #45*** **160**

V.4 Conclusões **166**

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS **168**

6. PERSPECTIVAS **170**

7. REFERÊNCIAS **171**

APÊNDICES **196**

ANEXOS **201**

Manuscrito 1. Headspace volatolome of peel flours from citrus fruits grown in Brazil **208**

Abstract **209**

1 Introduction **210**

2 Materials and methods **212**

2.1 ***Samples: fruit selection, peeling, drying, and grinding*** **212**

2.2 ***Water content*** **214**

2.3 ***Headspace solid-phase microextraction coupled with gas-chromatography mass- spectrometry analysis (HS-SPME/GC-MS)*** **214**

2.4 ***Statistical analysis*** **215**

3 Results and discussion **216**

3.1 ***Water content*** **216**

3.2 ***Volatile compounds: general comments*** **217**

3.3 ***Specific volatile compounds and their contribution to total volatile profile*** **225**

4 Conclusions **229**

APRESENTAÇÃO

O presente estudo aborda a utilização de farinhas formuladas a partir da casca de diferentes frutas cítricas cultivadas no Brasil, na elaboração de *blends* de cafés especiais com notas aromáticas diferenciadas. Através da avaliação sensorial por avaliadores treinados pelo Protocolo de Avaliação Sensorial de Cafés Especiais da *Specialty Coffee Association* (SCA) e pela percepção e aceitação de consumidores de café, selecionamos os cítricos mais adequados a esta finalidade. A oferta de novos produtos para o mercado consumidor se faz necessária, nos dias de hoje, mas é preciso fazer uma avaliação criteriosa para verificar as necessidades do mercado e a viabilidade dos produtos.

Este trabalho foi realizado no Laboratório de Química e Bioatividade de Alimentos e Núcleo de Pesquisa em Café (NUPECAFE), do Instituto de Nutrição Josué de Castro (INJC), da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), em parceria com a EMBRAPA Agroindústria de Alimentos, Rio de Janeiro, com o Laboratório de Bromatologia da Universidade Federal de Pelotas (UFPEL), com o Laboratório de Bromatologia e Hidrologia (LAQV/REQUIMTE), da Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto em Portugal e com a Cooperativa dos Cafeicultores do Cerrado (EXPOCACCER). O trabalho deu origem a cinco capítulos, sendo que o segundo capítulo se refere ao artigo científico, intitulado *Headspace Volatolome of Peel Flours from Citrus Fruits Grown in Brazil* o qual foi publicado na revista Food Research International (Qualis A1). Além destes, outros trabalhos estão sendo estruturados pelo grupo do Núcleo de Pesquisa em Café (NUPECAFÉ), com o intuito de pesquisar, de forma mais abrangente, os benefícios e possibilidades de utilização das farinhas da casca de cítricos.

O projeto contou com auxílio financeiro da Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ), da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

1. INTRODUÇÃO GERAL

O café pertence à família botânica *Rubiaceae* e possui duas espécies de maior importância para o comércio mundial, *Coffea arabica* e *Coffea canephora*, sendo a última também conhecida internacionalmente como café robusta e, no Brasil, como conilon (CHARRIER e BERTHAULD, 1985). A bebida dos grãos torrados de café é uma das mais apreciadas e consumidas no mundo. O Brasil é o maior produtor, respondendo por aproximadamente 35% da produção mundial total, e 46% da produção de café arábica. Em relação ao consumo, o Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA) estima um crescimento na demanda mundial de 1.1% para o ano safra 2021/22, o que representa 63,1 milhões de sacas de 60 kg (Companhia Nacional de Abastecimento - CONAB, 2021).

Além da questão econômica, vale ressaltar que, atualmente, o consumo de café tem sido incentivado por especialistas da área da saúde, uma vez que pesquisas indicam que a bebida possui diversos componentes benéficos à saúde, como por exemplo, compostos fenólicos, trigonelina, melanoidinas, diterpenos, metilxantinas, minerais, entre outros. Nos últimos anos, a busca por cafés especiais e de qualidade superior tem crescido, não somente pelos seus benefícios à saúde, mas também pela disseminação da bebida espresso, pelo desenvolvimento de nichos de alimentos gourmet, abertura de lojas especializadas nos grandes centros urbanos e pelo aumento e variedade de oferta desse produto. Em consequência do aumento da disponibilidade de bebidas de qualidade superior o consumidor vem se tornando cada vez mais exigente (FARAH, 2012; GUIMARAES, DE CASTRO e DE ANDRADE, 2016).

Diante da ampla biodiversidade brasileira, a citricultura também se destaca na economia, com uma produção anual superior a 18 mil toneladas de frutas cítricas, sendo a maior parte destinada à produção e industrialização de suco (DELIZA, 2019; USDA, 2020). Considerando que aproximadamente 50% do peso da fruta é constituído de resíduos e/ou subprodutos produzidos como o bagaço, casca (albedo e flavedo) e sementes, torna-se necessário adotar medidas de utilização e consumo consciente em relação à alimentação. O aproveitamento integral dos alimentos na elaboração de novos produtos, é uma alternativa sustentável que está ao alcance de todos, pois pode ser aplicada tanto no ambiente industrial como residencial. Além disso, diversos estudos têm mostrado valiosos potenciais benefícios biológicos, tais como propriedades antioxidante, antimicrobiana e anti-inflamatória (FISHER e PHILLIPS, 2008), sendo o seu uso para a alimentação em grande escala ainda pouco explorado.

As indústrias de alimentos e bebidas têm buscado identificar e atender as necessidades dos consumidores, não apenas fisiológicas, mas também as emocionais que possam ser minimizadas através de aromas e sabores, relacionando gostos específicos, a lembranças e preferências de cada consumidor. Um produto pode apresentar excelentes características químicas, físicas e microbiológicas. Porém, é imprescindível que as características sensoriais atendam aos anseios e às necessidades do consumidor, agregando valor adicional. A busca de informações sobre as características sensoriais de alimentos e bebidas é fundamental para o êxito do desenvolvimento e comercialização de novos produtos. Neste cenário, as informações são obtidas por equipes treinadas através de métodos específicos e os consumidores são questionados sobre a preferência e aceitação, fornecendo informações sobre como eles percebem as características sensoriais dos produtos (DELIZA, 2019). Sendo assim, estudos baseados na análise sensorial de alimentos e bebidas é um fator determinante na busca pela qualidade, e isso inclui a satisfação do consumidor (DELLA LUCIA *et al*., 2006).

Com o intuito de melhorar a qualidade global da bebida de café, aumentar a diversidade de produtos de café no mercado, aproveitando os subprodutos da agroindústria o objetivo desse trabalho é desenvolver *blends* de café arábica torrado e moído saborizados de forma natural, com farinha da casca de cítricos, avaliando o potencial de utilização desses subprodutos e a aceitabilidade do consumidor.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 *CAFÉ*

2.1.1 *Importância econômica*

O café é um dos produtos agrícolas de maior valor comercial no mundo, sendo o Brasil o maior produtor e exportador. Isso demonstra sua importância econômica e de desenvolvimento territorial, possibilitando empregos e renda para as famílias brasileiras. A estimativa para a safra brasileira 2020/21 é de aproximadamente 63,1 milhões de sacas de 60 kg de café beneficiado, somando-se a quantidade produzida das espécies *Coffea arabica* (47.8 milhões) e *Coffea canephora*, também conhecida como robusta ou conilon (20.1 milhões), segundo a CONAB (2021). A produção de café não se restringe apenas a grandes produções, mas também está inserida em segmentos de mercado diferenciados, que priorizam a qualidade, e isso se deve aos esforços dos produtores, cada vez mais conscientes da necessidade de agregar valor à sua produção, pois o consumo desses cafés está em pleno crescimento, tanto no mercado interno como no mercado externo (ICO, 2018).

Apesar da crise econômica gerada pela pandemia e que afetou diversos setores em 2020, a procura por café apresentou crescimento de 1.34% em relação ao ano anterior, elevando o consumo *per capita* para 4,79 kg/ano de café torrado, o que mantém o Brasil como o segundo maior consumidor de café do mundo, conforme levantamento da Associação Brasileira da Indústria de café – ABIC (2021). Esse consumo ainda é destacado pelos cafés tradicionais com menor valor agregado. Em 2016, eles correspondiam a 91% da exposição na área de venda, enquanto os especiais representavam apenas 6%. Já em 2019, os tradicionais foram responsáveis por 81% e os especiais subiram para 12%, conforme Figura 1 (ABIC, 2019).

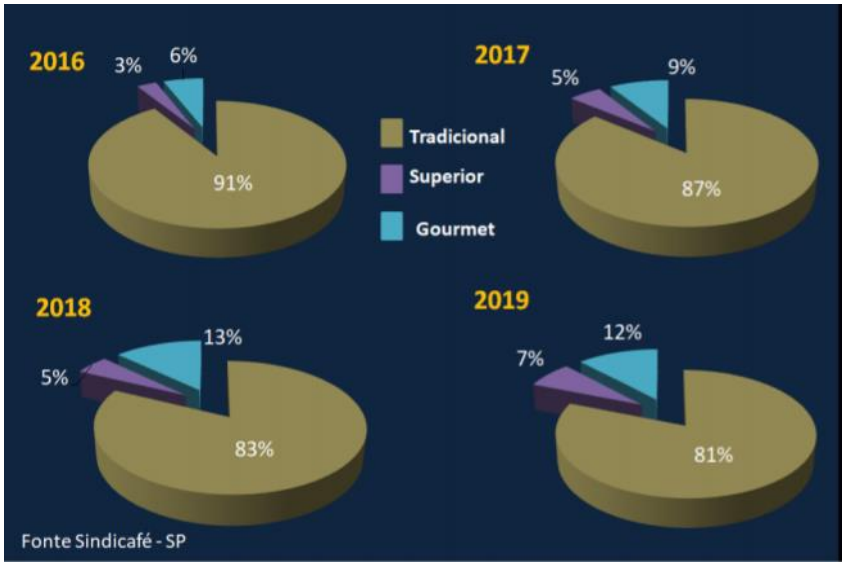


Figura 1. Consumo de café no Brasil por categoria de qualidade. Fonte: ABIC (2019).

Durante muitos anos, os cafés no mercado brasileiro têm sido considerados de baixa qualidade e muitas vezes são adulterados com impurezas, como cascas, milho e cevada, a fim de aumentar o rendimento. Grande parte dos cafés de melhor qualidade produzidos no Brasil é exportada. No entanto, muitas vezes é considerado de qualidade inferior, quando comparado aos cafés de outras origens (RODARTE, 2008). Visando aumentar o consumo e valorizar o café brasileiro, apresentando ao consumidor as diferenças de qualidade do café torrado e moído, a ABIC implementou, no início dos anos 1990, o selo de pureza, a fim de evitar fraudes. Posteriormente, em 2004, iniciou o Programa de Qualidade do Café (PQC), que certifica e monitora a qualidade das marcas que aderem ao programa e são destacadas com um selo que garante ao consumidor os tipos Extraforte, Tradicional, Superior ou *Gourmet* (ABIC, 2019). No mercado externo, a demanda por cafés de qualidade certificada cresceu entre os anos 1970 e 1980, nos Estados Unidos com o surgimento da *Specialty Coffee Association of America* (SCAA). Hoje, esse segmento está em grande expansão em todo o mundo e exige monitoramento constante da qualidade, considerando a exigência cada vez maior dos compradores e consumidores.

Outro ponto que podemos observar (Figura 2) é uma tendência na compra de cafés em grãos e em cápsulas, possivelmente influenciada pelo grande número de novas marcas de cafés especiais, aumentando sua disposição em supermercados e casas especializadas, facilitando o acesso para a compra desses produtos. O crescimento da oferta de utensílios e métodos de preparo diferenciados que possibilitam novas experiências na hora de preparar a bebida, bem como o surgimento de diversas cafeterias especializadas, eventos abertos ao público, palestras e cursos sobre o tema, têm crescido substancialmente, principalmente em grandes cidades.

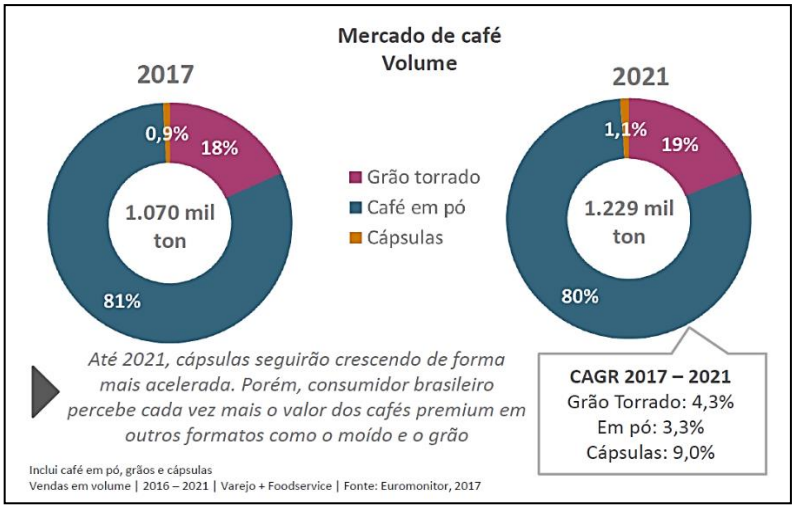


Figura 2. Importância das categorias de café no mercado brasileiro. Fonte: ABIC (2019).

Tendo em vista que o consumo da bebida continua concentrado nas residências, representando 64% do total consumido, o consumo fora do lar se mostra em constante crescimento, revolucionando o consumo de cafés especiais. Isso se dá por meio da diferenciação de produtos e pela experiência de consumo, que vai além de um café de qualidade superior, pois, inclui disponibilidade limitada (micro lotes), variedades especiais, café de origem, história do cultivo, métodos de colheita e preparação, bem como preocupações de origem ambiental e social (GUIMARÃES, 2016; BOAVENTURA et al., 2018; GUIMARÃES et al., 2019; ABIC, 2019).

O café é um produto de grande valor, pois está presente na rotina diária de muitas pessoas e continua a se expandir para novos mercados cada vez mais exigentes. Embora existam diferentes fatores que possam ser apresentados para explicar a história de sucesso do café, como o efeito levemente estimulante da cafeína, o envolvimento social entre as pessoas ou as implicações positivas emergentes para a saúde, o sabor único e complexo é provavelmente a principal razão pela qual tantas pessoas gostam de uma xícara de café (YERETZIAN et al., 2019).

2.1.2 *Composição química dos grãos de café*

A qualidade do café está diretamente relacionada à diversidade de componentes químicos presentes nas sementes cruas e sua quantificação é influenciada pela variedade genética, pelas condições ambientais como altitude, temperatura e umidade e pelo processamento pós-colheita (FARAH, 2012).

A formação do aroma e do sabor característicos da bebida de café envolve uma variedade de interações químicas que ocorrem principalmente durante a torrefação (Tabela 1), mas suas características são desenvolvidas ainda quando o grão está na planta, a qual pode passar por alterações climáticas e processos de fermentação alterando a composição do grão. Entre os compostos, estão inúmeros componentes voláteis e não voláteis, como cafeína, ácidos clorogênicos, carboidratos, proteínas, peptídeos e aminoácidos livres, minerais, lipídeos, entre outros (FARAH, 2012).

Tabela 1. Composição química dos grãos verdes e torrados de *Coffea arábica* (g/100g b.s)

Componentes	***Coffea arábica***	
	Grãos verdes	**Grãos torrados**
Carboidratos		
Oligossacarídeos	6,0 – 11,0	3,5 – 4,5
Açúcares redutores (glicose, frutose, galactose)	0,1 – 0,5	0,3
Polissacarídeos	34,0 – 44,0	31,0 – 38,0
Lignina	3,0	3,0
Pectina	2,0	2,0
Compostos nitrogenados		
Proteína	8,5 – 12,0	7,5 – 10,0
Aminoácidos livres	0,2 – 0,8	0,0
Cafeína	0,9 – 1,3	1,1 – 1,3
Trigonelina	0,6 – 1,2	0,2 – 1,2
Lipídeos		
Triglicerídeos/esteróis/tocoferóis	15,0 – 18,0	17,0
Diterpenos	0,5 – 1,2	0,9
Compostos fenólicos		
Ácidos clorogêncios	3,7 – 9,2	1,9 – 2,5
Minerais	3,0 – 5,4	4,5

Fonte: Farah (2019). Adaptado pela autora. *bs: base seca.

O estágio de maturação dos grãos se correlaciona positivamente com o teor de açúcares, em especial a sacarose, que apresenta um aumento significativo à medida que o café amadurece, assim como o conteúdo de ácidos carboxílicos. Concentrações de ácido quínico e málico diminuem com o desenvolvimento do processo de maturação. O ácido cítrico tem comportamento oposto, apresentando menores valores nos estágios iniciais do desenvolvimento do grão com um aumento ao fim do ciclo (ROGERS et al., 1999; KITBERGER et al., 2017).

Alguns compostos presentes no café verde e torrado, como ácidos clorogênicos, cafeína e trigonelina, têm sido estudados devido a propriedades específicas e inúmeros produtos contendo café são elaborados na intenção de combinar seu sabor e aroma com suas propriedades biológicas (FARAH, 2009).

2.1.2.1 *Compostos fenólicos em café*

Quimicamente, os compostos fenólicos são definidos como substâncias que possuem anel aromático com um ou mais constituintes hidroxílicos, incluindo seus grupos funcionais (LEE et al., 2005; LIU; ZHANG, 2018). As plantas produzem uma grande diversidade desses compostos, os quais ocorrem naturalmente e acumulam-se em todas as partes do vegetal: raízes, caules, folhas, flores e frutos (LIU; ZHANG, 2018; RAFIQ et al., 2018).

Estudos epidemiológicos têm demonstrado associação do consumo da bebida de café com efeitos benéficos à saúde tais como hepatoprotetor, antiviral e prevenção de doenças degenerativas como Parkinson, Alzheimer, diabetes tipo 2, câncer de cólon, fígado e mama, a maioria em decorrência de suas propriedades antioxidante e anti-inflamatória, resultando em aumento da longevidade (FARAH e DUARTE, 2015, TORRES e FARAH, 2017). Entre os principais agentes responsáveis por estas propriedades estão os ácidos clorogênicos, os principais compostos fenólicos do café (TRUGO e MACRAE, 1984; MOREIRA et al., 2005; FARAH e DONANGELO, 2006; MOURA-NUNES et al., 2009; PANUSA et al., 2013;). Em média, cerca de um terço da quantidade ingerida destes compostos, por meio do café, pode ser absorvido no trato gastrintestinal humano, metabolizado no estômago, intestino, fígado e rim.

Os principais grupos de isômeros dos ácidos clorogênicos encontrados no café são os ácidos cafeoilquínicos, que correspondem por aproximadamente 80% do conteúdo total dos grãos crus, os dicafeoilquínicos e os feruloilquínicos (FARAH, 2012; FARAH e DEPAULA LIMA, 2019) (Figura 3).

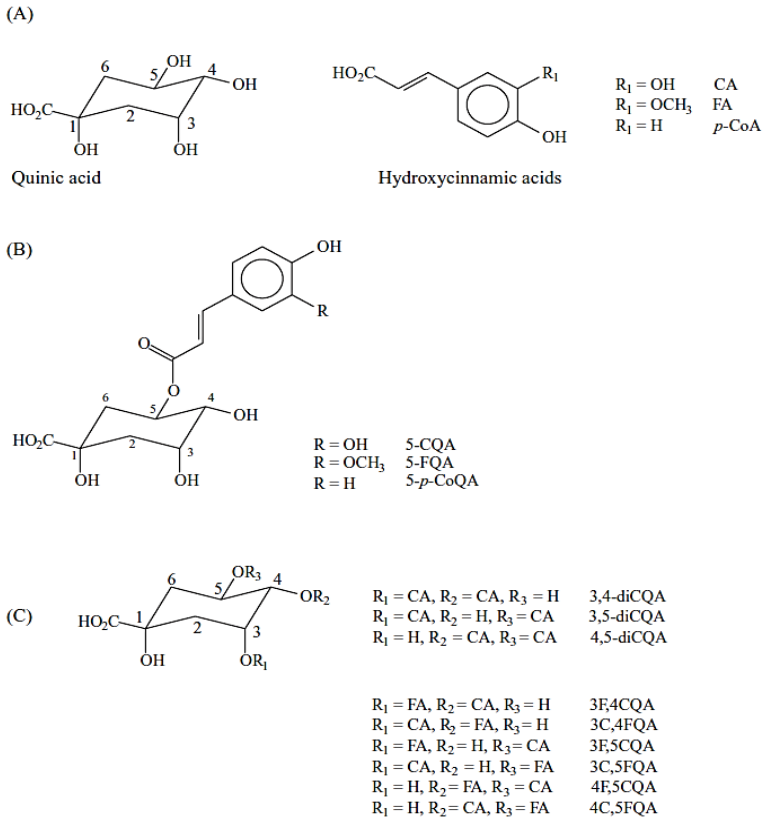


Figura 3. Ácidos clorogênicos e compostos relacionados. (A) Compostos básicos, (B) monoésteres de ácido quínico com ácidos hidroxicinâmicos (exemplo de 5-isômeros), (C) diésteres de ácido quínico com ácido caféico e ésteres mistos. diCQA, ácidos dicafeoilquínicos; FQA, ácidos feruloilquínicos; ácidos p-CoQA, p-coumaroilquínico. Fonte: Farah (2012).

A cafeína é um dos componentes mais estudados, e sabe-se que, em quantidades moderadas, possui diversos benefícios como melhorias relacionadas às habilidades cognitivas, como melhor percepção e redução do cansaço pela sua propriedade termogênica (BOROTA et al., 2014). Foi também demonstrado que o risco de doença de Alzheimer foi menor naqueles que consomem café integral (com cafeína) regularmente do que aqueles que não o consumiam (BAE et al., 2014), além de auxiliar na prevenção e na redução dos sintomas associados à doença de Parkinson (LUDWIG et al., 2014).

A trigonelina possui propriedade hipoglicemiante, neuroprotetora, estrogênica, anticancerígena e anticariogênica (ASHIHARA, TAKADA e MAEKAWA, 2015), e quando submetida a altas temperaturas, no caso da torrefação dos grãos de café, é convertida a ácido nicotínico ou niacina, uma vitamina do complexo B, e a compostos voláteis, entre outros. Em humanos, esta vitamina atua como coenzima de processos metabólicos e sua deficiência causa Pelagra, doença caracterizada por lesões na pele (FARAH, 2009).

Vitaminas como a colina estão presentes em maior quantidade no café verde, sendo um nutriente essencial responsável por uma gama de funções no metabolismo humano, desde a

estrutura celular até a síntese de neurotransmissores (CIARAMELLI, PALMIOLI e AIROLDI, 2019), Há outros componentes solúveis como vitaminas, minerais, carboidratos solúveis como os monossacarídeos, oligossacarídeos e polissacarídeos como galactomananas e arabinogalactana tipo II, e insolúveis como celulose e hemicelulose (DÍAZ-RUBIO e SAURA-CALIXTO, 2007; FARAH, 2017).

Pela mudança substancial na composição do café verde durante o processo de torrefação, em decorrência da pirólise, caramelização e reações de Maillard, alguns compostos são destruídos e outros formados, incluindo compostos bioativos e substâncias de alta e média volatilidade, importantes para o aroma e sabor da bebida. O teor de umidade do café torrado (1,5% - 5%) é muito menor do que o café verde e varia de acordo com o grau de torra. Neste processo, parte da proteína é degradada e o aminoácidos livres e peptídeos reagem com açúcares redutores para formar compostos de baixo peso molecular e melanoidinas, responsáveis pela coloração do café torrado (BEKEDAM et al., 2008). Alguns estudos sugerem que as melanoidinas possuem propriedades antioxidantes, anti-inflamatória, antibacteriana e prebiótica, e, portanto, podem ser consideradas compostos bioativos (MORALES, SOMOZA e FOGLIANO, 2012; MESÍAS e DELGADO-ANDRADE, 2017; CIARAMELLI, PALMIOLI e AIROLDI, 2019). No início do processo de torrefação, através da condensação do aminoácido asparagina com açúcares redutores, em temperaturas acima de 120 °C, ocorre também formação de acrilamida (SOARES, ALVES e OLIVEIRA, 2015), sendo considerada um composto carcinogênico, quando em altas concentrações, embora não tenha se conseguido provar que quando no café este composto seja realmente prejudicial a humanos (IARC, 1994; FAO/WHO, 2002; FARAH, 2012; YERETZIAN et al., 2019). No decorrer da torrefação, após sua formação, este composto é parcialmente degradado.

Diante dessas evidências, podemos observar que, assim como outros alimentos, o café possui substâncias que podem trazer benefícios e/ou prejuízos à saúde, dependendo da sua qualidade, processamento e quantidade ingerida. Mas sabendo que sua bebida é a segunda mais consumida no mundo, atrás somente da água, estudos tem indicado que de forma global, o café pode ser considerado uma bebida saudável, devido aos resultados de uma série de estudos epidemiológicos (FARAH, 2017).

2.1.2.2 *Compostos voláteis em café*

Quando um grão verde é torrado, milhares de compostos são formados por meio de reações químicas. Essas moléculas são originárias de precursores presentes no grão de café verde, incluindo açúcares, aminoácidos, lipídeos, trigonelina e ácidos clorogênicos, que são transformados em uma grande variedade de compostos voláteis e não voláteis (FARAH, 2012; YERETZIAN et al., 2019). Esses componentes voláteis caracterizam seu aroma singular (DE MARIA, MOREIRA e TRUGO, 1999) (Figura 4).

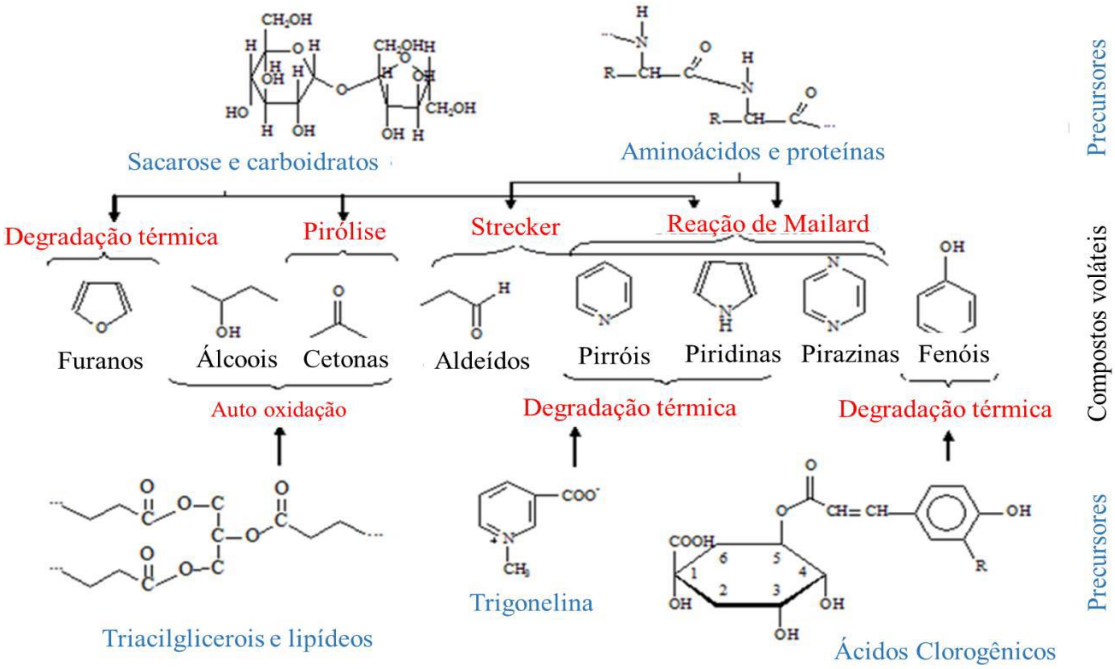


Figura 4. Representação esquemática da relação entre alguns compostos precursores e voláteis. Fonte: Toledo et al (2016).

Durante muitos anos, cientistas têm se concentrado na identificação de compostos voláteis do café; no entanto, na década de 1970, já havia ficado claro que apenas uma pequena fração desses voláteis, aproximadamente 5%, são relevantes para o aroma (TOCI e FARAH, 2014). Com isso, o foco voltou-se para estes poucos compostos aromatizantes, relevantes sensorialmente no café (YERETZIAN et al., 2019). Embora seja bem conhecido que o modo de preparo do café afeta seu sabor, poucos estudos avaliaram os principais compostos aromáticos extraídos para a bebida. Em uma revisão, Toci e Boldrin (2018) detalharam os principais compostos de odor estudados em bebidas filtradas e em café espesso. Também

determinaram que há informações escassas para outros tipos de preparo de café (TOCI e BOLDRIN, 2018).

Os compostos voláteis no café são produzidos a partir de vários compostos presentes ainda nas sementes verdes, incluindo açúcares, aminoácidos, lipídeos, trigonelina e ácidos clorogênicos. Vários fatores contribuem para a determinação do perfil volátil do café, como espécie, as região produtora, fatores ambientais e climáticos, processamento de colheita e pós-colheita, armazenamento e transporte, práticas de consumo e parâmetros utilizados na torrefação (SUNARHARUM, WILLIAMS e SMYTH, 2014). No decorrer dos anos, as pesquisas buscaram correlacionar esses fatores com a composição volátil do café (GNZALEZ-RIOS et al., 2007; BAGGENSTOSS et al., 2008; YERETZIAN et al., 2019).

Embora exista muitos compostos ativos de aroma, a percepção sensorial pode ficar restrita a um número menor de compostos de maior impacto que apresentam características necessárias e importantes para o resultado global na bebida, sendo estes os compostos que caracterizam o produto (FLAMENT, 2001; ABREU, 2018). Muitos desses compostos presentes no café são detectados apenas em concentrações muito baixas por detectores instrumentais. No entanto, sua potência pode somente ser detectada pelo nariz humano, que é o detector mais relevante quando se trata de compostos aromáticos (YERETZIAN et al., 2019).

Diferentes graus de torrefação produzem bebidas com distintos perfis aromáticos, podendo variar de cafés com aromas ricos em compostos mais voláteis, como é o caso dos ácidos voláteis, e furanos, que são responsáveis por notas mais frescas e florais, bem como cafés ricos em compostos como pirazinas e piridinas, responsáveis por notas torradas e terrosas. Esta definição aromática está relacionada com o grau de torrefação, tempo e temperatura de torrefação, tipo de torrador, bem como qualidade das sementes (TOLEDO et al., 2016).

Dependendo das condições de armazenamento do café torrado e, principalmente, após a moagem, uma grande parte dos compostos voláteis pode ser perdida por evaporação ou até mesmo oxidação. Alguns compostos derivados de processos oxidativos, têm sido sugeridos como marcadores de armazenamento, como hexanal e trissulfeto de dimetila, cujas concentrações aumentam durante o armazenamento (TOLEDO et al., 2016).

Os níveis de umidade, a temperatura de armazenamento e os tipos de embalagem utilizados podem afetar negativamente a fração aromática do café. Observando isso, diversos estudos consideraram o efeito do armazenamento e da embalagem na composição volátil do café torrado (MANZOCCO e LAGAZIO, 2009; RENDÓN, DE JESUS e BRAGAGNOLO, 2014; ROSS, PECKA e WELLER, 2006; TOCI et al., 2013). O uso de embalagens a vácuo ou com atmosfera modificada mostrou diminuição nas taxas de oxidação, aumentando a vida útil

do café em termos de seu perfil aromático, e minimizando a produção de compostos indesejáveis (MARIN et al., 2008; TOLEDO et al., 2016).

2.1.3 *Cafés especiais: características, classificação e qualidade*

O conceito de cafés especiais foi criado por Erna Knutsen, fundadora da *Knutsen Coffees*, que utilizou esse termo pela primeira vez em uma conferência internacional de café em 1978 na França (GUIMARAES, DE CASTRO e DE ANDRADE, 2016; GUIMARÃES et al., 2019). Os cafés especiais diferem dos comuns por características relacionadas com a qualidade da bebida final que proporciona aroma, sabor, acidez, doçura e amargor extremamente equilibrados. Vários aspectos antecedem o modo de preparo, pois o sabor e o aroma dependem da composição química e da torra, os quais são influenciados por fatores genéticos, ambientais, práticas agrícolas, colheita e pós-colheita, além de métodos de armazenamento e industrialização (BORÉM et al., 2008; GIOMO e BORÉM, 2011). Fatores ambientais e genéticos são determinantes para o ciclo de maturação dos frutos, uma vez que amadurecem em diferentes épocas do ano (PEZZOPANE et al., 2003; PETEK, SERA e FONSECA, 2009), podendo assim, reduzir a proporção de frutos fisiologicamente imaturos, adicionando características superiores à bebida e aumentando seu valor comercial (Figura 5).

Figura 5. Frutos de café maduro. Fonte: a autora.

Entre os anos 1970 e 1980, nos Estados Unidos, a *Specialty Coffee Association of America* (SCAA) surgiu a partir de um grupo de indústrias que tinham o objetivo de estimular a produção de café especiais (GIOMO e BORÉM, 2011). Em 2017 a partir da fusão entre a

SCAA e a *Specialty Coffee Association of Europe* (SCAE) surgiu a SCA. No Brasil, o termo "cafés especiais" começou a ser divulgado e incentivado a partir de 1991, quando um grupo de 12 cafeicultores de cafés especiais fundou a Associação Brasileira de Cafés Especiais (BSCA), buscando divulgar e incentivar o aprimoramento técnico da produção, comercialização e industrialização desse tipo de café (GUIMARÃES, 2016). Esse segmento surge como uma oportunidade aos cafeicultores de conquistar compradores e consumidores que estejam dispostos a pagar mais pelo produto, já que a produção envolve um aumento nos custos, como mudanças tecnológicas nos métodos de beneficiamento, aquisição de equipamentos e maior precisão nos cuidados relacionados à qualidade dos grãos (PEREIRA et al., 2010).

Os cafés brasileiros apresentam uma variedade de sabores e qualidades, devido à diversidade geográfica. O estado de Minas Gerais se destaca na produção de café arábica, sendo responsável por aproximadamente 70% das safras de café arábica do país (CONAB, 2020). Com altitude entre 800 e 1.300 metros, a região do Cerrado Mineiro, que representa 19,1% da produção de café mineira, é formada por 55 municípios, abrangendo as regiões do Alto Paranaíba, Noroeste e Triângulo Mineiro. A região se beneficia com estações bem definidas, maturação uniforme e muito sol durante a colheita. Por essa razão, são produzidos cafés com perfeito equilíbrio entre corpo e acidez (PAIVA, 2005).

Após avaliar a procedência e a qualidade das sementes de café, uma etapa crucial para determinar a qualidade da bebida é a torrefação (FARAH et al., 2006). Quando o grão é torrado, ocorrem diversas reações químicas, passando por um processo de degradação de ácidos, polissacarídeos e aminoácidos. A intensidade da torra é definida pelo tempo x temperatura, e podem variar conforme o grau de torra desejado (Figura 6). Dependendo do mercado consumidor, varia-se o grau de torrefação, produzindo-se cafés de colorações mais claras, apreciados nos Estados Unidos, até colorações mais intensas, apreciados na Europa. No Brasil, as torras média e moderadamente escuras são as mais utilizadas (TOCI; FARAH; TRUGO, 2006).

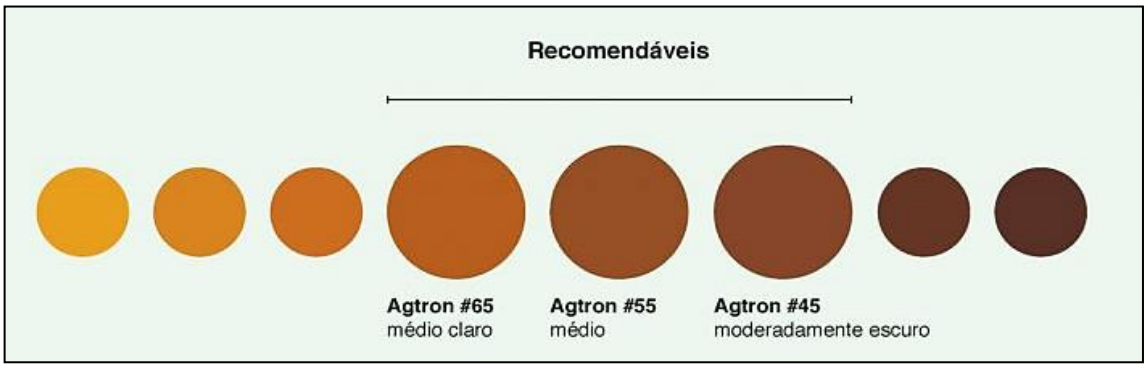


Figura 6. Classificação dos graus de torrefação segundo o sistema Agtron. Fonte: adaptada por ABIC (2021).

O café submetido à torrefação mais clara possui acidez acentuada, aroma mais suave, corpo e doçura moderados. Quando submetido à torrefação média, os grãos apresentam acidez equilibrada e o aroma lembra nozes, chocolate, caramelo. O corpo e a doçura são bem pronunciados. No ponto de a torrefação escuro, ou torra escura, a acidez e o corpo são reduzidos, o aroma é acentuado, porém, desagradável, lembrando óleo queimado, e a doçura é substituída por um amargor intenso (SCAA, 2004). A torra escura é observada na maioria dos cafés tradicionais ou extra fortes comercializados no Brasil, sendo esta técnica utilizada pelas indústrias para mascarar defeitos e impurezas presentes no café de baixa qualidade (MOURA et al., 2007; DA ROSA et al., 2016).

2.1.4 *Métodos de preparo da bebida de café*

A bebida do café, pode ser extraída das sementes por diversos métodos, escolhidos pelo consumidor por influência do estilo de vida, dependendo do contexto geográfico, cultural e social, além de preferências pessoais (ILLY e VIANI, 2005). Mais recentemente, as escolhas dos consumidores também foram afetadas por informações sobre a composição química da bebida e o possível impacto de componentes específicos sobre a saúde e bem-estar, além das experiências emocionais na percepção do produto (GLOESS et al., 2013; SAMOGGIA e RIEDEL, 2018, 2019).

Durante a extração, o café moído absorve a água, e ocasiona o processo de transferência de massa dos sólidos solúveis do café moído para a água quente e/ou fria, seguida de separação do extrato resultante. Diversas variáveis podem modificar a qualidade do café na xícara, incluindo a quantidade de pó em relação à quantidade de água e o tempo de contato entre água e o pó, temperatura e pressão da água e tipo de filtro (LINGLE e MENON, 2017; ANGELONI et al., 2019). Por suas características únicas, a qualidade da bebida é relacionada a atributos relevantes como cor, aroma, sabor, e corpo, sendo a experiência global de uma bebida preparada na ocasião do consumo o resultado perceptível de uma longa cadeia de transformações (PETRACCO, 2001; YERETZIAN et al., 2002).

De acordo com a metodologia usada, as técnicas de extração de café podem ser classificadas de muitas maneiras, mas alguns tipos de métodos podem ser distinguidos.

Nos métodos de percolação, a água quente passa pelo pó em movimentos circulares para extrair a bebida. A percolação pode ocorrer à pressão atmosférica ou sob aumento de pressão como no caso dos métodos espresso e a cafeteira moka. Este método pode utilizar filtros de

diferentes materiais, ou apenas uma peneira de metal; no método de infusão a água quente é adicionada sobre o pó, permanecendo em contato com um determinado tempo, a fim de permitir a extração, como no preparo de chá. Pode ser acompanhado de pressão sobre o pó para aumento da extração como no caso da prensa francesa. Frequentemente, os métodos que utilizam percolação permitem um tempo de infusão da bebida, aumentando, assim, o tempo de contato entre o pó e a água. Nos métodos de decocção, a água e o pó são aquecidos simultaneamente até a fervura. Em algumas variações do método à fervura permanece por alguns minutos e em outras, cessa logo após seu início. (FARAH, 2012).

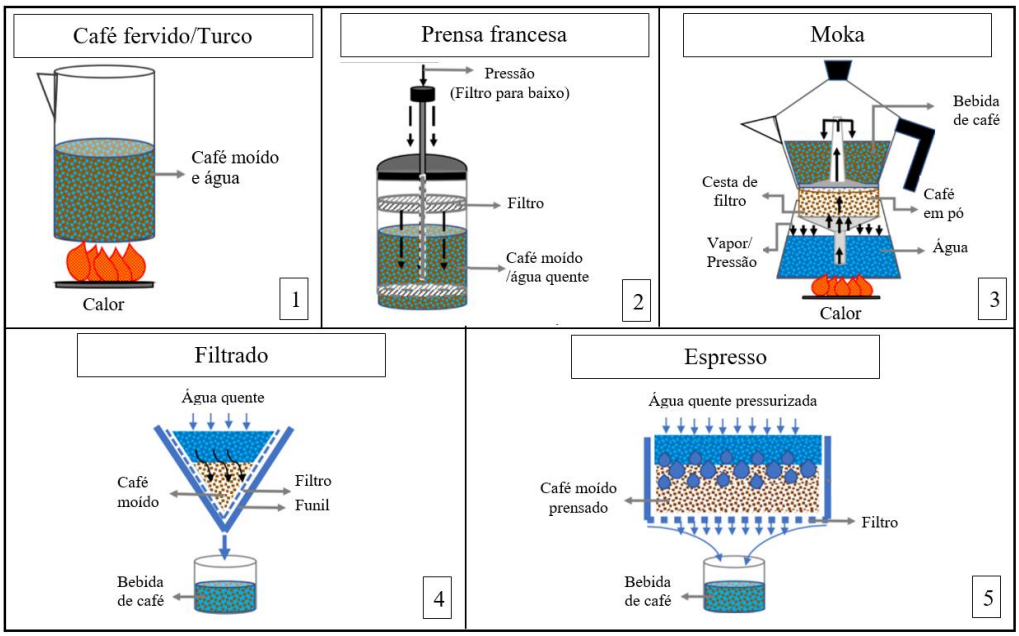


Figura 7. Métodos de preparo de café. (1) Decocção; (2) Prensa francesa; (3) Moka; (4) Filtrado; (5) Espresso. Fonte: Cordoba et al (2020), adaptada pela autora.

Diariamente, novos métodos de extração de café são desenvolvidos, sendo a maioria variações dos métodos já existentes. Mas, pequenas variações de técnica podem fazer diferença no resultado da bebida final, transformando-se em tendência nos dias de hoje. Novos dispositivos de fabricação, inovações tecnológicas e uma atenção maior ao plantio e beneficiamento de café, estão levando o consumo de cafés especiais a outro patamar, possibilitando um acesso maior ao consumidor final.

2.2 *FRUTAS CÍTRICAS*

2.2.1 *Morfologia e classificação das frutas cítricas*

De maneira geral, as frutas cítricas são caracterizadas por frutos com forma arredondada, moderadamente achatada, alta suculência, de poucas sementes, ricas em glândulas ou vesículas de óleos essenciais. A casca (mesocarpo/albedo e epicarpo/flavedo), compõe aproximadamente 10% do peso total das frutas. O albedo, que é a parte branca esponjosa, corresponde, em média, a 17%, o endocarpo (polpa) representa cerca de 71% e, quando presentes, as sementes correspondem aproximadamente a 2% do peso total (Figura 8) (SHARMA, MAHATO e LEE, 2019). A proporção desses constituintes varia entre as espécies e cultivares cítricas.

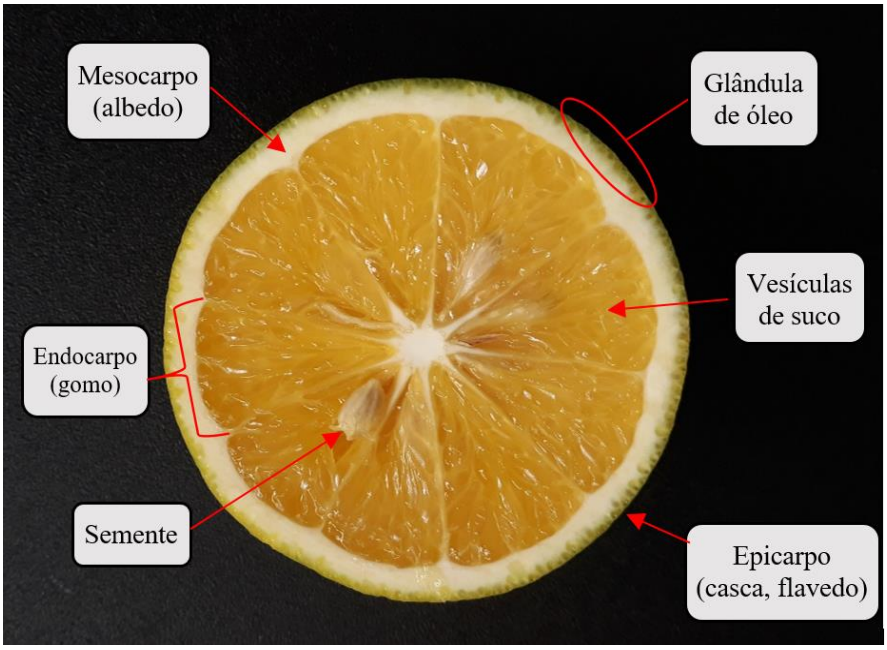


Figura 8. Morfologia das frutas cítricas. Fonte: Sharma, Mahato e Lee (2019), adaptada pela autora.

Apesar do gênero *Citrus* ter grande importância comercial, segundo (FEDERICI et al., 1998; CORAZZA-NUNES *et al*., 2005), há muita controvérsia sobre os limites da família, subfamílias e espécies, em decorrência dos diferentes julgamentos de nomenclaturas, o que é agravado quando nomes populares são considerados (MIRANDA, 2013).

Considerando as variedades de frutas cítricas mais cultivadas no Brasil, o gênero *Citrus* é dividido em várias espécies como: laranjas doces (*C. sinensis* [L.] Osbeck), laranja azeda (*C. aurantum* [L.]), limão siciliano (*C. limon* [L.]), lima ácida comumente conhecida como limão Tahiti (*C. latifólia Tanaka)*, lima da Pérsia (*C. limettioides* [L.]), tangerina ponkan (*C. reticulata Blanco* [L.]), tangerina murcote (*C. deliciosa* [L.]) (FEDERICI et al., 1998; JIANG e SONG, 2010); entre outras, além dos híbridos e outras frutas que possuem características

similares, mas não pertencem ao gênero *Citros*, como a *Fortunella japônica* e a *Fortunella margarita*, conhecidas como laranja kinkan no Brasil, ou, internacionalmente, kumquat.

De acordo com Bitters (1961), as laranjas podem ser divididas pela coloração das polpas, em brancas/claras e as sanguíneas. As claras são caracterizadas por diferentes intensidades da cor laranja na polpa e no suco, devido a diferentes concentrações de pigmentos carotenoides (GAMA e SYLOS, 2005). Este grupo inclui grande parte das laranjas comercializadas no mundo, incluindo as variedades de mesa como a laranja Baia, variedades usadas para a extração de suco como a laranja Valência, Pêra, Natal, entre outras e laranjas sem acidez, como a laranja Lima.

As laranjas sanguíneas são produzidas, principalmente, em países e áreas de onde se originaram, como a Itália. Elas têm um nicho de mercado muito limitado, mas estão sendo divulgadas em outros mercados por seu alto teor de antocianinas e propriedades antioxidantes, que atribuem à polpa e ao suco coloração vermelho intenso (KELEBEK, CANBAS e SELLI, 2008; EL-OTMANI, AIT-OUBAHOU e ZACARÍAS, 2011). As cultivares mais utilizadas e conhecidas são a Tarroco, Moro, Sanguineo doppio, Sanguinella, dentre outras, mais cultivadas nas regiões do Mediterrâneo e na Índia, onde possuem grande aceitação comercial (KELEBEK, CANBAS e SELLI, 2008). Atualmente, foi descrito outro grupo de laranjas, denominadas laranjas de polpa vermelha ou falsas-sanguíneas que apresentam a coloração vermelha na polpa, mas não possuem antocianinas e diferem das laranjas de polpa clara por apresentarem maiores concentrações de alguns carotenoides, principalmente o β-caroteno e o licopeno (LIU et al., 2007; LATADO et al., 2008). No Brasil, segundo o Banco Ativo de Germoplasma (BAG-Citros) do Centro APTA Citros 'Sylvio Moreira'/IAC (CCSM/IAC) são encontradas algumas variedades de falsas-sanguíneas como Sanguínea de Mombuca, Baía Cara-Cara e Valência Puka (ALQUÉZAR, 2007; HENRIQUE, 2017).

As tangerinas constituem o segundo grupo de cítricos de maior produção no mundo. Pertencem à família *Rutaceae*, seu fruto é ligeiramente achatado, possui casca fina, de coloração laranja avermelhada, que se solta com facilidade da polpa. A fruta é cultivada nas regiões subtropicais, especialmente no sul da Europa e no sul dos Estados Unidos. No Brasil, as variedades ponkan e murcote são as mais cultivadas, sendo que a murcote apresentou aumento do plantio nos últimos anos, devido ao bom rendimento na produção de suco (aproximadamente 50% da massa do fruto) e por possuir características sensoriais importantes, como a cor da polpa e alto teor de açúcares (FIGUEIREDO et al., 2006). O óleo extraído da casca perfumada da tangerina é um ingrediente muito utilizado na indústria, por seu aroma característico e diferenciado.

O limão (*Citrus lemon*), comercialmente conhecido como limão siciliano, pertencente à família *Rutaceae*, possui coloração verde quando imaturo e, gradualmente, vai ganhando a colocarão amarela, devido à sua maturidade. Possui formato oval com um pequeno mamilo e a casca é bastante espessa. Sua polpa, delicadamente ácida, é usada numa ampla variedade de preparos na gastronomia.

Entre os subprodutos importantes dos limões estão o ácido cítrico, o citrato de limão, o óleo e a pectina. A produção de óleo, usado em perfumes, sabonetes e extratos aromatizantes, é um setor da indústria citrícola importante na Sicília. O ácido cítrico é usado, principalmente, na fabricação de bebidas. A parte branca interna chamada de mesocarpo ou albedo é esponjosa (Figura 8) é quase sem gosto e possui grande quantidade de pectina. É também material importante para fazer geleias de frutas (SABANCI, ÇEVIK, e GÖKSU, 2021). Seu fruto, como um todo, é fonte de nutrientes naturais como vitaminas, compostos fenólicos, fibra dietética e óleos essenciais, tendo sua ação antioxidante associada ao conteúdo de vitamina C, mas foi recentemente demonstrado que os flavonóides podem igualmente desempenhar um importante papel em relação à atividade antioxidante, anti-inflamatória, antiviral e antimicrobiana (GONZÁLEZ-MOLINA, MORENO e GARCÍA-VIGUERA, 2008).

A lima ácida (*Citrus latifólia*), conhecida como limão Tahiti, é um híbrido da lima da Pérsia com o limão cravo (*Citrus limonia*) (CASSINI, 2015), sendo muito produzido e utilizado no Brasil e exportado, principalmente para a Europa. O suco extraído é rico em vitamina C e usado em vários produtos de panificação e confeitaria e em preparações como geleias, picles. Pode ser usado para amaciar carnes e seu sabor combina muito bem com peixes e frutos do mar. Na indústria, o óleo presente nas cascas é amplamente utilizado em perfumes, cosméticos e aromaterapia, por ser rico em compostos voláteis antioxidantes. Por isso, e pelos ácidos presentes na sua composição, é um dos produtos vegetais mais utilizados na indústria da beleza. A lima da Pérsia (*C. limettioides*) é uma das espécies amplamente cultivadas em países tropicais. Seu sabor adocicado difere dos limões comuns, altamente ácidos e azedos (TANAKA, 1959). Os frutos são ovoides, com base arredondada e com um pequeno bico no ápice; as cascas são lisas ou ligeiramente rugosas, bem aromáticas, com coloração esverdeada para amarelo suave. Os frutos, quando maduros, apresentam polpa de cor amarelo pálido, geralmente com 10 segmentos, macios, suculentos, sem acidez e levemente amargos (MORTON e DOWLING, 1987; VASUDEVA e SHARMA, 2012). Na Índia, é consumida *in natura*, cozida ou em conserva, sendo utilizada na medicina popular para reduzir a pressão arterial. No Brasil, é indicada para tratar problemas respiratórios e sinusite, além de possuir boa atividade antimicrobiana (VASUDEVA e SHARMA, 2012).

A laranja Kinkan (gênero *Fortunella*), pertence à família *Rutaceae*, nativa da Ásia Oriental, sendo caracterizada por suas pequenas árvores (cerca de 2,4 a 3,6 metros de altura) e até mesmo para fins ornamentais, como os bonsais. A fruta laranja-amarelada é arredondada ou oval, dependendo da espécie, com cerca de 3,0 cm de diâmetro. Possui polpa levemente ácida e suculenta. Pode ser consumido *in natura*, especialmente a kinkan doce, devido à sua casca ser doce e totalmente comestível, ou transformados em geleias e compotas, (SCHIRRA et al., 2008). É comumente utilizada na medicina tradicional chinesa, por suas propriedades benéficas.

2.2.2 *Composição química das frutas cítricas*

Os cítricos se destacam por constituírem excelentes fontes de vitaminas, minerais e fibras alimentares que são essenciais para o desenvolvimento e bem-estar nutricional da população. São fontes de compostos naturais com propriedades antioxidantes, como, por exemplo, carotenoides, ácido ascórbico, fenóis e polifenóis, que protegem o organismo contra o aparecimento de doenças degenerativas (GORINSTEIN et al., 2001). Vários estudos *in vitro* e *in vivo* indicaram que os frutos cítricos são úteis contra doenças crônicas, como cânceres e doenças cardiovasculares, devido à presença de grande quantidade de vitamina C e compostos bioativos com potencial antioxidante (CHUTIA et al., 2009). Entre as vitaminas a C, ou ácido ascórbico, é predominante, sendo encontrada em valores de 50 a 100 mg /100 g. Destacam-se ainda a vitamina A e vitaminas do complexo B, além de sais minerais, principalmente cálcio, potássio, sódio, fósforo e ferro (ANDRADE et al., 2002).

Os resíduos e subprodutos cítricos também possuem grande valor agregado. Os principais componentes utilizados na indústria são óleos essenciais reconhecidos por suas propriedades medicinais e aromatizantes, principalmente d-limoneno. Além disso, diversos outros componentes benéficos à saúde são encontrados nos subprodutos de frutas cítricas como flavonoides (hesperidina, naringenina, neo-hesperidina, rutina, entre outros), carotenoides (luteína, β-caroteno, licopeno, zeaxantina), limonoides (limonina, normilina, ácido imonoico), fenólicos (cumarina, vários ácidos fenólicos como gálico, *p*-cumárico, cafeico, floroglucinol), ácidos orgânicos (ácido cítrico, ácido maleico, ácido succínico), vitaminas (ácido ascórbico, niacina, riboflavina), carboidratos, pectinas e enzimas como a pectinesterase, fosfatase, peroxidase (SHARMA et al., 2017).

Ao contrário dos frutos de outras espécies de cítricos, a laranja kinkan é geralmente consumida juntamente com a casca rica em flavonoides e óleos essenciais ricos em monoterpenoides voláteis e sesquiterpenoides, que comprovadamente são coadjuvantes na

promoção da saúde (PENG et al., 2013; GÜNEY, OZ e KAFKAS, 2015; LOU et al., 2016), por seu sabor adocicado, o que aumenta a ingestão de compostos benéficos à saúde (LIU et al., 2019). O teor e composição do óleo essencial da casca são fatores importantes que afetam o sabor, textura e odor da fruta.

2.2.2.1 *Compostos fenólicos em frutas cítricas*

As frutas cítricas estão entre as principais fontes de compostos bioativos como os fenólicos, vitaminas, carotenoides e minerais, sendo reconhecidas como fontes de fibras alimentares solúveis e insolúveis, que desempenham um papel importante na alimentação (SCHIASSI et al., 2018). Nos últimos anos, foi observado um aumento nos estudos com frutas, bem como o desenvolvimento de novos produtos alimentícios com base em seu consumo. Porém, informações sobre as características químicas e o valor nutricional das frutas brasileiras ainda precisam ser melhor exploradas (SCHIASSI et al., 2018).

Há um interesse crescente na descoberta e identificação de compostos fenólicos que ocorrem naturalmente em frutas, com o objetivo de encontrar novas e promissoras fontes de antioxidantes para a saúde humana (LIU e ZHANG, 2018), já que o consumo desses antioxidantes está relacionado com a redução de doenças degenerativas (FANG et al., 2018). Segundo Habibi e Ramezanian (2017), o alto consumo de frutas é associado a uma menor incidência de doenças como câncer, disfunções cardiovasculares, inflamação, aterosclerose e declínio do sistema imunológico, desempenhando papel importante na atividade antiviral e na prevenção de processos neurodegenerativos. Cabe ressaltar que os compostos fenólicos em frutas são naturais e, portanto, mais aceitáveis para os consumidores do que os antioxidantes sintéticos (VERRUCK, PRUDENCIO e SILVEIRA, 2019), além de que, o valor nutritivo dos produtos alimentares e bebidas pode ser melhorado pela adição de compostos fenólicos como aditivo (AL-QASSABI e WELI; HOSSAIN, 2018).

Como outros compostos fenólicos, os flavonóides, em especial as flavonas e as flavanonas, presentes na casca, polpa e semente de frutas cítricas têm recebido também um grande enfoque devido a propriedades biológicas tais como, anti-inflamatórias, cardioprotetora, na prevenção de doenças degenerativas em geral, quimioprotetora e anticarcinogênicas, propriedades típicas de compostos fenólicos (SATARI e KARIMI, 2018; NOGATA et al., 2006; ZEMA et al., 2018). Por isso, são muito utilizados pela indústria farmacêutica na formulação de medicamentos para tratamentos de diversos tipos de doenças.

Outros efeitos positivos dos flavonoides foram relatados no tratamento da obesidade, induzindo a lipólise e reduzindo o acúmulo de lipídios no soro e nos tecidos, melhorando a pressão arterial e promovendo resposta anti-inflamatória (KANG et al., 2012; KIM et al., 2012; YOSHIDA et al., 2010, 2013), em ensaios *in vitro* (ALAM, KAUTER e BROWN, 2013) e clínicos (DALLAS et al., 2008, 2014).

A hesperidina é o flavonoide predominante na casca da tangerina, seguida de tangeretina e nobiletina. Tem sido relatado que esses compostos possuem, individualmente, atividade inibitória leve contra a neuroinflamação, mas seu efeito conjunto é significativo (HO e KUO, 2014). Algumas flavanonas glicosiladas podem ser facilmente convertidas nas di-hidrochalconas correspondentes, que são adoçantes naturais potentes (BÖR *et al.*, 1990; BARROS, FERREIRA e GENOVESE, 2012). Este fato pode estar relacionado com o sabor adocicado das cascas da kinkan. Destaca-se, ainda, que a casca de cítricos apresenta maior teor de polifenóis e atividade antioxidante em comparação à polpa, indicando que os resíduos cítricos são uma fonte promissora de compostos bioativos (BARROS, FERREIRA e GENOVESE, 2012).

2.2.2.2 *Compostos voláteis em frutas cítricas*

Os compostos voláteis que caracterizam o aroma e o sabor da fruta são produzidos através de muitas vias metabólicas durante o amadurecimento e armazenamento dos frutos, após a colheita, e dependem de muitos fatores relacionados à espécie, variedade, clima, produção, maturidade e manejo. Para a maioria das frutas, a produção de compostos voláteis está intimamente relacionada ao amadurecimento dos frutos.

Os terpenos são os principais componentes dos óleos essenciais encontrados nas cascas de diversas espécies de frutas cítricas. Existem dois tipos principais de terpenos que podem contribuir significativamente para o aroma e sabor dos citricos (1) monoterpenos e sesquiterpenos e (2) terpenos irregulares produzidos principalmente por vias catabólicas e/ou auto-oxidação (ROUSEFF e PEREZ-CACHO, 2007). Os monoterpenos e sesquiterpenos são principalmente produtos da oxidação de carotenóides (JIANG e SONG, 2010; AL-QASSABI, WELI e HOSSAIN, 2018). Alguns compostos como o linalol, α-terpineol, geraniol, trans-2-hexenal e citral possuem potente atividade antimicrobiana, mas, em alguns estágios de maturação dos frutos, são quase indetectáveis (FISHER e PHILLIPS, 2008). Liu et al., (2019), analisaram a composição volátil do óleo essencial de cascas de kinkan durante o amadurecimento dos frutos. Foram avaliados cinco estágios de desenvolvimento e identificados

89 compostos voláteis, sendo 87 a 93% classificados como terpenos. O limoneno foi o componente mais abundante nos óleos essenciais, com uma proporção estável de cerca de 70% em qualquer fase do desenvolvimento dos frutos. Segundo Palazzolo, Laudicina e Germanà (2013) o teor de limoneno pode variar de 32 a 98% em frutas cítricas, como em laranjas (68 a 98%), limões (45 a 76%) e tangerinas (32 a 45%). Esse composto é utilizado como matéria-prima na síntese de diversos produtos químicos (SILVA-SANTOS et al., 2004) e na agricultura, como repelente ao ácaro rajado *Tetranychusurticae Koch* (ROUSEFF e PEREZ-CACHO, 2007).

Os compostos voláteis mono e sesquiterpenos, são os substratos mais importantes na formação dos diferentes perfis de sabor dos cítricos. Além disso, existem cerca de 90% de hidrocarbonetos monoterpênicos, compostos principalmente de limoneno (70%), com menores quantidades de γ-terpineno, β-pineno, sabineno, α-pineno e mirceno (AL-QASSABI e WELI; HOSSAIN, 2018). Alguns compostos terpênicos, mesmo em níveis muito baixos, podem afetar significativamente as características aromáticas e o sabor da fruta (LIU et al., 2019). Eles também desempenham papel importante nas interações entre as plantas e os animais, como atrativos e/ou repelentes (DUDAREVA et al., 2006; GOFF, 2006).

2.2.3 *Consumo e importância econômica das cascas de cítricos*

A produção de frutas cítricas está presente em mais de 50 países e é a maior entre as frutas produzidas no mundo. Sua contribuição para a economia é grande (estimada em mais de 10 bilhões de dólares anualmente), fornecendo empregos para milhões de pessoas nas operações de colheita, manuseio, transporte, armazenamento e comercialização. O Brasil é o maior produtor de laranja, seguido da China, União Europeia, Estados Unidos e México (Figura 9). Segundo o Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA), a produção no Brasil deve aumentar cerca de 26% na safra de 2019/2020, projetada em 494 milhões de caixas, se mantendo como líder disparado na produção mundial de suco de laranja, representando cerca de 81,5% do mercado (USDA, 2020).

Como já exposto anteriormente, além da laranja, outras frutas cítricas possuem papel importante na economia brasileira, como a tangerina (MIRAN et al., 2016), a lima ácida Tahiti e o limão Siciliano. Sendo assim, o Brasil também se destaca como um dos principais produtores de limão no mundo e é o maior exportador de lima ácida Tahiti, tendo ampliado em 12% a oferta do produto nos últimos cinco anos (entre 2011 e 2016), conforme dados do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatísticas - IBGE, devendo aumentar ainda mais sua

participação no mercado mundial com a intensificação do plantio nos últimos anos (SHARMA et al., 2017; KIST et al., 2018).

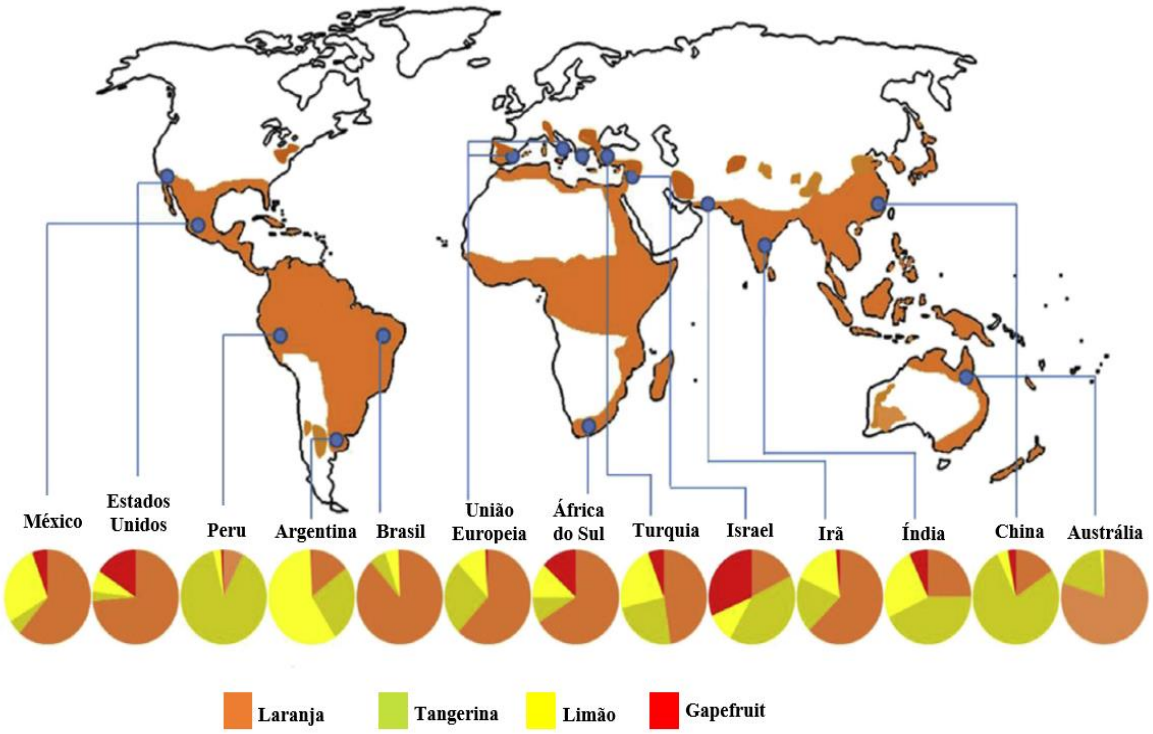


Figura 9. Distribuição geográfica dos maiores produtores mundiais de cítricos durante os anos de 2007-2016. Fonte: Sharma et al (2017), adaptada pela autora.

Como resultado do consumo de frutas cítricas em larga escala, uma grande quantidade de cascas e tecidos internos, que juntos chegam a quase 50% da massa original dos frutos, é gerada anualmente. Estes resíduos da indústria de sucos ou do consumo nos lares são frequentemente descartados, mesmo possuindo grande valor agregado. Somente uma pequena fração é destinada a reutilização nas indústrias (Figura 10). As estratégias tradicionais de descarte, como por exemplo, incineração e aterros, são hoje insuficientes e problemáticas em termos de impactos ambientais (SATARI e KARIMI, 2018). O descarte irregular pode causar diversos malefícios ao solo, devido à toxicidade dos óleos essenciais à sua microbiota e a fermentação dos resíduos orgânicos, afetando diretamente os lençóis freáticos e podendo causar doenças à população (ZEMA et al., 2018). Considerando a posição do Brasil como um dos maiores produtores de espécies frutíferas, torna-se evidente a necessidade de explorar este material de forma mais efetiva.

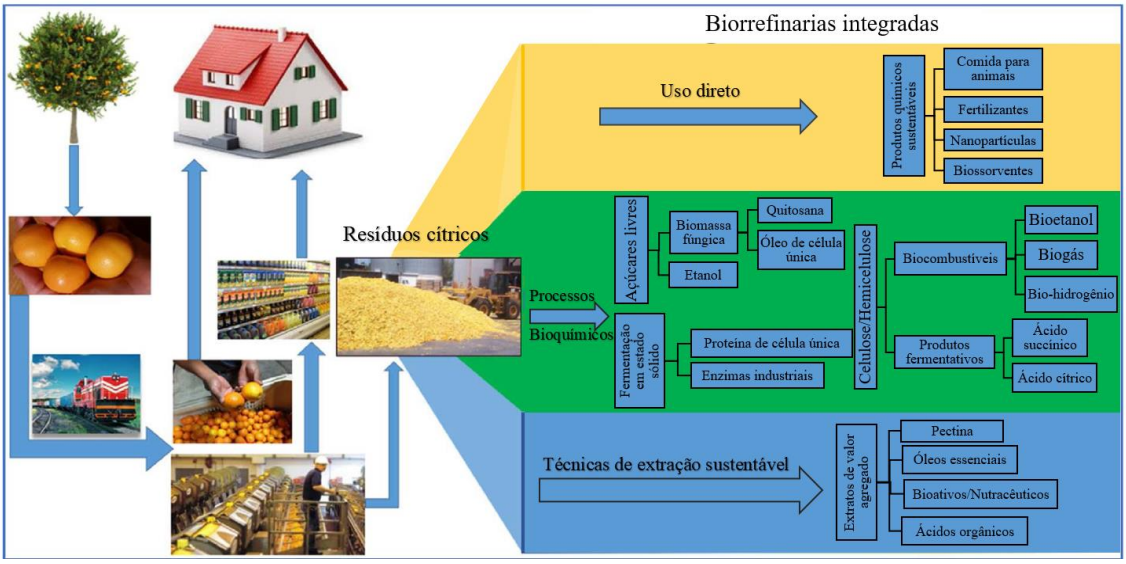


Figura 10. Cadeia produtiva de cítricos e valorização de resíduos. Fonte: Satari e Karimi (2018), adaptada pela autora.

Além da destinação às indústrias, o uso das cascas desidratadas pode diversificar a alimentação humana, contribuindo para um aumento de nutrientes benéficos à saúde. Contudo, mesmo que seus benefícios sejam reconhecidos pela comunidade científica, muitos resultados ficam restritos apenas às pesquisas, tendo seu consumo limitado ao curto tempo de vida útil no pós-colheita, caso não sejam processadas de maneira adequada (FRANZON et al., 2009; ROSOLEN et al., 2018).

Inúmeros benefícios podem ser obtidos com o aproveitamento integral dos frutos, como a utilização de talos cascas e sementes, havendo, principalmente, redução do desperdício de nutrientes e criação de novas texturas, aromas e sabores sobre a forma de alimentos processados como sucos, geleias, doces e farinha para biscoitos, pães e massas em geral. Além disso, podem contribuir para um melhoramento no sabor de alguns alimentos processados e até mesmo mascarar notas negativas de sabores pouco aceitos pelos consumidores.

Novos produtos obtidos a partir de subprodutos que antes eram descartados e atualmente estão sendo reaproveitados, podem ter boa aceitação ao substituírem ingredientes pobres em nutrientes, possibilitando produtos de alto valor nutricional, com características desejáveis (BARBOSA et al., 2011). De acordo com Mauro, Silva e Freitas (2010), farinhas de resíduos de frutas podem ser utilizadas para a obtenção de pães, biscoitos e massas, entre outros produtos com boa aceitação no mercado. Além disso, a saborização de bebidas fermentadas como kombucha, chás e até mesmo o café pode ser uma alternativa promissora para a utilização desses subprodutos da indústria e a utilização da análise sensorial se torna imprescindível para a caracterização e qualidade dos alimentos.

2.3 *ANÁLISE SENSORIAL*

Atualmente, a indústria de alimentos e bebidas utiliza a análise sensorial como um procedimento importante no desenvolvimento de novos produtos. Este recurso envolve um conjunto de diversas técnicas elaboradas com o intuito de avaliar um produto quanto à sua qualidade sensorial, em várias etapas do seu processo de fabricação, o que possibilita maiores acertos no processo de tomada de decisão no lançamento de um novo produto. É uma ciência objetiva que permite estudar as percepções, sensações e reações do consumidor sobre as características dos produtos, incluindo a sua aceitação ou rejeição (DELLA LUCIA, MINIM e CARNEIRO, 2013).

As técnicas de análise sensorial têm grande aplicação no processo de aperfeiçoamento da qualidade e da determinação da aceitabilidade do produto pelo consumidor (TEIXEIRA, MEINERT e BARBETTA, 1987; CHAVES e SPROESSER, 1993). Segundo Kotler e Keller (2007), considerando que o propósito do marketing é atender e satisfazer às necessidades e aos desejos dos consumidores, torna-se fundamental conhecer o seu comportamento de compra.

O café apresenta camadas de complexidade com aromas, sabores e texturas que se manifestam de óbvio a pouco detectável, tanto agradável quanto desagradável. A preparação do café envolve dezenas de escolhas para as muitas variáveis que influenciam o gosto e a essência da bebida final. Portanto, a análise sensorial se torna de grande importância (Revi, 2019). O método de avaliação profissionalmente de cafés especiais é conhecido como cupping ou prova de xícara, e foi um método criado pelo SCA, para padronização deste teste sensorial.

2.3.1 *Análise de Cupping*

As etapas da avaliação da qualidade do café são cuidadosamente padronizadas, com critérios rigorosos de responsabilidade social e sustentabilidade ecológica, devido às exigências do mercado interno e externo, que se preocupa cada vez mais com a saúde da população e as questões ambientais e sociais, agregando valor ao produto (BORÉM et al., 2008). Através do Protocolo de Avaliação Sensorial de Cafés Especiais da SCAA (2015), a análise de *Cupping*, também conhecida como “prova de xícara” tem se mostrado eficiente na classificação do café e na descrição da qualidade sensorial da bebida.

Os cafés são classificados com base na nota final atribuída pela análise sensorial. A obtenção de pontuação igual ou superior a 80 pontos, numa escala de 100 pontos, os classifica como cafés especiais, como apresentado na **Tabela 2**.

Tabela 2. Classificação de cafés a partir da pontuação final, referente à análise sensorial, segundo a SCAA

Pontuação total	Descrição	Classificação
90 – 100	Excepcional	Café especial (raro)
85 – 89,99	Excelente	Café especial (origem)
80 – 84,99	Muito bom	Café especial
< 80	Bom	Café não especial

Fonte: SCAA (2015), adaptado pela autora.

A pontuação é resultante do somatório de dez atributos sensoriais, incluindo fragrância/aroma, sabor, finalização, acidez, corpo, uniformidade, equilíbrio, ausência de defeitos, doçura, e avaliação global (SCAA, 2015). Esses indicadores são avaliados em uma escala de 6 a 10 pontos com intervalos de 0.25, tendo como pontuação final a soma de todos os atributos (Figura 11).

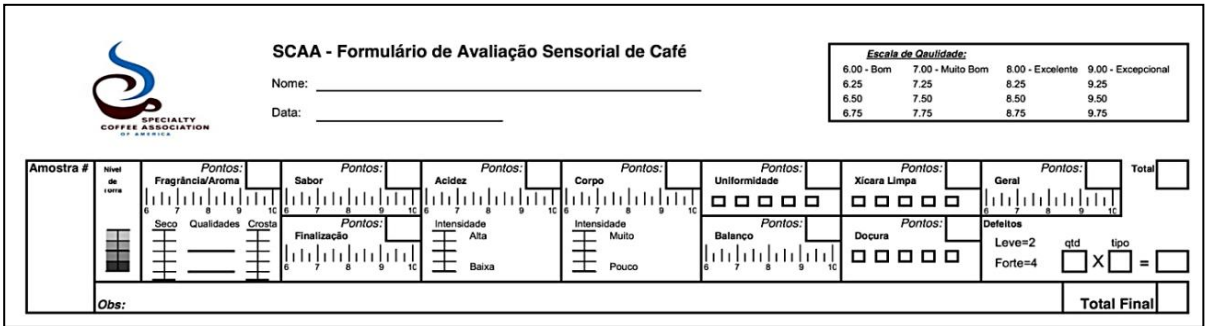


Figura 11. Formulário de avaliação sensorial de café. Fonte: SCAA (2015).

A linguagem da análise sensorial é complexa, sendo a melhor maneira de desenvolver conexões entre a linguagem do sabor e seu significado é preparar painéis de profissionais em degustação de cafés. Os seguintes critérios são comumente usados na avaliação do café e, portanto, no formulário SCAA (LINGLE, 2011).

Fragrância e aroma: a fragrância é a percepção olfativa causada pelos gases liberados quando o café está torrado e moído, conforme os compostos aromáticos são inalados pelo nariz. Também são identificadas a intensidade, quando fraca, a percepção dos gases liberados lembra a café velho, perda de frescor e quando forte, lembra a café fresco, intenso, o que é desejável.

Sabor: Sensação causada pelos compostos químicos da bebida quando introduzida na boca. A combinação de impressões de gosto e cheiro faz o sabor. Os cinco sabores básicos, geralmente usados para avaliar cafés especiais são: doce, azedo, salgado, amargo e umami. Há

uma infinidade de cheiros. O sabor representa os principais atributos e a complexidade do caráter de um café, quando é fortemente sugado.

Finalização: depois de todo o café sair da boca, o acabamento que permanece na língua e às vezes até na cavidade nasal é referido como sabor residual.

Acidez: a sensação e o sabor de um limão ou vinagre é um exemplo de acidez, que também tem intensidade. Sua percepção é causada por substâncias como ácido clorogênico, cítrico, málico e tartárico que produzem gosto ácido. É referido como brilhante quando é agradável e considerado azedo quando é mais intenso ou desagradável.

Corpo: o peso e sensação do café na boca é o corpo, ou paladar. Um exemplo comum de corpo seria a comparação de leite desnatado, semidesnatado e integral. A intensidade do corpo também é avaliada, podendo-se considerar fraca quando a bebida está rala, aguada, faltando consistência e forte quando é concentrada, viscosa.

Uniformidade: Retrata a igualdade entre as xícaras do lote, em todos os atributos avaliados. A cada uma das cinco xícaras que esteja desuniforme no sabor, finalização, acidez, corpo, defeitos, e/ou diferença de doçura, dois pontos são penalizados.

Equilíbrio: a maneira como todos os aspectos do café se combinam. Por exemplo: se um café não tem acidez suficiente ele receberia um escore menor na avaliação.

Defeitos na xícara: Defeitos percebidos na degustação da bebida do café produzida por impurezas e grãos defeituosos de café. Quando não há defeitos a bebida é suave, delicada, com aroma e sabor característicos de café. Quando possui defeitos, seu odor e sabor são intensos, com características de terra, mofo, rançoso, tabaco, queimado, borracha, madeira, azedo, fermentado, de mato conferido pelos diferentes grãos defeituosos como ardido, preto, verde e impurezas como terra, areia, paus e cascas (Figura 12).

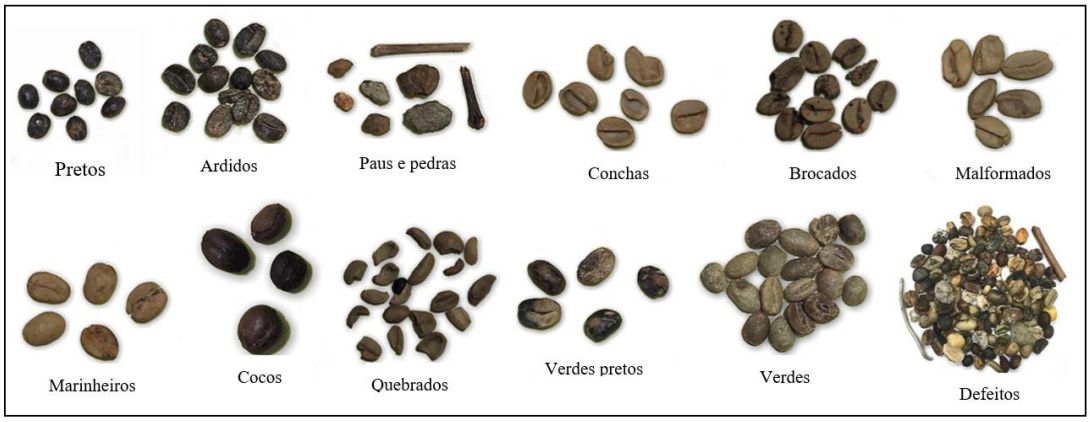


Figura 12. Possíveis defeitos encontrados em cafés. Fonte: COFFEE RESEARCH ORGANIZATION (2006), adaptada pela autora.

Doçura: a detecção de açúcares no café é doçura.

Qualidade global: é a percepção conjunta dos aromas da bebida e do seu grau de intensidade, sendo que quanto mais aromático, melhor a qualidade do café. Também são percebidos os sabores característicos como o amargor típico, mas não resultante da torra excessiva, além da inexistência de grãos defeituosos e do equilíbrio e harmonia da bebida, tudo se traduzindo numa sensação agradável durante e após a degustação.

Alguns estudos têm sido realizados a fim de entender os fatores que mais contribuem para diferenciar a qualidade desses cafés, através da avaliação de atributos sensoriais pela percepção do consumidor e de avaliadores treinados, bem como a composição química e técnicas diferenciadas de produção e beneficiamento (FARAH et al., 2006; PICCINO et al., 2014; SUÁREZ-SALAZAR, BURGOS e DURAN-BAUTISTA, 2015; DULSAT-SERRA, QUINTANILLA-CASAS e VICHI, 2016; TOLEDO et al., 2016).

2.3.2 *Testes hedônicos*

Os métodos hedônicos são uma importante ferramenta, pois obtêm, diretamente, a opinião (preferência ou aceitação) do consumidor em relação às características específicas ou globais de um determinado produto. São recursos cujo objetivo é avaliar a preferência e/ou a aceitação de um produto junto ao mercado consumidor, para desenvolvimento de produtos e otimização da qualidade. É utilizada uma escala hedônica de 9 pontos, onde 1 corresponde a "Desgostei muitíssimo" e 9 a "Gostei muitíssimo". Esta é a mais tradicional, assumindo que a preferência do consumidor pode ser categorizada em respostas baseadas em "gostar" ou "desgostar" (STONE, BLEIBAUM e THOMAS, 2020). Estudos indicam que 9 categorias proporcionam boa discriminação e seus dados são estáveis em diferentes condições experimentais. Os espaços entre as categorias da escala são considerados constantes, o que confere propriedades de intervalo, além da associação de números que permite analisá-los através de métodos estatísticos paramétricos. Os testes são realizados com o público-alvo do produto e podem ser utilizados para eliminar os produtos de baixa qualidade, reduzindo o número de amostras que seriam encaminhadas para a pesquisa de mercado (DELLA LUCIA, MINIM e CARNEIRO, 2013).

A partir da comparação estatística das médias de aceitação de dois ou mais produtos pela análise de variância (ANOVA), pode-se identificar sua preferência, indicando diferenças entre as médias das amostras, seguida de teste de médias de *Tukey*, indicando quais pares de

médias se diferem (O'MAHONY e GOLDSTEIN, 1986; STONE, BLEIBAUM e THOMAS, 2020).

Há também escalas de 7 ou 5 pontos, porém o seu uso é mais limitado. Alguns estudos indicam que a escala hedônica não estruturada (intervalo) de 9 cm produz dados similares aos da escala estruturada de 9 pontos. Porém, dados de escalas de intervalo são considerados contínuos e, portanto, mais aderentes aos pressupostos de métodos estatísticos paramétricos como a ANOVA (STONE, BLEIBAUM e THOMAS, 2020).

A intenção de compra serve para avaliar a probabilidade do consumidor aderir ao produto, caso ele esteja disponível no mercado. Emprega-se uma escala estruturada de 5 pontos, sendo 1 correspondente a "Certamente não compraria e 5 a "Certamente compraria" (MEILGAARD, 1991).

A estrutura do local do teste impacta diretamente nos resultados do estudo afetivo, podendo ser aplicado em laboratório, em locais de grande fluxo de consumidores, chamados de testes de localização central, e em domicílios (MEILGAARD, CIVILLE e CARR, 2007).

2.3.3 *Check All That Apply (CATA)*

A metodologia *check-all-that-apply* (CATA) é a técnica que mais vem sendo utilizada para coletar informações sobre a percepção das características sensoriais de produtos pelos consumidores. O formato do questionário CATA permite aos consumidores escolher todos os atributos possíveis para descrever um produto a partir de uma lista apresentada. De acordo com (DOOLEY, LEE e MEULLENET, 2010), os termos podem ser gerados por uma equipe de avaliadores treinados, ou por um grupo de consumidores ao testar o produto (por exemplo, em um grupo focal). Além disso, os descritores não são limitados aos atributos sensoriais do produto, mas também podem estar relacionados ao uso do produto ou conceito em que se encaixam. Como as respostas CATA estão diretamente ligadas à percepção dos consumidores sobre as características do produto, essas respostas podem ser utilizadas como dados suplementares para maximizar sua aceitação.

O CATA é uma ferramenta amplamente utilizada para descrição de produtos, sendo uma técnica mais rápida e simples quando comparada à análise descritiva convencional, e importante para identificar características que valorizam ou penalizam a aceitação do produto (PARENTE, MANZONI e ARES, 2011; VALENTIN et al., 2012; VARELA e ARES, 2012). Uma lista de atributos é apresentada aos consumidores que indicam quais palavras ou frases descrevem apropriadamente a amostra avaliada. Uma vantagem deste método é que ele permite incluir

termos emocionais e hedônicos, intenção de compra, aplicação potencial, posicionamento do produto ou qualquer outro termo que possibilite o consumidor a fazer qualquer associação com a amostra, além dos atributos sensoriais (MEYNERS, CASTURA, 2016; DELIZA, 2019).

Estudos comprovam que as descrições sensoriais obtidas pela utilização do método CATA são altamente reprodutíveis (JAEGER et al., 2013; ARES et al., 2014). Esta metodologia já foi bastante explorada na avaliação de diversos produtos (biscoito, queijos, bebidas de frutas, suco em pó, sobremesa láctea, requeijão cremoso, carnes, chocolate) e costuma apresentar resultados compatíveis com estudos envolvendo a análise descritiva quantitativa e as novas técnicas de avaliação dos perfis sensoriais de alimentos pelo consumidor (*consumer profiling*) (ARES et al., 2015; ESMERINO et al., 2017).

Segundo Adams *et al*., (2007), o teste CATA permite que os consumidores forneçam informações sensoriais compartilhando a lista de termos sem que as respostas afetivas sejam afetadas. A execução da tarefa é relativamente simples e isso pode evitar que os consumidores sejam levados a pensar de forma analítica, alterando as avaliações hedônicas.

As propriedades sensoriais (aparência, aroma, sabor e textura) são os atributos de qualidade mais importantes que direcionam as escolhas dos consumidores para bebidas de café. No entanto, a relação do consumidor com a alimentação e seu estilo de vida, pode afetar a aceitação e a expectativa dos consumidores. Além disso, existem vários outros fatores como marca, preço, composição nutricional e informações, publicidade, conveniência, etc., que podem criar e afetar expectativas e decisões em relação à compra de café (DELIZA, 2019). A avaliação sensorial desempenha um papel essencial na avaliação da qualidade da bebida, e vários métodos podem ser usados dependendo do objetivo do projeto.

3. JUSTIFICATIVA

O café tem grande importância econômica e cultural para o país, que é responsável por mais de um terço da produção total mundial. Milhares de empregos são gerados em torno de seu cultivo e comercialização. Com a melhoria da qualidade dos grãos nos últimos anos, o consumidor tem estado cada vez mais curioso e exigente na busca de novos produtos. Mais recentemente, a potencial bioatividade dos grãos também tem sido valorizada.

O Brasil também é um dos maiores produtores e consumidores de frutas cítricas e de sucos no mundo e, por isso, uma enorme quantidade de subprodutos é gerada continuamente, não sendo totalmente aproveitada. Há um grande interesse pela reutilização das cascas dos cítricos por serem ricas em compostos bioativos e fibras alimentares. Sabe-se que os componentes desses subprodutos, em porções adequadas, podem trazer benefícios à saúde humana, atuando na prevenção de diversas patologias. Sua utilização integral, através do desenvolvimento de novos produtos, pode preencher um nicho de mercado crescente, mas que ainda precisa ser mais valorizado e explorado. A utilização de farinhas cítricas para saborização de cafés é uma das diversas possíveis aplicações na gastronomia, nutrição e até mesmo em nível industrial.

Por isso, devido à grande variedade de formas de apresentação do café, junto à grande variedade de cítricos, torna-se relevante a caracterização química e sensorial dessas matrizes, a fim de escolher harmonizações adequadas, que possam ser utilizadas para melhorar a qualidade do café, assim como diversificar a oferta dessas bebidas ao mercado consumidor.

4. OBJETIVOS

4.1 Objetivo Geral

- Produzir e avaliar química e sensorialmente *blends* de café em diferentes graus de torrefação saborizados com farinhas de cascas de cítricos produzidos no Brasil.

4.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos serão abordados em 5 capítulos apresentados a seguir:

CAPÍTULO I: ***Caracterização química não volátil de farinhas de casca de espécies e variedades cítricas cultivadas no Brasil***

- Avaliar a composição química e físico-química não volátil de farinhas da casca de frutas cítricas cultivadas no Brasil;
- Avaliar a viabilidade das farinhas formuladas em termos de segurança microbiológica

CAPÍTULO II: ***Perfil volátil (volatoloma) de farinhas da casca de frutas cítricas produzidas no Brasil***

- Identificar os principais compostos voláteis de farinhas de cascas de frutas cítricas cultivadas no Brasil;
- Avaliar e comparar os perfis volatolômicos das diferentes farinhas formuladas;

CAPÍTULO III: ***Caracterização química de um café arábica especial em diferentes graus de torrefação e suas respectivas bebidas***

- Caracterizar a composição volátil e não volátil de um café arábica especial torrado e moído, em diferentes graus de torrefação;
- Caracterizar a composição volátil e não volátil de bebidas preparadas pelo método filtrado a partir de café arábica especial, em diferentes graus de torrefação;

- Comparar os perfis voláteis e grau de extratabilidade dos compostos do pó para a bebida

CAPÍTULO IV: ***Impactos da saborização de cafés especiais com farinha da casca de cítricos sobre as características sensoriais e pontuação pelo método da SCA***

- Produzir *blends* de café arábica torrados e moídos adicionados de farinha da casca de cítricos cultivados e comercializados no Brasil;
- Submeter os *blends* formulados à avaliação sensorial por provadores profissionais, utilizando o método de *Cupping* da SCA, USA;
- Avaliar o efeito da adição dos cítricos sobre a qualidade global das bebidas formuladas, determinando as melhores combinações para saborizar os cafés nos diferentes graus de torrefação;

CAPÍTULO V: ***Uso de casca de cítricos para saborizar cafés especiais: perfil sensorial, aceitação e seleção das melhores combinações por consumidores do Rio de Janeiro***

- Produzir bebidas de café arábica saborizadas com farinha da casca de cítricos cultivados e comercializadas no Brasil;
- Avaliar o efeito da adição da farinha da casca de cítricos sobre o perfil sensorial e aceitação de consumidores de café da cidade do Rio de Janeiro;
- Selecionar as melhores combinações de *blends* com potencial comercial

5. FLUXOGRAMA

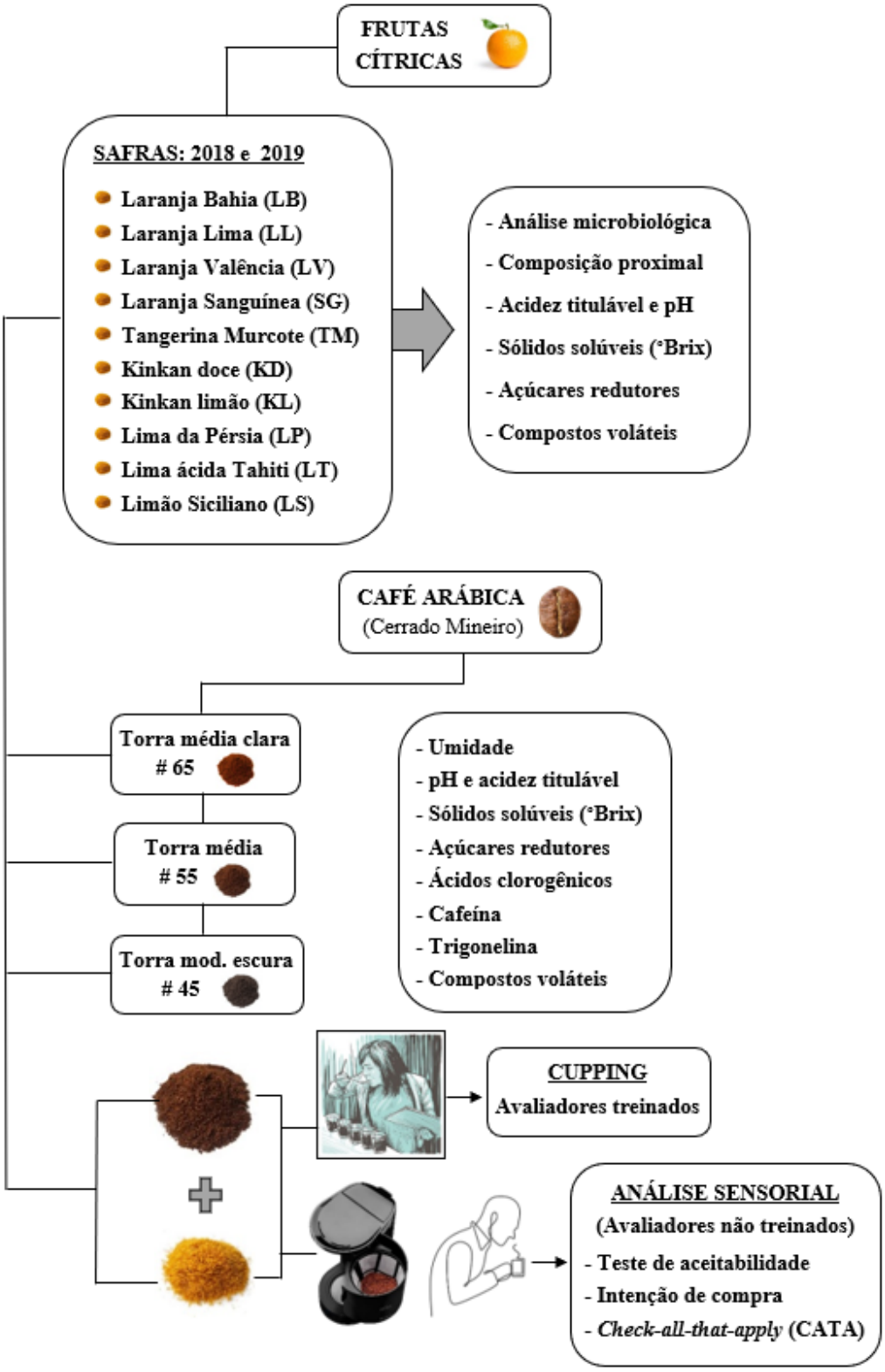


Figura 13. Fluxograma do trabalho de Tese.

CAPÍTULO I

Caracterização química não volátil e físico-química de farinhas da casca de frutas cítricas cultivadas no Brasil

I.1 Introdução

As frutas cítricas são populares em todo o mundo e produzidas em grande escala em alguns países, tanto para o consumo *in natura* quanto para produção de suco, como é o caso do Brasil, o maior produtor de laranja do mundo (USDA, 2020). Como consequência, são geradas grandes quantidades de subprodutos como bagaço, casca (albedo e flavedo) e sementes, que correspondem por aproximadamente 55 a 60% do peso da fruta fresca. Parte desses subprodutos é utilizada para ração animal, produção de pectina, óleos essenciais, perfumaria, produtos de limpeza e farmacêuticos (ZAKER et al., 2017). No entanto, uma grande quantidade ainda é descartada, sendo prejudicial ao meio ambiente, por conta da alta perecibilidade, se degradando rapidamente (MAHATO et al., 2018; AMARAL et al., 2021).

Os subprodutos cítricos contêm açúcares, amido, fibras incluindo celulose, hemicelulose, lignina, pectina, cinzas, lipídeos, carboidratos e proteína, além de muitos compostos bioativos. Por constituírem uma das principais fontes de compostos naturais com propriedades antioxidantes, como, por exemplo, carotenoides, ácido ascórbico, fenóis e polifenóis, que protegem o organismo contra o aparecimento de doenças degenerativas (GORINSTEIN et al., 2001)

Os aromas e sabores cítricos estão entre os mais apreciados, respondendo por aproximadamente 25% do mercado global (SUN et al., 2014). Com base nisso, o desenvolvimento de novos produtos alimentícios com essas características tem crescido substancialmente. Produzir farinhas alimentares, a partir de cascas de frutas cítricas, possui um grande potencial de uso industrial e doméstico, e demanda equipamentos simples e de fácil acesso. Porém, devido à grande variedade de cítricos cultivados no Brasil, informações sobre características químicas e valor nutricional desse material precisam ser mais exploradas (SCHIASSI et al., 2018).

Diante do exposto, o objetivo deste capítulo foi avaliar a composição química não volátil de farinhas da casca de frutas cítricas comumente cultivadas e comercializadas no Brasil, para o desenvolvimento de novos produtos alimentares a partir do enriquecimento com essas farinhas.

I.2 Materiais e métodos

I.2.1 *Seleção das amostras*

Foram utilizadas duas amostras (A1 e A2) de dez tipos de frutas cítricas em grau comercial de maturação de acordo com os padrões de classificação de frutas cítricas no Brasil (Tabela I.1). A laranja sanguínea, a kinkan doce e a kinkan-limão foram provenientes de Sananduva, Rio Grande do Sul (latitude 27°56’59” Sul, longitude 51°48’24” Oeste, altitude 636 m, temperatura média anual 18 °C, precipitação média anual 1875mm, solo argissolo orgânico, sem irrigação mecânica). Laranja Bahia, laranja Lima, laranja Valência, tangerina, lima da Pérsia, lima ácida Tahiti e limão Siciliano foram provenientes de Barretos, São Paulo (latitude 20°33’26” Sul, longitude 48E34’04 “Oeste, altitude 530 m, temperatura média anual 23,6°C, precipitação média anual 1363 mm, solo latossolo amarelo, irrigado apenas quando necessário). Três quilos de cada tipo de fruta (equivalente a 18 - 150 frutos, dependendo do tamanho) foram colhidos manualmente de três árvores randomizadas, entre os meses de maio a julho (inverno) de 2018 (A1) e 2019 (A2).

Tabela I.1 Frutas cítricas utilizadas no preparo das farinhas

Abr.	Espécies	Nome popular	SS (°Brix)	SS/AT (ratio)	Suco (%)
LB	*C. sinensis* (L.) Osbeck	Laranja Bahia	≥ 10	9,5 – 12	~ 40%
LL	*C. sinensis* (L.) Osbeck	Laranja Lima	≥ 10	9,5 – 12	~ 40%
LV	*C. sinensis* (L.) Osbeck	Laranja Valência	≥ 10	9,5 – 12	~ 40%
SG	*C. sinensis* (L.) Osbeck	Laranja Sanguínea	≥ 10	9,5 – 12	~ 40%
TG	*C. deliciosa* Ten.	Tangerina	≥ 9,0	8,5 – 12	~ 35%
KD	*F. japônica* (Thumb.) Swingle	Kinkan doce	≥ 18	16 – 18	-
KL	*F. margarita* (Lour.) Swingle	Kinkan-limão	≥ 12	12 – 14	-
LP	*C. limettioides* Tanaka	Lima da Pérsia	≥ 7,0	7 – 8	~ 35%
LT	*C.* × *latifolia* (Tanaka ex Yu. Tanaka)	Lima ácida Tahiti	≥ 7,0	7 – 7,5	~ 30%
LS	*C. limon* (L.) Burm f)	Limão Siciliano	≥ 8,0	8 – 8,5	~ 30%

Fonte: CEAGESP, 2011; ALVES e MELO, 2003. Adaptada pela autora, 2021.

I.2.2 *Processamento experimental: descascamento, secagem e moagem das amostras*

Para a produção da farinha, as frutas foram transportadas para o Laboratório de Técnica Dietética da UFRJ, higienizados com hipoclorito de sódio 0,96% e descascadas para separar o flavedo e o albedo da polpa. Em seguida, as cascas foram pesadas separadamente, colocadas em bandejas de alumínio e levadas a uma estufa ventilada (Fabbe-Primar, Brasil) à temperatura

de 50 - 55 °C, até atingirem peso constante (cerca de seis horas). As cascas desidratadas corresponderam a 25,2% (±1,20) do fruto, a laranja Bahia 25,8%, laranja Lima 25,7%, laranja Valência 25,6%, laranja Sanguínea 24,6%, tangerina 23,6%, kinkan doce 25%, kinkan limão 24,2%, lima da Pérsia 26,7%, lima ácida Tahiti 28,3% e limão Siciliano 22,7%. Após a desidratação, as cascas foram moídas em moedor elétrico (Hamilton Beach, modelo: 80393BZ, EUA), peneiradas em peneira de 0,5 mm (Rota P RX-29-10) (Figura I.1), armazenadas em embalagem a vácuo a -18 °C até o momento das análises.

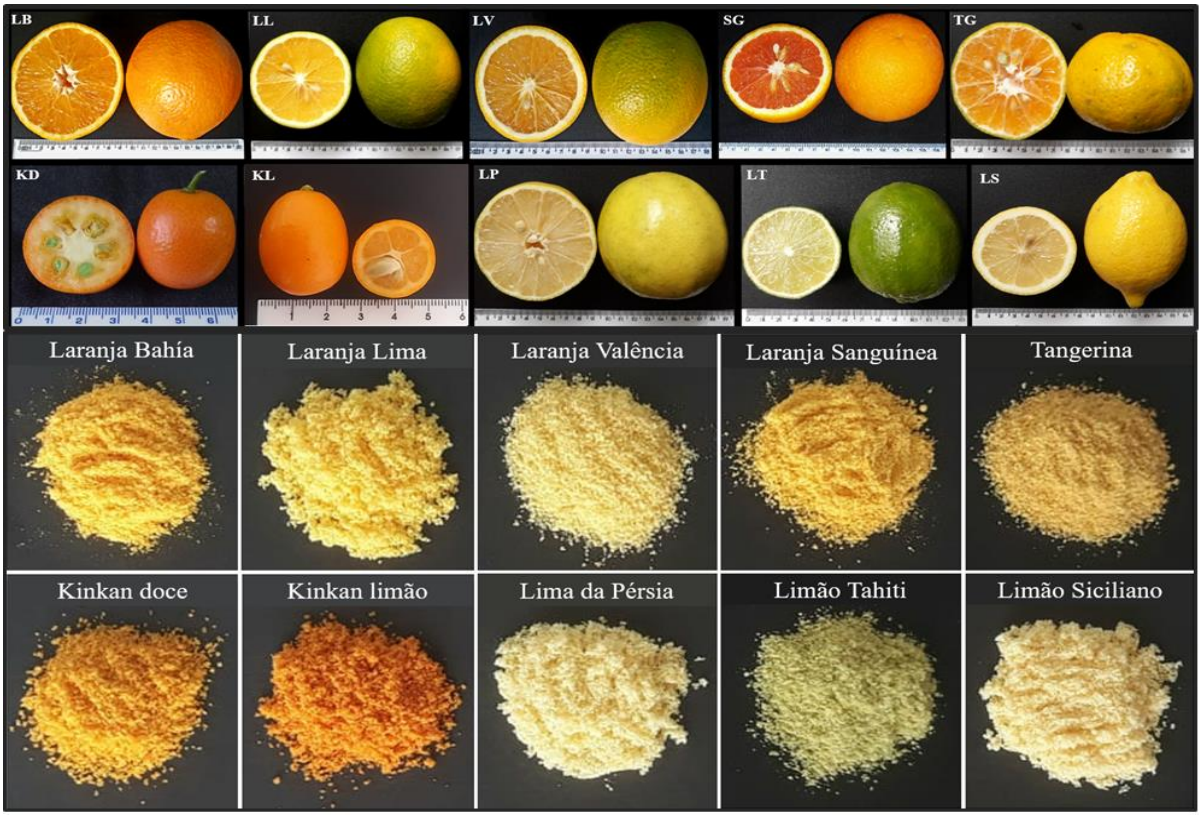


Figura I.1. Frutas cítricas produzidas no Brasil e utilizadas para a produção das farinhas. Fonte: a autora.

I.2.3 *Análise microbiológica*

Testes microbiológicos foram realizados em todas as amostras de farinhas cítricas com o objetivo de avaliar a qualidade fitossanitária das amostras. As análises foram realizadas em duplicatas no Laboratório de Microbiologia de Alimentos, do Instituto de Microbiologia Paulo de Góes da Universidade Federal do Rio de Janeiro, segundo padrões estabelecidos pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) na Resolução da Diretoria Colegiada (RDC) n° 331/2019 e Instrução Normativa (IN) n° 60/2019 (BRASIL, 2019). Foram realizadas análises para determinação e contagem do Número Mais Provável de coliformes totais e

termotolerantes por grama de amostra (NMP/g) e presença ou ausência de *Salmonella spp* em 25 g de amostra (VANDERZANT e SPLITTSTOESSER, 1992).

I.2.4 *Determinação da composição proximal*

As análises de composição proximal foram realizadas no Laboratório de Bromatologia da Faculdade de Nutrição da Universidade Federal de Pelotas (UFPEL), em triplicata, de acordo com métodos oficiais da *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC, 2005). O teor de umidade foi determinado pelo método de secagem em estufa a 105 °C até o peso constante (método n° 935.29). O teor de cinzas baseou-se na determinação da perda de peso após calcinação em mufla a 550 °C até a obtenção de cinzas brancas (método n° 923.03). O teor de proteínas foi calculado a partir da quantidade de nitrogênio total pelo método Kjeldahl, levando em consideração o fator de conversão 5,75 (método n° 991.87). O teor total de lipídios foi determinado pelo método de extração de Soxhlet com éter de petróleo (método n° 920.85). O teor de fibra bruta estimada foi determinado pelo método oficial n° 991.43 (AOAC, 2005). Os teores de carboidratos foram calculados pela diferença entre 100% e a soma dos percentuais de umidade, proteína, lipídeos, fibra e cinzas em 100 g, conforme a AOAC (2005). O valor energético foi calculado com base nos teores de lipídios, proteínas e carboidratos, multiplicados pelos fatores de conversão de Atwater (9 kcal/g, 4 kcal/g, e 4 kcal/g, respectivamente). Os resultados foram expressos em g/100 g em base seca.

I.2.5 *Análise de compostos fenólicos totais (CFT)*

As análises de CFT foram realizadas em triplicatas no laboratório de Bioprocessos na Embrapa Agroindústria de Alimentos – CTAA, pelo método de *Folin-Ciocalteau,* conforme descrito por Horžić et al (2009).

Extração dos CFT: Em tubo falcon de 15 mL, foi pesado 0.5 g de amostra e em seguida adicionado 10 mL de solução de acetona 70%, homogeneizando posteriormente com o auxílio do vortex. Após 1 h, as amostras foram colocadas no ultrassom por 20 minutos. Ao completar 1 h, contabilizada após a homogeneização, as amostras foram centrifugadas por 20 minutos a 4000 rpm e o sobrenadante foi transferido para um balão de 25 mL e avolumado com água destilada

Determinação de CFT: 500 µL do extrato das amostras foram misturados com 500 µL de acetona 7%, 2,5 mL da solução de *Folin-Ciocalteau* 10% e homogeneizados no *vortex*. A

seguir, foram adicionados 2 mL de carbonato de sódio (Na_2CO_3) 7,5%, seguido de homogeneização. A mistura foi então mantida em banho-maria a 50 ºC por 20 min. A absorbância da solução foi medida a 760 nm e a quantificação foi realizada pela curva padrão de ácido gálico (EAG), por referência à curva padrão ($y = 0,0104x + 0,0038$ $R^2 = 0,9996$). Os resultados foram expressos em mg de EAG/100g em base seca.

I.2.6 *Determinação da acidez titulável, pH e açúcares redutores por DNS*

As análises de acidez titulável, pH e açúcares redutores foram realizadas no laboratório de Bioprocessos na Embrapa Agroindústria de Alimentos – CTAA, em triplicata. De acordo com métodos oficiais da AOAC (2005), o extrato utilizado para obtenção do pH e da acidez titulável foi preparado a partir de 0.5 g de amostra de cada farinha cítrica diluído em 50 mL de água destilada e submetido à agitação por 1 h em agitador mecânico, a 150 rpm. O extrato foi filtrado e o pH medido por potenciômetro digital. Uma alíquota de 5 mL do filtrado foi diluída em 50 mL de água destilada. A acidez titulável total foi determinada por titulação com NaOH 0,1 N, utilizando uma solução de fenolftaleína 1% como indicador, e expressa em mL de NaOH 0,1 N por 100 g de amostra.

A análise de açúcares redutores foi realizada em extratos aquosos das farinhas das cascas dos cítricos com base na metodologia descrita por Miller, (1959).

Desenvolvimento da curva padrão: A curva padrão foi construída utilizando-se glicose, ácido galacturônico e xilose. As unidades de hexose resultantes (α-D-glucose e β-D-frutose), em meio fortemente alcalino e a quente, formam enedióis que cedem elétrons para reduzir o reagente 3,5-di-nitrosalicitato (de cor amarelo forte) a 3- amino-5-nitro-salicilato (de cor laranja-marrom forte). Cada mol de açúcar redutor presente na solução forma 1mol de 3-amino-5-nitro salicilato. Portanto, pela determinação da luz absorvida a 540 nm pelo 3-amino-5-nitrosalicilato, pode-se determinar a concentração de açúcar redutor presente na solução. A sensibilidade da técnica de determinação de açúcar redutor pelo DNS é de 1-20 μmol de glucose. Açúcar redutor da mistura de reação (DNS): Foi Adicionado 1 mL de reagente DNS a 1 mL da mistura de reação nos tubos de amostra, no tempo zero e no branco. Colocou-se todos os tubos em água fervente (100 ºC) por 5min, resfriou-se em banho de gelo e foi completado o volume a 15 mL com água destilada em cada tubo, agitando até homogeneizar a solução. Foi usado o branco para zerar o espectrofotômetro, determinando as absorbâncias das amostras a 540 nm e a concentração de açúcares redutores totais foi determinada através da curva de

calibração (Absorbância $_{540\ nm}$ = 0,0844*glicose (g/L) + 0,0035), R^2 = 0,9996). Os resultados foram expressos em g /100 g em base seca.

I.2.7 *Análises estatísticas*

Os resultados correspondem à média ± desvio padrão. Diferenças entre os resultados obtidos para A1 e A2 foram analisadas teste t não pareado. Entre os tipos de cítricos foi utilizada análise de variância (ANOVA), seguido pelo teste de Tukey, considerando diferenças significativas quando $p < 0,05$ utilizando o software XLStat® versão 2020.1.3 (Paris, França).

I.3 Resultados e discussão

I.3.1 *Análise microbiológica das farinhas cítricas*

As análises para verificar a segurança microbiológica das amostras de farinha das cascas das frutas cítricas do processamento experimental foram realizadas durante os dois anos de produção (N = 20).

Em nenhuma das amostras foi detectada presença de *Salmonella* spp. ou *Escherichia coli.* e a contagem do NMP/g de amostra ficou abaixo dos valores definidos pela RDC. Portanto, todas as amostras apresentaram qualidade microbiológica satisfatória, estando aptas à utilização na alimentação humana (BRASIL, 2001; 2019). Coliformes, *E. coli*, e *Salmonella* spp. estão entre os agentes etiológicos frequentemente identificados em surtos de doenças transmitidas por alimentos (BRASIL, 2018). A contagem de coliformes totais e *E. coli* reflete a condição sanitária atual do alimento (ZHANG et al., 2018) e sua presença indica contaminação fecal (FAO, 2008); enquanto *Salmonella* spp. está relacionada com condições higiênicas inadequadas da água e do alimento (PUCCIARELLI e GARCÍA-DEL PORTILLO, 2017). Esses resultados favoráveis se devem ao fato de as amostras terem sido manipuladas e higienizadas e processadas corretamente quanto aos aspectos higiênico-sanitários. A adoção de boas práticas de fabricação durante o processamento de alimentos é um fator imprescindível na determinação de seu padrão sanitário, assegurando assim a inocuidade do produto final.

I.3.2 *Composição proximal*

O tipo de metodologia utilizada para a secagem ou desidratação das cascas pode afetar diretamente alguns compostos bioativos, como polifenóis e carotenoides, especialmente se forem aplicadas altas temperaturas associadas à longa exposição ao oxigênio (NIPORNRAM et al., 2018). Em relação à temperatura utilizada, o método de secagem a 50 - 55 °C em estufa ventilada foi utilizado, visto que Garau et al (2007) e ensaios no laboratório demonstraram que nessas condições os compostos antioxidantes apresentaram estabilidade, semelhante à do método por liofilização.

A composição proximal das farinhas analisadas está descrita na Tabela I.2. O teor de umidade variou de 7,2% (limão siciliano) a 13,3% (kinkan-limão) encontrando-se dentro do padrão estabelecido pela ANVISA (2005), que exige o máximo de 14% de umidade em farinhas. Entre os anos (A1 e A2), apenas a amostra de laranja Lima não apresentou diferença significativa ($p < 0,05$). Valores semelhantes para umidade foram relatados em estudos anteriores, usando farinhas de casca de frutas cítricas diversas. Por exemplo, no estudo de Marey e Shoughy (2016) a laranja apresentou 9,8% e a tangerina 10,2%; no estudo de Silva et al (2017) o limão teve 10,8% e a laranja 9,1%, em Tekgül e Baysal (2018) e Roy et al (2021) a farinha da casca do limão apresentou umidade de 10% e 9,3%, respectivamente, pelo processo de secagem em estufa ventilada. Na produção de farinhas, a umidade reduz devido ao processo de secagem e/ou desidratação, o que aumenta a vida útil do produto, inviabilizando o crescimento de microrganismos (ANI e ABEL, 2018).

As cascas de frutas cítricas contêm quantidades apreciáveis de lipídeos, valorizados na indústria cosmética e de aromaterapia pela produção de óleos essenciais. A desidratação das farinhas resultou em um teor de lipídeos de 1,2% (lima da Pérsia) a 3,4% (laranjas Valência e Sanguínea). Após a liofilização de cascas de cítricos, Silva et al (2017) encontraram teores de lipídeos de 0,7% em lima ácida Tahiti e 4,5% em laranjas. Os óleos essenciais de cítricos, extraídos de forma natural sem solvente, são aprovados como compostos geralmente reconhecidos como seguros (GRAS) para uso em alimentos para consumo humano e animal de acordo com *Food and Drug Administration* (FDA), devido ao seu papel natural como agente saborizante e aromatizante (FDA, 2014; BURNETT et al., 2019). Além disso, a fração lipídica é rica em compostos voláteis que incluem uma mistura complexa de hidrocarbonetos, terpenos, álcoois, aldeídos, ésteres e cetonas (GONZÁLEZ-MAS et al., 2019).

Além do óleo, o albedo também pode substituir a gordura em produtos de panificação, confeitaria e produtos cárneos, sem alterar a qualidade e sua composição, demonstrando

potencial de comercialização (AMARAL et al., 2021). Alguns estudos têm mostrado resultados satisfatórios do uso da farinha na redução de gordura em receitas de sorvete, utilizando a farinha do albedo, flavedo e sementes de laranja sanguínea (OLIVEIRA, WINKELMANN e TOBAL, 2019) e fibra da casca da laranja (BOFF et al., 2013; CRIZEL et al., 2014), diminuindo o teor de gordura, aumentando o teor de fibras, sem alterações nas propriedades principais como textura, cor e sabor, além da boa aceitação entre os consumidores quando comparado ao protocolo padrão de preparo.

O teor de cinzas resultante da matéria inorgânica presente nas farinhas variou de 2,6 a 4,6% nas amostras do presente estudo (Tabela I.2). Segundo Ani e Abel (2018) os subprodutos dos frutos cítricos apresentam significativa variedade de minerais, principalmente fósforo, cálcio e potássio. Para proteína, os teores variaram de 4,1% (laranja Valência e Sanguínea) a 6,6% (limão Siciliano). Resultados semelhantes foram relatados por (SILVA et al., 2017), obtendo 5,1% para farinha de lima ácida Tahiti e 6,4% para laranja, e 4,4 % para tangerina no estudo de (OJHA e THAPA, 2017).

Apesar de ter sido realizada a análise de fibra bruta, a qual pode subestimar os teores de fibra, praticamente todas as farinhas analisadas podem ser consideradas ricas em fibras, pois, de acordo com a legislação brasileira, devem apresentar, para isso, um teor superior a 6% de fibras (BRASIL, 2012). A amostra que apresentou maior teor foi a lima da Pérsia (13,6%) e as kinkans doce e limão, os menores teores (5,3 e 5,7%, respectivamente). Estas foram as únicas amostras que apresentaram teores abaixo de 6%. Storck et al (2015) e Tozatti et al (2013) analisaram a fibra bruta da farinha de resíduos da laranja Pêra contendo casca e bagaço e encontraram teores entre 11,2 e 11,7%, valores acima dos encontrados no presente trabalho de tese, que foram de 8,6 e 10%. Essa diferença pode ser justificada pelo uso do bagaço na produção da farinha utilizada em Tozatti et al (2013), o que elevou a quantidade de fibras. A tangerina apresentou teores de fibra bruta semelhantes (8,4 a 8,6%), quando comparados ao estudo de Ojha e Thapa (2017) e encontraram teor de 7,28% de fibra bruta em farinha da casca de tangerina produzida no Nepal. Em relação ao teor de carboidratos, houve variação de 64,1% (lima ácida Tahiti) a 74,9% (kinkan doce).

Tabela I.2 Composição proximal de farinhas da casca de frutas cítricas

AMOSTRAS	UMIDADE		LIPÍDEOS		PROTEÍNA		CINZAS	
	% em 100g (base seca)							
	2018	2019	2018	2019	2018	2019	2018	2019
LB	10,2 ± 0,00^{E}	9,5 ± 0,21^{E}	1,7 ± 0,11^{nsCD}	1,9 ± 0,15^{C}	4,2 ± 0,04^{nsE}	4,4 ± 0,11^{D}	2,8 ± 0,02^{DE}	3,3 ± 0,11^{B}
LL	12,7 ± 0,14^{nsB}	12,7 ± 0,28^{A}	3,0 ± 0,19^{nsAB}	2,7 ± 0,17^{B}	4,9 ± 0,10^{nsD}	4,9 ± 0,09^{C}	2,8 ± 0,08^{DE}	3,0 ± 0,03^{C}
LV	13,2 ± 0,14^{A}	10,9 ± 0,07^{C}	3,4 ± 0,19^{A}	2,5 ± 0,09^{B}	5,4 ± 0,11^{C}	4,1 ± 0,08^{E}	3,3 ± 0,04^{B}	2,9 ± 0,10^{C}
SG	12,3 ± 0,14^{C}	9,9 ± 0,07^{DE}	3,4 ± 0,12^{A}	2,6 ± 0,13^{B}	5,2 ± 0,10^{C}	4,1 ± 0,02^{E}	2,8 ± 0,02^{DE}	3,0 ± 0,10^{C}
TG	13,2 ± 0,14^{A}	11,7 ± 0,14^{B}	2,7 ± 0,18^{B}	1,8 ± 0,04^{C}	5,9 ± 0,07^{B}	4,8 ± 0,01^{C}	2,9 ± 0,07^{nsCD}	2,9 ± 0,03^{C}
KD	11,2 ± 0,07^{D}	10,3 ± 0,14^{D}	1,4 ± 0,04^{D}	1,5 ± 0,04^{DE}	4,6 ± 0,01^{nsE}	4,5 ± 0,08^{D}	2,7 ± 0,03^{E}	3,3 ± 0,08^{B}
KL	13,3 ± 0,14^{A}	11,4 ± 0,07^{B}	2,0 ± 0,19^{nsC}	1,7 ± 0,04^{CD}	5,7 ± 0,10^{nsB}	5,7 ± 0,09^{B}	2,9 ± 0,02^{nsD}	2,6 ± 0,04^{D}
LP	8,0 ± 0,14^{G}	9,7 ± 0,21^{E}	2,1 ± 0,09^{C}	1,2 ± 0,08^{F}	5,8 ± 0,03^{B}	5,9 ± 0,01^{A}	3,9 ± 0,03^{A}	3,6 ± 0,08^{A}
LT	9,1 ± 0,14^{F}	9,5 ± 0,21^{E}	3,1 ± 0,19^{nsAB}	3,0 ± 0,04^{A}	6,6 ± 0,02^{A}	6,0 ± 0,02^{A}	3,8 ± 0,04^{A}	3,9 ± 0,03^{A}
LS	7,2 ± 0,14^{H}	8,4 ± 0,14^{F}	2,0 ± 0,11^{C}	1,4 ± 0,04^{EF}	4,9 ± 0,10^{nsD}	5,0 ± 0,01^{C}	3,0 ± 0,06^{C}	3,8 ± 0,02^{A}

Continuação

AMOSTRAS	FIBRA BRUTA		CARBOIDRATO		VALOR ENERGÉTICO	
	% em 100g (base seca)				Kcal	
	2018	2019	2018	2019	2018	2019
LB	9,1 ± 0,46^{nsDE}	8,8 ± 0,05^{E}	71,8 ± 0,39^{nsB}	71,8 ± 0,11^{C}	320,7 ± 3,08^{nsB}	323,0 ± 1,79^{B}
LL	9,4 ± 0,40 ^{nsCD}	9,2 ± 0,08^{D}	67,1 ±0,69^{nsD}	67,5 ± 0,37^{F}	315,5 ± 1,10^{nsBC}	313,9 ± 0,45^{D}
LV	9,8 ± 0,04 ^{CD}	8,6 ± 0,02^{EF}	64,8 ± 0,39^{E}	71,7 ± 0,19^{D}	311,8 ± 1,11^{CD}	323,0 ± 0,13^{B}
SG	10,0 ± 0,18^{C}	9,4 ± 0,15^{D}	66,3 ± 0,33^{D}	71,0 ± 0,25^{DE}	317,1 ± 0,83^{CD}	323,9 ± 0,33^{B}
TG	8,6 ± 0,07^{E}	8,4 ± 0,04^{F}	67,7 ± 0,34^{D}	70,4 ± 0,22^{E}	315,1 ± 0,23^{nsBC}	317,2 ± 0,39^{C}
KD	5,3 ± 0,24^{nsG}	5,4 ± 0,13^{H}	74,8 ± 0,33^{nsA}	74,9 ± 0,15^{A}	330,6 ± 1,34^{BC}	331,8 ± 0,66^{A}
KL	6,5 ± 0,09^{F}	5,7 ± 0,11^{G}	69,6 ± 0,12^{C}	72,8 ± 0,24^{B}	319,4 ± 1,88^{nsA}	329,6 ± 0,69^{A}
LP	13,6 ± 0,36^{A}	12,6 ± 0,16^{B}	66,7 ± 0,31^{nsD}	66,9 ± 0,17^{F}	308,1 ± 0,49^{B}	302,3 ± 0,32^{F}
LT	13,3 ± 0,37^{nsA}	13,4 ± 0,14^{A}	64,1 ± 0,12^{nsE}	64,5 ± 0,37^{G}	310,8 ± 2,94^{nsD}	308,7 ± 1,18^{E}
LS	11,9 ± 0,34^{B}	10,4 ± 0,03^{C}	70,9 ± 0,48^{nsB}	70,9 ± 0,18^{DE}	321,6 ± 0,62^{nsBCD}	316,5 ± 0,42^{C}

Nota: Os resultados obtidos das médias de triplicatas ± desvio padrão. *ns: não significativo pelo teste t ($p < 0,05$) comparando na linha das amostras analisadas nos anos de 2018 e 2019. Letras maiúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa pelo teste Tukey ($p < 0,05$). LB: laranja Bahia; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; SG: laranja Sanguínea; TG: tangerina; KD: kinkan doce; KL: kinkan limão; LP: lima da Pérsia; LT: lima ácida Tahiti; LS; limão Siciliano.

I.3.3 *Compostos Fenólicos Totais (CFT)*

Os teores de CFT nas amostras de farinha A1 variaram entre 596,8 e 1098,6 mg EAG/100 g em base seca. A kinkan limão apresentou o maior teor, diferindo significativamente de todas as outras amostras, enquanto a laranja Valência apresentou o menor teor ($p < 0,05$) (**Figura I.2**). Em A2, houve variação de 664,6 a 1117,1 mg EAG/100 g, sendo maior concentração na kinkan limão, que não diferiu significativamente apenas da lima da Pérsia. A tangerina apresentou a menor concentração, diferindo de todas as demais amostras ($p < 0,05$). Lou et al (2016) avaliaram o teor de CFT em amostras de cascas liofilizadas e moídas de frutos maduros de kinkan (*var. margarita)*, extraídos com diferentes solventes. Obtiveram 937 mg EAG/100 g após extração com etanol 70%, 1096 mg EAG/100g com metanol e 1014 mg EAG/100 g com água a 100 ºC, valores próximos aos encontrados no presente estudo (1089,6 e 1117,1 mg EAG/100 g).

No estudo de Özcan et al (2021) a influência de diferentes métodos de secagem da casca de limão e laranja sobre o teor de CFT foi avaliada. Entre outros valores obtiveram 179,7 mg EAG/100 g para casca de limão e 173,2 mg EAG/100 g para casca de laranja quando secas em estufa ventilada a 60 °C. A baixa concentração relatada, quando comparada aos presentes resultados, pode estar relacionada a diferenças no método de secagem, também pelo fato dos autores calcularem os valores em peso fresco, enquanto no presente estudo os valores estão em base seca. Huang et al (2020) analisaram o conteúdo de CFT de oito espécies de frutas cítricas, das quais foram feitos extratos em etanol 70%, a partir das cascas secas em estufa a 60 °C e posteriormente peneiradas. Houve variação entre as amostras de 138,9 mg EAG/g (pomelo) a 215,1 mg EAG/g (tangerina). Na Figura I.2 pode-se observar que a laranja kinkan limão e a lima da Pérsia apresentaram os maiores teores de fenólicos totais. Esta análise tem sido utilizada também para determinação de atividade antioxidante, especialmente quando proveniente de compostos solúveis (OBAFAYE e OMOBA, 2018).

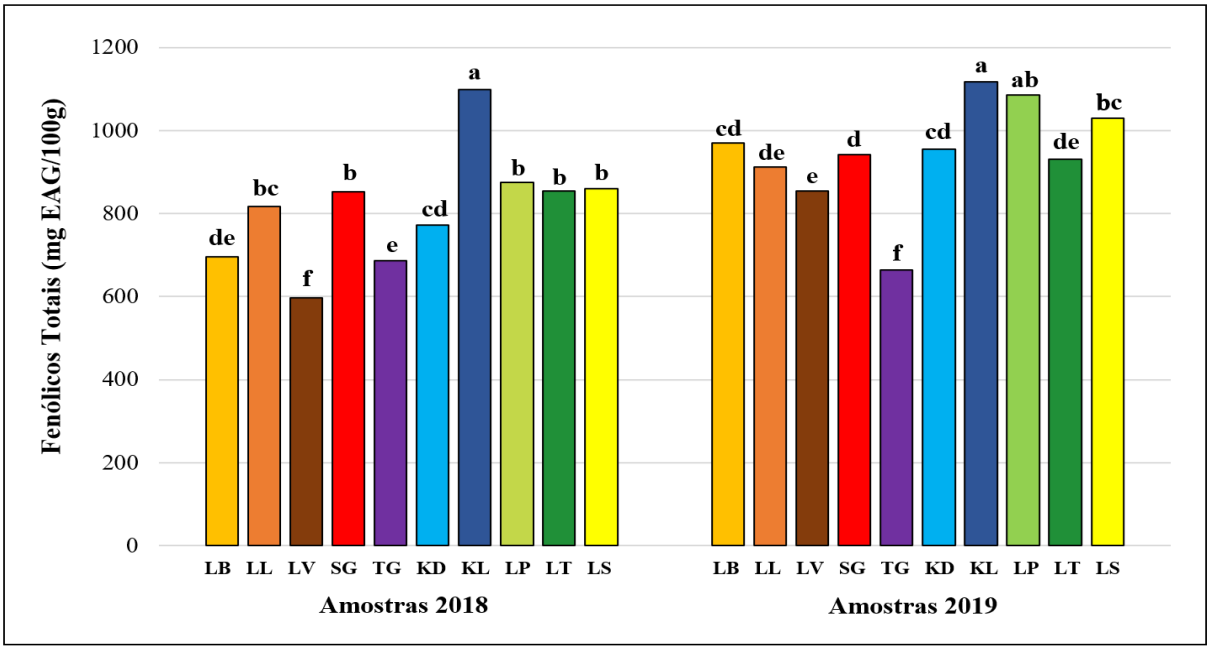


Figura I.2 Determinação de compostos fenólicos totais em farinhas da casca de frutas cítricas produzidas em diferentes anos. Letras diferentes em amostras colhidas no mesmo ano apresentaram diferença significativa pelo teste Tukey ($p < 0,05$). LB: laranja Bahia; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; SG: laranja sanguínea; TG: tangerina; KD: kinkan doce; KL: kinkan limão; LP: lima da Pérsia; LT: lima ácida Tahiti; LS; limão Siciliano.

Em muitos casos, a adição de ingredientes não convencionais em produtos alimentícios pode até mesmo melhorar ou manter suas características sensoriais, físico-químicas e nutricionais, como já demonstrado pela literatura científica. Alguns estudos relatam o uso de farinhas de casca de frutas cítricas como agentes aromatizantes com potencial antioxidante natural, mostrando alta eficiência em retardar a oxidação de lipídios em alimentos como hambúrgueres bovinos (MAHMOUD, ABOU-ARAB e ABU-SALEM, 2017), na fortificação de biscoitos (OJHA e THAPA, 2017; BAFAYE e OMOBA, 2018), pães (MARTINS et al., 2017; SPINA et al., 2019), e até mesmo como especiarias naturais (ESPINOSA-GARZA, ANTONYAN e LOERA-HERNÁNDEZ, 2018), agregando sabor e aroma a bebidas, pratos doces e salgados. Cabe ressaltar que os antioxidantes do cítricos estão presentes de forma natural nas frutas e, portanto, são mais aceitáveis para os consumidores do que os antioxidantes e aromatizantes sintéticos (AL-QASSABI, WELI e HOSSAIN, 2018; VERRUCK, PRUDENCIO e SILVEIRA, 2019).

I.3.4 *Composição físico-química*

Na **Tabela I.3** estão apresentados os resultados referentes aos valores de acidez titulável total (ATT), pH e açúcares redutores. A determinação do pH e da acidez são importantes parâmetros avaliativos do estado de conservação de produtos de origem alimentícia como as farinhas de resíduos vegetais. Os valores de pH variaram de 3,6 a 5,2 entre todas as amostras, sendo a Kinkan limão com o pH mais baixo e a laranja Lima com o pH mais alto. Ao aplicarmos o teste t entre as mesmas amostras produzidas em anos diferentes, observamos diferenças significativas em praticamente todas as amostras, exceto por A1 e A2 dos frutos kinkan doce e lima da Pérsia. Câmara, Zuniga e Rodrigues (2017) analisaram a farinha da casca de lima ácida Tahiti e obtiveram valor de 4,4 de pH, valor este muito próximo ao encontrado em nosso estudo (4,4 a 4,6). Com relação à ATT os valores variaram de 1,1 a 2,5 g/100 g, sendo a tangerina a amostra com acidez mais baixa e a laranja Valência com a acidez mais alta. A acidez determina a resistência da farinha quanto à degradação pela presença de microrganismos, sendo que alta acidez traduzida em valores de pH abaixo de 4,5 diminui a ação dos processos enzimáticos e o desenvolvimento de microrganismos, aumentando a vida de prateleira dos produtos.

A dosagem de açúcares redutores através de DNS, analisa dois dos principais carboidratos presentes em alimentos, a glicose e a frutose. As kinkans apresentaram concentrações mais elevadas, quando comparadas às outras amostras, diferindo significativamente ($p < 0,05$). A kinkan doce apresentou em média 35% a mais do que as laranjas e 65% a mais do que a lima ácida Tahiti, que apresentou a menor concentração (Tabela I.3). Estes resultados já eram esperados, visto que as kinkans são frutas que podemos consumir de forma integral, pois suas cascas possuem características adocicadas e aromáticas.

Tabela I.3 Composição físico-química de farinhas da casca de frutas cítricas

AMOSTRAS	UMIDADE % em 100g (base seca)		pH		Acidez Titulável g/100g (base seca)		Açúcares Redutores g/100g (base seca)	
	2018	2019	2018	2019	2018	2019	2018	2019
LB	10,2 ± 0,00^{E}	9,5 ± 0,21^{E}	5,0 ± 0,16^{AB}	4,6 ± 0,06^{CD}	1,6 ± 0,21^{ABC}	2,0 ± 0,12^{ABC}	21,6 ± 0,34^{EF}	22,4 ± 0,29^{DE}
LL	12,7 ± 0,14*^{B}	12,7 ± 0,28^{A}	5,2 ± 0,04^{A}	4,9 ± 0,04^{AB}	1,4 ± 0,21^{BC}	2,4 ± 0,06^{ABC}	22,5 ± 0,38^{D}	20,6 ± 0,22^{F}
LV	13,2 ± 0,14^{A}	10,9 ± 0,07^{C}	5,1 ± 0,04^{AB}	4,7 ± 0,11^{BC}	1,6 ± 0,17^{ABC}	2,5 ± 0,10^{AB}	20,8 ± 0,12^{F}	24,7 ± 0,26^{C}
SG	12,3 ± 0,14^{C}	9,9 ± 0,07^{DE}	4,5 ± 0,04^{C}	4,1 ± 0,16^{E}	1,4 ± 0,29*^{BC}	1,4 ± 0,04^{DE}	23,6 ± 0,32^{C}	22,5 ± 0,17^{D}
TG	13,2 ± 0,14^{A}	11,7 ± 0,14^{B}	5,0 ± 0,17^{AB}	4,6 ± 0,04^{BCD}	1,2 ± 0,15*^{C}	1,1 ± 0,05^{E}	21,6 ± 0,38*^{EF}	21,8 ± 0,24^{E}
KD	11,2 ± 0,07^{D}	10,3 ± 0,14^{D}	4,2 ± 0,12*^{CD}	4,4 ± 0,11^{D}	1,2 ± 0,01*^{C}	1,4 ± 0,20^{D}	34,6 ± 0,23*^{A}	34,5 ± 0,26^{A}
KL	13,3 ± 0,14^{A}	11,4 ± 0,07^{B}	4,0 ± 0,03^{D}	3,6 ± 0,03^{F}	1,8 ± 0,05^{AB}	1,9 ± 0,03^{BC}	27,8 ± 0,28^{B}	30,9 ± 0,28^{B}
LP	8,0 ± 0,14^{G}	9,7 ± 0,21^{E}	4,9 ± 0,01*^{B}	5,1 ± 0,19^{A}	2,0 ± 0,12^{A}	2,3 ± 0,11^{A}	18,1 ± 0,11^{G}	19,2 ± 0,16^{G}
LT	9,1 ± 0,14^{F}	9,5 ± 0,21^{E}	4,4 ± 0,05^{C}	4,6 ± 0,06^{CD}	2,0 ± 0,13*^{A}	1,8 ± 0,10^{C}	12,3 ± 0,12^{H}	11,8 ± 0,21^{H}
LS	7,2 ± 0,14^{H}	8,4 ± 0,14^{F}	4,3 ± 0,10^{C}	4,0 ± 0,03^{E}	1,5 ± 0,11^{ABC}	2,3 ± 0,11^{A}	22,0 ± 0,35^{DE}	24,5 ± 0,23^{C}

Nota: Resultados obtidos das médias de triplicatas ± desvio padrão. *Diferença não significativa pelo teste de Tukey ($p < 0,05$) comparando na mesma linha, as amostras analisadas nos anos de 2018 e 2019. Letras maiúsculas diferentes em uma mesma coluna indicam diferença significativa pelo teste T não pareado ($p < 0,05$) LB: laranja Baia; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; SG: laranja Sanguínea; TG: tangerina; KD: kinkan doce; KL: kinkan limão; LP: lima da Pérsia; LT: lima ácida Tahiti; LS; limão Siciliano.

I.4 Conclusões

Ao avaliar a composição química não volátil e físico-química de farinhas da casca de dez tipos de cítricos, os valores observados para as amostras colhidas em dois anos diferentes confirmam o fato da composição química e nutricional das farinhas de cítricos ser sujeita a alterações sob a influência de diversos fatores, com alterações significativas entre as colheitas. No entanto, o tipo (espécie ou cultivar) de cítrico avaliado foi fator de grande relevância para as diferenças composicionais encontradas. Os teores de umidade variaram de 7,2% a 13,3%, estando dentro dos padrões estabelecidos pela ANVISA. O teor de lipídeos variou de 1,2% a 3,4%, proteína de 4,1% a 6,6%, cinzas de 2,6% a 4,6% e fibra bruta de 5,3% a 13,6%. O pH foi de 3,6 a 5,4 e acidez total de 1,1 a 2,5 g/100 g. A kinkan doce apresentou a maior concentração de a açúcares redutores (34,6 g/100 g) e a lima ácida Tahiti a menor (11,8 g/100g). As concentrações de compostos fenólicos (antioxidantes) variaram de 596,8 mg EAG/100 g, na laranja Valência, a 1117,1 mg EAG/100 g, sendo o maior teor encontrado na kinkan limão. Considerando a alta diversidade de frutas cítricas, a utilização de seus subprodutos parece ser viável para a produção de farinha alimentícia. Vale ressaltar que essas farinhas podem ser produzidas facilmente, com equipamentos existentes na maioria das residências, como forno

convencional, micro-ondas (ou secagem ao sol), liquidificador e peneira. Logo, em países de clima quente, onde frutas cítricas sem pesticidas são produzidas em muitos lares, essas farinhas podem ser aplicadas em diferentes preparações alimentícias. No entanto, é importante ressaltar que a secagem da casca dos cítricos deve ser feita com cautela para todas as aplicações em alimentos, visto que a farinha deve estar isenta de toxinas microbianas. Também é importante garantir que as farinhas não contenham resíduos de agrotóxicos. Considerando que o mercado de alimentos orgânicos vem crescendo consideravelmente, o uso de frutas cítricas orgânicas para o preparo de farinha seria o ideal, embora nem sempre possível.

CAPÍTULO II

Perfil volátil (volatoloma) de farinhas da casca de frutas cítricas produzidas no Brasil

(*Headspace volatolome of peel flours from citrus fruits grown in Brazil*)

*O manuscrito em inglês, aceito para publicação no periódico *Food Research International*, encontra-se no **ANEXO F**.

Resumo

A casca de frutas cítricas é composta por uma agradável mistura de compostos voláteis com fibras, nutrientes e compostos bioativos. Portanto, tem grande potencial para uso como ingrediente alimentar. Os estudos que avaliam a composição volátil das farinhas de casca de cítricos são limitados para a maioria dos cítricos. Pela primeira, vez a composição química volátil de farinhas de cascas de laranjas, tangerinas e limões cultivados no Brasil foi avaliada para fins de caracterização e utilização para saborização e enriquecimento de outros alimentos. Duas amostras de dez tipos de cítricos comercialmente maduros, produzidas em anos consecutivos (2018 e 2019), foram secas a 50-55 °C e processadas em farinhas, tendo seus teores de umidade determinados por infra-vermelho e o perfil volátil determinado na Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto, por HS-SPME/GC-MS, como parte do doutorado "sanduiche". Os resultados cromatográficos foram tratados por ANOVA, seguida de teste *Tukey* e análise de agrupamento hierárquico, usando a distância euclidiana. Todas as amostras apresentaram teor de umidade abaixo do limite máximo de 14% permitido pela legislação brasileira. Sessenta e nove compostos voláteis foram identificados, sendo 49 na lima ácida Tahiti e limão Siciliano, 37 na lima da Pérsia, 34 na tangerina e na kinkan limão, 33 na laranja Valência, 32 na laranja Bahia e na kinkan doce, 28 na laranja sanguínea e 26 na laranja Lima. Vinte e seis compostos principais representaram 93-99% da área total dos cromatogramas. Os compostos terpênicos foram predominantes em todas as amostras, especialmente monoterpenos (cerca de 48-97% da área total) com notas aromáticas cítricas, adocicadas e amadeiradas, enquanto foram observadas proporções mais baixas de aldeídos (0,2-16,1%), com notas frutadas, florais e frescas, monoterpenos álcoois (0,4-11,8%), com notas de rosas, laranja, limão e menta, e ésteres (0,0-7,7%), com notas frutadas e de ervas. Embora alguns compostos como limoneno, β-miriceno, linalool e α-pineno tenham sido detectados em todos os cítricos, os perfis de compostos voláteis seguiram padrões específicos, sendo possível caracterizar e distinguir cada tipo de cítrico. Os limões também foram claramente diferenciados das laranjas e tangerinas por análise de cluster. A variedade de perfis voláteis e assinaturas volatolômicas específicas, singulares em cascas de frutas cítricas produzidas no Brasil devem ser melhor exploradas para diferentes finalidades, como realçar o sabor e aroma de produtos, preservação de alimentos e possivelmente contribuir para promoção da boa saúde.

CAPÍTULO III

Caracterização química de um café arábica especial em diferentes perfis de torra e suas respectivas bebidas

III.1 Introdução

O café é uma das bebidas mais importantes comercializadas no mercado global, mais de 2,25 bilhões de xícaras da bebida são consumidas diariamente em todo o mundo (*National Coffee Association* USA, 2021). O Brasil se destaca como o maior produtor de café, com uma estimativa de produção em 2021/2022 de 46,9 milhões de sacas de 60 kg de café beneficiado, o que representa mais de 1/3 da produção mundial (CONAB, 2021).

Café especial é um termo usado para se referir aos cafés que podem ser distinguidos com base na qualidade e exclusividade de origem, de acordo com os protocolos internacionais de avaliação da Associação de Cafés Especiais (SCA) (LINGLE e MENON, 2017). Esse mercado vem crescendo de maneira considerável, diante da procura por bebidas de melhor qualidade e seus benefícios à saúde. Segundo a Associação Brasileira de Cafés Especiais (BSCA) esse aumento pode chegar a 10% ao ano. Alguns fatores como o estímulo à produção, capacitação de produtores, concursos e premiações, qualificação de baristas, pesquisas na área e o desejo do próprio consumidor em vivenciar uma experiência gustativa diferente, acaba por refletir na ampliação de mercado dentro e fora do Brasil (BSCA, 2021).

Milhares de componentes químicos, entre voláteis e não voláteis já foram detectados no café torrado e na bebida (YERETZIAN et al., 2002; TOCI e BOLDRIN, 2018), e ainda há centenas a serem identificados com as novas tecnologias de pós-colheita, torra e melhoramento genético em constante desenvolvimento (FARAH, 2019). Sabe-se, também, que o consumo moderado da cafeína pode trazer benefícios à saúde como melhorias relacionadas às habilidades cognitivas, melhor percepção e redução do cansaço pela sua propriedade termogênica (BOROTA et al., 2014), além de auxiliar na prevenção e na redução dos sintomas associados à doença de Parkinson (LUDWIG et al., 2014) e Alzheimer (BAE et al., 2014; BOROTA et al., 2014). Além da cafeína, possui outras substâncias bioativas como ácidos clorogênicos, trigonelina, diterpenos, melanoidinas, entre outras, e seu consumo tem sido associado a uma série de efeitos benéficos à saúde (CHU et al., 2009; FARAH, 2012).

A formação do aroma e do sabor característicos da bebida de café é oriundo de uma mistura complexa de compostos químicos que interagem principalmente durante a torrefação (FARAH, 2012). A cinética de formação destes compostos durante a torra é determinada por condições específicas de temperatura, atividade da água e pressão, controladas por parâmetros de transferência de calor ao longo do tempo (SCHENKER e ROTHGEB, 2017). Para bebidas feitas a partir de cafés especiais, o perfil de aroma desejado possui notas frutadas, florais, adocicadas, amendoadas, que se diferenciam dependendo da origem e dos processos de pós-

colheita aplicados. Essas notas aromáticas são provenientes de um delicado equilíbrio entre constituintes voláteis de diversas classes formados principalmente nos pontos de torrefação claro e médio (FARAH, 2019; LAUKALĒJA e KRUMA, 2019). Acredita-se que apenas 5% sejam capazes de produzir impacto no aroma, no *flavor* e na qualidade sensorial global do café (TOCI e FARAH, 2014). Portanto, diferentes condições de tempo e temperatura durante a torrefação levam aos perfis de sabor específicos obtidos a partir da mesma matéria-prima.

A infusão de grãos de café moídos misturados com água filtrada (quente ou fria) é a principal técnica para produzir bebidas de café. Entre os métodos mais utilizados e pesquisados estão o espresso e o filtrado. Diferentes parâmetros e variáveis no processo de extração desempenham papel significativo na composição química e na apreciação do aroma e sabor da bebida final (CORDOBA et al., 2020). Outros fatores, como variedade e origem do grão, grau de torra e moagem, também afetam a composição química da bebida (SUNARHARUM, WILLIAMS e SMYTH, 2014; CAPORASO et al., 2018).

Sendo assim, o objetivo deste capítulo foi caracterizar a composição volátil e não volátil de uma amostra de café arábica especial em diferentes intensidades de torrefação, comparando com a composição final de suas respectivas bebidas. Essa caracterização faz-se necessária para a realização dos estudos contidos nos Capítulos IV e V.

III.2 Material e métodos

III.2.1 *Amostra*

Foi utilizada uma amostra de *Coffea arabica* variedade Catuaí 62, da safra de 2018/2019, cultivado a 960 m de altitude na região do Cerrado de Minas Gerais, e processada após a colheita por variações do método semi-seco. A amostra foi previamente classificada como café especial (mais de 80 pontos por avaliadores profissionais, de acordo com o protocolo de *cupping* da *Specialty Coffee Association* (SCA) na Expocaccer, Cooperativa dos Cafeicultores do Cerrado, localizada na cidade de Patrocínio/MG.

III.2.2 *Torrefação e moagem*

As sementes cruas de café (café verde) foram torradas em três graus de torrefação de acordo com a escala Agtron-SCA, sendo #65 para médio-claro, #55 para médio e #45 para moderadamente escuro. A cor instrumental dos cafés torrados e moídos foi determinada por um

medidor de cor (Colorgap 1A, LEOGAP - São Paulo, Brasil) e por comparação com discos de cor do "*Roasting Colour Classification System*" (Agtron-SCA, Reno, NV, EUA, 1995). Foram utilizados 24 kg de café verde[1], sendo 8 kg para cada torra. A torrefação foi realizada em um torrador tipo tambor (Gene Café, China), sendo o tempo total de torrefação para a torra clara de 16:34 minutos, à temperatura inicial de 185 °C e final de 199 °C, torra média por 17:30 minutos, à temperatura inicial de 180 °C e final de 203 °C, e torra escura por 18:34 minutos, à temperatura inicial de 180 °C e final de 210 °C, para alcançar os respectivos graus de torrefação. Os cafés torrados foram moídos em moedor de laboratório (IKA, A11 *Basic*, Alemanha) passados em peneira de 0,5 mm (muito fina) para análises químicas no pó e em peneira de 0,8 mm (média / fina) para o preparo da bebida, a qual também utilizada na análise sensorial apresentada nos capítulos IV e V.

III.2.3 *Preparo das bebidas para as análises químicas*

As bebidas dos cafés torrados e moídos foram preparadas utilizando o método de filtração por gotejamento, a partir de uma cafeteira elétrica (Britânia CB30, São Paulo, Brasil), com filtro de nylon, na proporção de 10%, sendo 10 g de amostra para 100 mL de água filtrada e aquecida a 95 °C.

III.2.4 *Determinação da umidade, acidez titulável total, pH, sólidos solúveis e açúcares redutores*

As análises foram realizadas no laboratório de Bioprocessos na Embrapa Agroindústria de Alimentos – CTAA. As amostras de café torrado e moído nos três graus de torrefação e seus extratos aquosos foram analisadas conforme metodologias descritas no Capítulo I, sessão I.2.3, para umidade e sessão I.2.4 para as demais análises. O teor de sólidos solúveis das amostras foi determinado por meio do refratômetro digital Atago® (modelo PAL-1, Japão), sendo os resultados expressos em ºBrix.

III.2.5 *Análise de compostos bioativos*

1 A quantidade de café também foi utilizada para as análises sensoriais aplicadas e descritas nos cap. IV e V.

As análises foram realizadas no laboratório de Química e Bioatividade de Alimentos do instituto de Nutrição da UFRJ. Os extratos aquosos foram preparados em triplicata, usando água quente (95 °C - Milli-Q), de acordo com o método adaptado de (TRUGO e MACRAE, 1984), descrito em detalhes em Farah et al (2006). Meio grama de café torrado e moído foi misturado a 60 mL de água quente, sob agitação (300 rotações por minuto) durante 15 minutos, em temperatura ambiente. A mistura foi filtrada utilizando filtro de papel (*Whatman* n° 1) e o pó restante lavado com 30 mL de água. Os extratos foram clarificados para precipitação de proteínas e outros compostos de elevado peso molecular com 1 mL de cada uma das soluções de Carrez I [K2Fe (CN) 6 - 0,3 M] e II [Zn (OAc) 2 - 1,0 M] para extração de ácidos clorogênicos e cafeína, e com acetato de chumbo (60%) para extração de trigonelina. Após descanso de 10 minutos, a mistura foi levemente agitada e filtrada em filtro de papel (*Whatman* n° 1). O filtrado foi diretamente utilizado para análise cromatográfica por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC), com Detector de feixe de Diosos (DAD).

Padrões de ácido 5-CQA, cafeína e trigonelina (cloridrato de trigonelina) foram adquiridos da *Sigma-Aldrich* (St Louis, MO, Estados Unidos). Uma mistura de ácidos 3-CQA e 4-CQA foi preparada a partir do composto 5-CQA, usando o método de isomerização de TRUGO & MACRAE (1984). Para dicafeoilquínicos, uma mistura de 3,4-diCQA, 3,5-diCQA e 4,5-diCQA (*Karlsruhe*, Alemanha) foi utilizada para confirmação dos picos cromatográficos. Foi utilizado o sistema de numeração da União Internacional de Química Pura e plicada (IUPAC-IUB COMMISSION ON BIOCHEMICAL NOMENCLATURE, 1977) para identificação de ácidos clorogênicos.

Os extratos foram analisados utilizando HPLC-DAD – Sistema de fase reversa (*Shimadzu*, modelo LC-10-AD, Quito, Japão) e coluna C18 (*Phenomenex*, Califórnia, Estados Unidos). As informações cromatográficas foram gravadas e integradas pelo *software* LC *Solution* (*Shimadzu*). Os ácidos clorogênicos foram analisados em condições cromatográficas, consistindo de ácido fórmico a 0,3% (eluente A) e metanol 100% (eluente B) como fase móvel, com detector ultravioleta (UV) operando em 325 nm. Os picos cromatográficos foram confirmados pelo espectro UV-visível de cada composto. A quantificação de todos os isômeros de ácidos clorogênicos foi realizada utilizando-se a área obtida do padrão de 5-CQA, combinada com os coeficientes de extinção molar dos ácidos clorogênicos, como relatado por RUBACK (1969) e explicado em detalhes por (FARAH et al., 2006), O limite de quantificação para ácidos clorogênicos foi 3 µg/100 g nessas condições.

As análises de cafeína e trigonelina foram realizadas utilizando HPLC-DAD sistema isocrático, operando a 272 e 264 nm, respectivamente, em condições cromatográficas

consistindo de metanol 40% e metanol 5% como fases móveis, respectivamente, com limite de quantificações de 5 µg/100 g nessas condições. Os resultados foram apresentados em base úmida, como média ± desvio padrão.

III.2.6 *Análise de compostos voláteis*

As análises dos compostos voláteis dos cafés torrados e moídos (*N* = 3) e das bebidas (*N* = 3) foram realizadas, no laboratório de Bromatologia e Hidrologia do Departamento de Ciências Químicas da Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto, em Portugal (LAQV/REQUIMTE), conforme metodologia descrita no Capítulo II, sessão II.2.4. As análises foram realizadas por HS-SPME/GC-MS e as amostras foram pesadas em frascos de 20 mL, imediatamente selados com septo de silicone. Para os cafés em pó, foram utilizados aproximadamente 100 mg de cada amostra para a extração da fração volátil do *headspace*. Para a análise das bebidas, utilizou-se 5 mL de cada amostra, preparadas em triplicata para cada perfil de torra. Utilizou-se uma cafeteira elétrica (Britânia CB30, São Paulo, Brasil), com filtro de nylon na concentração de 10% (20 g de café torrado e moído para 200 mL de água filtrada).

III.2.7 *Análise estatística*

Todas as análises do perfil químico foram realizadas em triplicata e os valores correspondem à média ± desvio padrão. Os resultados foram estatisticamente testados para diferença entre as amostras de pó e bebida nos três perfis de torra, usando análise de variância (ANOVA), seguida do teste de *Tukey*, considerando grau de significância de 95%. O software XLStat® versão 2020.1.3 (Paris, França) foi utilizado. Áreas de picos relativas de todos os compostos voláteis obtidos a partir de dados de MS foram testadas quanto à distribuição dos resíduos com o teste de *Shapiro-Wilk*. Os perfis voláteis das amostras de café em pó e de suas bebidas, nas três diferentes torras, foram analisados utilizando-se a distância euclidiana e o método de ligação para agrupamento médio. O pré-tratamento dos dados incluiu normalização e escalonamento, que é um processo necessário para dados que apresentam diferenças de grande escala, como é o caso dos voláteis. Os tratamentos de normalização foram aplicados a cada amostra, usando um fator de correção (área total) que ajusta as intensidades de pico e reduz desvios indesejados entre as amostras, permitindo sua comparação. Os resultados foram exibidos como um mapa de calor agrupado, utilizando Correlação de Pearson para verificar a interação entre os compostos de cada torra e análise de Cluster para analisar os agrupamentos

dos compostos e atributos simultaneamente, de forma sintética. Para explorar o conjunto de dados multidimensionais, a análise discriminante por quadrados mínimos parciais (PLS-DA – *Partial Least Squares Discriminant Analysis*) foi utilizada após a análise de variância considerando ($p < 0,05$). A análise de componentes principais (ACP) foi aplicada aos dados analíticos expressos em percentagens relativas (com base na matriz de correlação de Pearson) para observar as diferenças entre as amostras de bebidas de café. As análises multivariadas foram realizadas no software MetaboAnalyst versão 5.0 (XIA e WISHART, 2016).

III.3 Resultados e discussão

III.3.1 *Compostos não voláteis*

Na Tabela III.1, podemos observar que as que os teores de umidade estão de acordo com a legislação brasileira, que permite percentual máximo de 5% para café torrado e moído (BRASIL, 2005; ABIC, 2021). O pH da bebida de café aumentou na medida em que o grau de torrefação tornou-se mais escuro, variando de 5,23 a 5,93. Esses resultados estão de acordo com outros estudos, sendo considerados adequados para amostras de *Coffea arabica,* (SCHMIDT, MIGLIORANZA e PRUDÊNCIO, 2008; SOMPORN et al., 2011). Segundo Ginz et al (2000) o pH do café ocorre, em grande parte, devido à formação de ácidos alifáticos durante a torra, um mecanismo que depende de compostos precursores como a sacarose. A acidez titulável total (ATT), como era de se esperar, apresentou padrão inverso, diminuindo com o aumento da intensidade de torrefação. A acidez na torra moderadamente escura diminuiu significativamente ($p < 0,05$) em relação às torras média e média-clara que não diferiram entre si. Normalmente, a torra clara apresenta acidez acentuada, aroma e sabor suaves e menor amargor; já a torra média acentua o aroma e o sabor e a torra escura e diminui a acidez, acentuando o sabor amargo na bebida (ALVES, 2012). Estudos realizados por Gloess et al (2013) e Wang et al (2016) confirmam que a intensidade de aroma e a acidez da bebida estão correlacionadas, sugerindo que quanto maior a acidez, melhor a percepção da qualidade sensorial da bebida.

Os teores SST estão relacionados com a extração dos compostos químicos presentes no pó do café que são passados para a água durante a extração, sendo responsáveis pelo atributo sensorial denominado “corpo da bebida” (DO NASCIMENTO et al., 2007; EASTO e WILLHOFF, 2017; CORDOBA et al., 2020). O maior teor de SST foi observado na torra mod. escura (2,7 °Brix), seguido das torras média (1,97 °Brix) e média-clara (1,43 °Brix) (Tabela

III.1), o que está de acordo com o fato de que torras mais escuras proporcionam maior extratabilidade de sólidos para a bebida (FARAH et al., 2006).

Em relação aos açúcares redutores, observamos uma redução significativa no teor conforme o aumento do grau de torra, o que já era esperado, pois os açúcares redutores participam das reações de Maillard, que ocorrem durante o processo de torrefação. Seu teor também desempenha papel importante no aroma e sabor da bebida (FARAH, 2019; MAYER e GROSCH, 2001; SOMPORN et al., 2011).

Tabela III.1 Teores de umidade, pH, acidez titulável, sólidos solúveis, açúcares redutores, cafeína e trigonelina em uma amostra de café em pó torrado em três intensidades e nas suas bebidas

ANÁLISES	Torra média-clara #65		Torra média #55		Torra mod. escura #45	
	Café em pó (g/100g)	**Bebida** (mg/100mL)	**Café em pó** (g/100g)	**Bebida** (mg/100mL)	**Café em pó** (g/100g)	**Bebida** (mg/100mL)
Umidade	2,61 ± 0,03^{A}	-	2,45 ± 0,02^{B}	-	2,06 ± 0,02^{C}	-
pH	4,83 ± 0,0^{B}	5,23 ± 0,02^{C}	4,96 ± 0,0^{B}	5,72 ± 0,02^{B}	5,21 ± 0,0^{A}	5,96 ± 0,03^{A}
ATT	147 ± 0,04^{A}	-	141 ± 0,02^{A}	-	124 ± 0,02^{B}	-
SST (°Brix)	-	1,43 ± 0,00^{C}	-	1,97 ± 0,06^{B}	-	2,70 ± 0,06^{A}
ART	-	1,87 ± 0,02^{A}	-	1,82 ± 0,02^{B}	-	1,57 ± 0,02^{C}
Cafeína	1,22 ± 0,02^{B}	54,39 ± 0,24^{C}	1,26 ± 0,02^{A}	74,66 ± 0,16^{B}	1,28 ± 0,01^{A}	87,36 ± 0,30^{A}
Trigonelina	1,04 ± 0,02^{A}	63,02 ± 0,38^{A}	0,95 ± 0,00^{B}	61,74 ± 0,22^{B}	0,80 ± 0,01^{C}	52,13 ± 0,26^{C}

Nota: Médias ± desvio padrão (N = 3). Letras diferentes na mesma linha indicam diferença estatística pelo teste de *Tukey* (p < 0,05) entre pó e/ou bebida de café em perfis de torra diferentes. ATT: acidez titulável total; SST: sólidos solúveis totais; ART: açúcares redutores totais.

A cafeína não é alterada de forma expressiva durante a torrefação do café, mas pequenas perdas podem ocorrer devido à sublimação, embora um aumento relativo no teor de cafeína possa ser observado devido à perda de outros compostos (FARAH, 2019). Nos cafés em pó os teores variaram foram de 1,22, 1,26 e 1,28 g/100g para as torras média-clara, média e mod. escura, respectivamente, mostrando diferença significativa apenas na torra média clara, com a menor quantidade, quando comprada com a torra média e moderadamente escura devido à degradação de outros compostos (Tabela III.1), em conformidade com a literatura (FARAH e DE PAULA LIMA, 2019). Nas bebidas, os teores foram de 54,4, 74,7 e 87,4 mg/100 mL para as torras média-clara, média e mod. escura, respectivamente. Considerando a elevada solubilidade da cafeína em água quente, durante a extração, o percentual de extração,

considerando a proporção de 1:10 (10 g de café em pó água 100 mL de água), foi de 45% na torra média-clara, 59% na torra média e 68% na torra mod. escura. Este aumento de cafeína na bebida da torra moderadamente escura está em conformidade com os teores de só SST e pode ser explicado da mesma forma. Apesar de sua natureza amarga, é relatado que a cafeína é responsável por não mais do que 10 a 20% do amargor percebido na bebida de café (FLAMENT; BESSIÈRE-THOMAS, 2002), mas ele torna-se importante quando apresenta um nível moderado junto aos outros atributos sensoriais do café, pois proporciona sensação de potencialização dos mesmos (RIBEIRO et al., 2014).

Em relação aos teores de trigonelina (Tabela III.1), no café em pó a torra média-clara obteve 1,04 g/100g (g/100 g) sendo 8,6% e 23,1% mais elevado em relação às torras média e mod. escura, respectivamente, em conformidade com valores encontrados na literatura (RODARTE, 2008). Considerando a elevada solubilidade em água quente, o percentual de extração na bebida da torra média-clara foi de 61% (63,0 mg/100 mL), na torra média, 65% (61,7 mg/100 mL) e na torra mod. Escura, 68% (52,1 mg/100 mL). A trigonelina é um alcaloide derivado da metilação enzimática do ácido nicotínico, sendo precursor de diferentes classes de compostos não voláteis e voláteis durante a torrefação. Possui sabor ligeiramente amargo, que corresponde a cerca de um quarto da contribuição da cafeína para o amargor da bebida (FARAH, FERREIRA e VIEIRA, 2019). O teor de trigonelina também pode estar relacionado com a qualidade da bebida, sendo que uma maior concentração deste composto foi associada a melhores notas na análise de *cupping* (FARAH et al., 2006; LAUKALĒJA e KRUMA, 2019).

Os teores de nove isômeros de ácidos clorogênicos (CGA) quantificados no café em pó e na bebida, nos três diferentes perfis de torras, também encontram na tabela (Tabela III.2). Os teores totais de CGA somados variaram entre 1378,5 e 2190,7 mg/100g no pó e nas bebidas entre 108,3 e 127,1 mg/100 mL, tendo uma redução significativa com o aumento do grau de torra. O teor de lactonas majoritárias (3-CQL e 4-CQL) somadas apresentou o mesmo perfil e variou entre 340,2 e 260,6 mg/100g no pó e entre 12,9 e 33,4 mg/100 mL nas bebidas. O percentual de extração total de CGA nas bebidas foi de 57%, 61% e 74%, para as três torras, respectivamente. O isômero 5-CQA foi majoritário em todas as amostras. Nos cafés em pó e nas suas bebidas, representou 36% na torra média-clara tanto no pó como na bebida, 35% e 37% na torra média, respectivamente e 22% no pó e 32% na bebida de torra moderadamente escura, o que demonstra alta solubilidade desse composto devido à esterificação do ácido cafeico com a molécula de ácido quínico que se assemelha à da glicose.

Tabela III.2 Teores de ácidos clorogênicos e lactonas em uma amostra de café em pó torrado em três intensidades e nas suas bebidas

COMPOSTOS	Torra média-clara #65		Torra média #55		Torra mod. escura #45	
	Café em pó (mg/100 g)	**Bebida** (mg/100 mL)	**Café em pó** (mg/100 g)	**Bebida** (mg/100 mL)	**Café em pó** (mg/100 g)	**Bebida** (mg/100 mL)
3-CQA	443,30 ± 0,77^{A}	30,13 ± 0,18^{A}	382,35 ± 0,31^{B}	27,20± 0,10^{B}	309,98 ± 0,71^{C}	24,31 ± 0,05^{C}
4-CQA	594,09 ± 1,91^{C}	30,47 ± 0,29^{A}	474,57 ± 3,03^{A}	29.29 ± 0.25^{B}	317.64 ± 1,17^{B}	25,02 ± 0,24^{C}
5-CQA	901,37 ± 2,17^{A}	53,13 ± 0,17^{B}	876,23 ± 1,15^{B}	54,31 ± 0,18^{A}	567,23 ± 1,57^{C}	46,47 ± 0,25^{C}
3-FQA	17,21 ± 0,10^{A}	1,18 ± 0,03^{A}	16,29 ± 0,39^{B}	0,79 ± 0,02^{B}	15,63 ± 0,48^{B}	0,83 ± 0,02^{B}
4-FQA	39,04 ± 0,54^{A}	2,61 ± 0,02^{A}	36,63 ± 1,05^{AB}	2,42 ± 0,01^{B}	35,03 ± 1,50^{B}	2,22 ± 0,02^{C}
5-FQA	97,51 ± 0,32^{A}	5,91 ± 0,01^{A}	93,01 ± 0,30^{B}	5,98 ± 0,03^{A}	77,36 ± 0,39^{C}	5,44 ± 0,03^{B}
3,4-diCQA	37,62 ± 0,13^{A}	1,58 ± 0,01^{A}	27,42 ± 0,26^{B}	1,57 ± 0,01^{A}	22,73 ± 0,12^{C}	1,56 ± 0,01^{A}
3,5-diCQA	28,45 ± 0,19^{A}	1,01 ± 0,02^{B}	21,52 ± 0,11^{B}	1,11 ± 0,02^{A}	16,31 ± 0,10^{C}	1,09 ± 0,01^{A}
4,5-diCQA	32,17 ± 0,25^{A}	1,11 ± 0,01^{B}	19,84 ± 0,07^{B}	1,30 ± 0,01^{A}	16,60 ± 0,04^{C}	1,35 ± 0,02^{A}
3-CQL	177,60 ± 0,87^{A}	11,67 ± 0,03^{A}	159,85 ± 1,08^{B}	8,56 ± 0,04^{B}	155,63 ± 1,21^{C}	7,78 ± 0,02^{C}
4-CQL	162,55 ± 1,23^{A}	7,50 ± 0,02^{A}	133,35 ± 1,13^{B}	5,71 ± 0,04^{B}	104,98 ± 0,93^{C}	5,14 ± 0,03^{C}
CGA total	**2530,90 ± 2,65^{A}**	**146,29 ± 0,12^{A}**	**2241,06 ± 0,41^{B}**	**138,24 ± 0,07^{B}**	**1639,12 ± 1,58^{C}**	**121,20± 0,10^{C}**

Nota: Médias ± desvio padrão (N = 3). Letras diferentes na mesma linha indicam diferença estatística pelo teste de *Tukey* (p < 0,05) entre bebida e/ou pó de café em torras diferentes. 3-CQA: ácido 3-cafeoilquínico; 4-CQA: ácido 4-cafeoilquínico; 5-CQA: ácido 5-cafeoilquínico; 3-CQL: 3-cafeoilquinolactona; 4-CQL: 4-cafeoilquinolactona; 3-FQA: ácido 3-feruloilquínico; 4-FQA: ácido 4-feruloilquínico; 5-FQA: ácido 5-feruloilquínico; 3,4-diCQA: ácido 3,4-dicafeoilquínico; 3,5-diCQA: ácido 3,5-dicafeoilquínico; 4,5-diCQA: ácido 4,5-dicafeoilquínico; CGA: ácidos clorogênicos.

Já está amplamente descrito na literatura que o aumento do grau de torrefação reduz o teor de ácidos clorogênicos, além de outros compostos que são degradados no processo (FARAH et al., 2005; DUARTE, PEREIRA e FARAH, 2010). A perda de ácidos clorogênicos observada durante a torrefação pode chegar a 95% em torras mais escuras, em função do aquecimento que ocasiona o rompimento de ligações covalentes carbono-carbono, resultando na isomerização nos estágios iniciais do processo de torrefação e epimerização, lactonização e degradação desses compostos (FARAH et al., 2006; FARAH e DONANGELO, 2006).

A degradação destes ácidos resulta na formação de substâncias fenólicas que causam adstringência na boca, podendo contribuir positivamente para o sabor do café quando em baixa concentração (FARAH, 2019), mas em altas concentrações pode, junto a seus produtos de oxidação, interferir no sabor, desvalorizando a bebida final (FARAH et al, 2006; TOCI e FARAH, 2008; CLIFFORD, 2012). Além disso, as lactonas, formadas a partir de alguns ácidos clorogênicos, possuem um impacto importante sobre o amargor típico da bebida do café (FARAH et al., 2005; PERRONE et al., 2008). Diversos compostos aromáticos são originados

dos ácidos clorogênicos durante o processo de torrefação, tais como os ácidos cafeico, ferúlico e quínico, além de catecóis e fenóis (FARAH, 2019; YERETZIAN et al., 2019). Tais derivados podem conferir notas sensoriais agradáveis ou desagradáveis, dependendo do composto e da concentração, tendendo a uma nota desagradável à medida que suas concentrações aumentam ou mediante oxidação (FARAH, 2019b).

III.3.2 *Compostos voláteis e características de odor*

Foi possível identificar propriamente 70 compostos no total, o equivalente a cerca de 99% da área total dos picos dos cromatogramas (Tabela III.3). Entre estes, 66 compostos foram identificados nos cafés em pó e apenas 32 nas bebidas, devido à baixa solubilidade de alguns compostos. Os compostos foram agrupados, em ordem de abundância da área relativa total, nas seguintes classes químicas: 11 furanos, 11 pirazinas, 6 aldeídos, 16 cetonas, 5 piridinas, 6 fenóis, 4 ácidos, 3 furanonas, 4 pirróis, 1 terpeno, 1 álcool, 1 heterocíclico N, e 1 dioxolano. Todas as amostras estudadas apresentaram perfis semelhantes. No entanto, as diferenças nas áreas totais entre os graus de torrefação foram mostradas na Tabela III.3. Para que seja feita a transferência dos sabores e aromas presentes no café em pó faz-se necessário o contato eficiente entre a água e os sólidos do café torrado e moído (PETRACCO, 2001; MORONEY et al., 2016). O aroma do café pode impactar positiva ou negativamente o sabor final da bebida, dependendo, dentre outros fatores, da concentração e, principalmente, do seu poder odorífico (TOCI e FARAH, 2014; FARAH, 2019b), o qual não foi avaliado no presente estudo.

Tabela III.3 Área relativa (%) de compostos voláteis identificados em uma amostra de café em pó torrado em três intensidades e nas suas respectivas bebidas

	Compostos em café torrado Nome IUPAC	[a]IRE	[b]IRL	Descrição de aroma	#65 Pó	#65 Beb.	#55 Pó	#55 Beb.	#45 Pó	#45 Beb.
	FURANOS				[c](% área relativa)					
01	Furano	494	498	Picante, defumado, canela (leve)[2]	0,11	n.d.	0,04	n.d.	0,13	n.d.
02	2-metilfurano*	606	594	Picante, queimado, etéreo (leve), gasolina, acetona, chocolate[1,2,3]	1,84	0,45	0,07	0,70	2,62	1,26
03	2,5-dimetilfurano	707	697	Picante, fumaça, etéreo[1,2]	0,79	n.d.	0,96	n.d.	0,72	n.d.
04	2-etenilfurano	725	712	Fenólico, etéreo, cacau[5]	0,20	n.d.	0,11	n.d.	0,28	n.d.
05	2-(metoximetil)-furano	845	845	Mostarda, nozes, café, fenólico[2]	0,53	n.d.	0,29	n.d.	0,41	n.d.
06	2-furanometanol	859	830	Oleoso, queimado, doce, caramelo[1]	14,68	17,06	15,84	16,37	13,66	15,42
07	furfuril formato*	902	905	Etéreo[3]	1,07	1,33	1,12	1,21	1,42	1,05
08	acetato 2-furanometanol*	995	966	Cebola, alho, picante, sulfuroso[2]	4,69	15,49	5,09	18,74	6,90	28,97
09	2-(furan-2-ilmetil)furano	1088	1062	Pungente, frutado[1,2]	0,32	1,50	0,36	1,29	0,57	2,45
10	propionato de furfuril	1096	1096	Etéreo[1,2]	0,23	n.d.	0,20	n.d.	0,33	0,97

11	2-(2-furanilmetil)-5-metilfurano	1190	1195	Terroso, cogumelo[1]	0,09	0,59	0,07	0,48	0,15	0,91
	Furanos - área relativa total				**24,55**	**36,42**	**24,15**	**38,79**	**27,19**	**51,03**
	PIRAZINAS									
12	2-metilpirazina*	831	801	Nozes, cacau, verde, torrado, chocolate[1,2]	6,77	5,79	7,02	4,42	7,22	2,44
13	2,6-dimetilpirazina*	917	889	Nozes, café, chocolate, cacau, torrado[1,2,4]	9,31	9,06	9,63	6,86	9,34	5,44
14	2-etilpirazina*	921	892	Manteiga de amendoim, nozes, amadeirado[1,3]	3,24	2,10	3,50	2,21	3,81	1,41
15	2,3-dimetilpirazina*	925	897	Nozes, cacau, manteiga de amendoim, caramelo, verde[1,2,3,4]	0,82	n.d.	0,92	n.d.	1,03	n.d.
16	2-etenilpirazina*	946	907	Nozes, amanteigado, amendoim, chocolate[2]	0,27	n.d.	0,19	n.d.	0,24	n.d.
17	2,3,5-trimetilpirazina	1004	983	Batata assada, nozes torradas[1]	0,58	n.d.	1,12	1,56	1,36	1,13
18	2-etil-5-metilpirazina*	1005	975	Nozes, torrado, gorduroso[1]	2,15	1,25	1,25	1,43	1,30	1,21
19	acetilpirazina	1023	998	Torrado, nozes, pão[1]	0,25	n.d.	0,26	n.d.	0,28	n.d.
20	3-etil-2,5-dimetilpirazina*	1082	1055	Terroso, batata cozida, torrado[1,2]	1,07	2,14	1,13	2,31	1,54	1,61
21	6,7-dihidro-5-metil-5H-ciclopentapirazina*	1149	1110	Nozes torradas, terroso, batata assada, amendoim, torrado[3]	0,23	n.d.	0,24	n.d.	0,32	n.d.
22	3,5-dietil-2-metilpirazina*	1162	1138	Nozes, vegetais[1]	0,06	n.d.	0,07	n.d.	0,12	n.d.
	Pirazinas - área relativa total				**24,75**	**20,34**	**25,33**	**18,79**	**26.56**	**13,24**
	ALDEÍDOS									
23	2-metilpropanal*	552	540	Tostado, queijo, chocolate amargo, etéreo, frutado, malte, pungente[2,3]	0,32	3,03	0,13	n.d.	0,37	n.d.
24	3-metilbutanal*	652	633	Frutado, amêndoa, tostado, etéreo, chocolate, pêssego, gorduroso[2,3]	0,66	0,60	0,36	0,39	0,88	0,34
25	2-metilbutanal*	662	650	Amêndoas, cacau, torrado, café[1,2,3]	n.d.	0,61	n.d.	0,54	n.d.	0,46
26	furano-2-carbaldeído*	833	829	Doce, amadeirado, pão[1,3]	6,45	11,96	6,27	14,74	3,68	5,58
27	5-metil-2-furancarbaldeído	965	933	Doce-picante, caramelo[2,3]	6,00	12,03	5,86	12,00	4,68	7,09
28	1-metilpirrol-2-carbaldeído	1016	1016	Queimado[2]	1,34	1,80	1,33	2,25	1,45	2,06
	Aldeídos - área relativa total				**14,77**	**30,03**	**13,95**	**29,92**	**11,06**	**15,53**
	CETONAS									
29	2,3-butanediona*	595	565	Amanteigado, cremoso, doce, baunilha[1,3]	0,63	n.d.	0,27	n.d.	0,60	n.d.
30	2-butanona	598	575	Medicinal, etéreo[2]	0,56	n.d.	0,08	n.d.	0,59	n.d.
31	1-hidroxipropan-2-ona	665	646	Doce, café[1,2]	2,87	n.d.	2,87	n.d.	0,75	n.d.
32	3-pentanona	688	675	Agradável, etéreo-quente[2]	0,11	n.d.	0,07	n.d.	0,12	n.d.
33	pentano-2,3-diona*	698	669	Doce, amanteigado, caramelo[1,3,4]	1,58	1.02	0,91	0.76	1,22	0.48
34	(E)penten-2,3-ona	733	713	Nozes, frutado, folha verde, floral[2]	0,22	n.d.	0,11	n.d.	0,27	n.d.
35	1-hidroxibutano-2-ona*	748	748	Doce, café[4]	0,38	n.d.	0,34	n.d.	0,20	n.d.
36	3,4-hexanediona	777	777	Aromático, torrado, amanteigado, nozes, caramelo, pungente[1]	0,37	n.d.	0,09	n.d.	0,29	n.d.
37	3-hexanona	784	765	Eteral, uva, vinho[1]	0,10	n.d.	0,09	n.d.	0,13	n.d.
38	2-metilciclopent-2-en-1-ona	913	881	Torrado[1,2]	0,18	n.d.	0,18	n.d.	0,38	n.d.
39	hexano-2,5-diona	921	894	Gorduroso[1]	0,24	n.d.	0,25	n.d.	0,26	n.d.
40	1-(acetiloxi)-2-butanona	967	934	Torrado[1,2]	1,11	n.d.	1,25	n.d.	1,38	n.d.
41	3-metilciclopentano-1,2-diona	1043	1043	Picante, caramelo, maçã, doce, queimado[1,6]	0,35	n.d.	0,33	n.d.	0,41	n.d.
42	1-(1H-pirrol-2-il)-etanona	1064	1030	Fumaça, picante[1,2]	0,45	n.d.	0,53	n.d.	0,68	0,85
43	3-etil-2-hidroxi-5-metil-2-ciclopenten-1-ona	1091	1130	Doce, malte[1,2]	0,29	n.d.	0,19	n.d.	0,65	n.d.
44	1-(1H-pirazol-1-il)-2-propanona	-	-	Doce, frutado, rum[6]	0,37	n.d.	0,24	n.d.	0,34	n.d.

	Cetonas - área relativa total				**9,81**	**1,02**	**7,80**	**0,76**	**8,27**	**1,33**
	PIRIDINAS									
45	Pirimidina	736	736	Amargo, adstringente, torrado, queimado[1,2]	0,55	n.d.	0,48	n.d.	0,66	n.d.
46	Piridina	746	732	Azedo, adstringente, pútrido, amargo, torrado[3,4]	5,87	2,92	5,10	2,50	7,43	2,96
47	3-metilpiridina	863	861	Verde, terroso, avelã[2]	0,21	n.d.	0,19	n.d.	0,25	n.d.
48	3-etilpiridina	959	934	Tabaco, caramelo queimado[1,2]	n.d.	n.d.	0,08	n.d.	0,20	n.d.
49	*n*-acetil-4(H)-piridina	1038	1038	Queimado[6]	0,53	n.d.	0,61	n.d.	0,77	n.d.
	Piridinas - área relativa total				**7,16**	**2,92**	**6,46**	**2,50**	**9,31**	**2,96**
	FENÓIS									
50	acetato 2-oxopropil	870	837	Frutado[1]	6,05	1,92	7,01	1,72	7,53	1,43
51	3-metilfenol	1075	1055	Fenólico, alcatrão, couro, medicinal[1,2]	0,46	1,85	0,48	1,38	0,72	1,58
52	2-metoxifenol (guaiacol)*	1089	1063	Doce, levemente fenólico[1]	0,70	n.d.	0,53	n.d.	0,85	n.d.
53	3-metoxibenzenotiol	1246	1246	Carne defumada, doce, picante, fenólico[1,2]	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	0,54
54	4-etil-2-metoxifenol	1282	1287	Doce, picante, medicinal[1,2,5]	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	0,28
55	4-etenil-2-metoxifenol	1317	1285	Picante, maçã, rum, amendoim torrado[1]	0,18	n.d.	0,23	0,28	0,29	0,75
	Fenóis - área relativa total				**7,39**	**3,77**	**8,25**	**3,38**	**9,39**	**4,58**
	ÁCIDOS									
56	ácido acético	610	600	Pungente, vinagre[1,4]	4,36	n.d.	6,97	n.d.	1,29	n.d.
57	ácido propanóico	700	668	Pungente, rançoso, ácido, vinagre[1,4]	0,34	n.d.	n.d.	n.d.	0,31	n.d.
58	3-metil ácido butanoico*	863	830	Rançoso, queijo, azedo, fermentado[1,2,3]	1,32	n.d.	1,53	n.d.	0,88	n.d.
59	3-metil-2 ácido butenoico*	953	1027	Verde, fenólico, laticínios[1]	0,42	n.d.	0,30	n.d.	0,21	n.d.
	Ácidos - área relativa total				**6,44**	**0,0**	**8,80**	**0,0**	**2,69**	**0,0**
	FURANONAS									
60	2-metiloxolan-3-ona	809	776	Cremoso, caramelo[1,2]	2,49	0,30	2,22	0,41	2,16	n.d.
61	2-(metilsulfanilmetil)furano	995	995	Cebola, alho, mostarda[1,6]	n.d.	2,40	n.d.	1,14	n.d.	1,84
62	2-(2-hidroxi-3-oxobutan-2-il)-2,5-dimetilfuran-3-ona	-	-	Doce, torrado[1]	0,65	n.d.	0,53	n.d.	0,56	n.d.
	Furanonas - área relativa total				**3,14**	**2,71**	**2,75**	**1,55**	**2,72**	**1,84**
	PIRRÓIS									
63	1-metilpirrol	743	717	Fumaça, madeira, ervas[1,2]	0,48	0,50	0,29	0,46	0,75	0,43
64	1H-pirrol	755	733	Doce, quente-etéreo, clorofórmio[1,2]	0,27	n.d.	0,25	n.d.	0,29	n.d.
65	2,5-dimetil-1H-pirrol	842	842	Nozes, torrado[1,2]	0,16	n.d.	0,71	n.d.	0,33	n.d.
66	1-(2-furanilmetil)-1H-pirrol	1187	1153	Vegetais, cebola, metálico, frutado[1]	0,23	1,37	0,35	1,40	0,46	1,84
	Pirróis - área relativa total				**1,14**	**1,87**	**1,60**	**1,86**	**1,83**	**2,27**
	TERPENOS									
67	1-metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno (limoneno)*	1030	1016	Doce, cítrico, fresco[1]	0,21	0,93	0,30	2,45	0,24	7,22
	ÁLCOOIS									
68	3-hidroxi-2-metilpiran-4-ona	1110	1087	Caramelo, frutado[1]	0,36	n.d.	0,34	n.d.	0,39	n.d.
	HETEROCÍCLICOS N									
69	metilbenzeno (tolueno)	763	773	Frutado, doce[1,2]	0,13	n.d.	0,14	n.d.	0,21	n.d.
	DIOXOLANOS									
70	2,4,5-trimetil-1,3-dioxolano	742	745	---	0,15	n.d.	0,13	n.d.	0,14	n.d.

Nota: [a]IRE: Índice de Retenção Experimental; [b]IRL: Índice de Retenção da Literatura; [c]Percentagem relativa de cada área (N = 3); n.d.: não detectado. *Composto de impacto. Perfil de torra #65: médio-claro; #55: médio; #45:

moderadamente escuro. [1]Burdock (2016); [2]Flament e Bessière-Thomas (2002); [3]Yeretzian et al (2019); [4]Caporaso et al (2018); [5]http://www.flavornet.org; [6]http://webbook.nist.gov/chemistry.

Entre os principais compostos voláteis de impacto responsáveis pelo aroma e sabor característicos da bebida do café, segundo dados amplamente publicados na literatura (MAYER, CZERNY e GROSCH, 2000; FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; FISK et al., 2012; TOCI e FARAH, 2014; ALVES, 2012), 22 foram identificados nos pós analisados. Em ordem de abundância, são eles: 2-metilfurano, acetato 2-furanometanol, furfuril formato (furanos), 2,6-dimetilpirazina, 2-metilpirazina, 2-etilpirazina, 2-etil-5-metilpirazina, 3-etil-2,5-dimetilpirazina, 2,3-dimetilpirazina, 2-etenilpirazina, 6,7-dihidro-5-metil-5H-ciclopentapirazina, 3,5-dietil-2-metilpirazina (pirazinas), furano-2-carbaldeído, 3-metilbutanal, 2-metilpropanal, (aldeídos), pentano-2,3-diona, 2,3-butanediona, 1-hidroxibutano-2-ona (cetonas), 2-metoxifenol (fenol), 3-metil ácido butanoico, 3-metil-2 ácido butenoico (ácidos), limoneno (terpeno), listados na Tabela III.3, juntamente com sua descrição de odor conforme a literatura (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018; YERETZIAN et al., 2019). Destes, apenas 14 foram detectados também nas bebidas: acetato 2-furanometanol, furfuril formato, 2-metilfurano (furanos), 2,6-dimetilpirazina, 2-metilpirazina, 3-etil-2,5-dimetilpirazina, 2-etilpirazina, 2-etil-5-metilpirazina (pirazinas), furano-2-carbaldeído, 2-metilpropanal, 2-metilbutanal, 3-metilbutanal (aldeídos), pentano-2,3-diona (cetonas), limoneno (terpeno). Na extração do pó de café com água quente, espera-se que os compostos percolados em maior abundância sejam aqueles de maior polaridade, como ácidos carboxílicos, álcoois, cetonas, aldeídos e pirazinas (TOCI e BOLDRIN, 2018), como de fato foi observado em nosso estudo.

A classe do furanos foi a mais significativa na área total das amostras analisadas. Nos cafés em pó, representou 24,1% a 27,2% da área relativa e nas bebidas 36,4% a 51% devido à sua solubilidade (Tabela III.3). Dentre os compostos voláteis isolados que representaram maior percentagem da área total, o 2-furanometanol foi o mais significativo nas amostras em pó, com 14,7% na torra média-clara, 15,9% na torra média e 15,4% na torra mod. escura e nas bebidas representou 17.1% na torra média-clara, 16.4% na torra média e 13.7% na torra mod. escura. Ainda, o composto acetato 2-furanometanol nas amostras de café em pó representou 4.7% na torra média-clara, 5,1% na torra média e 6,9% na torra mod. escura e nas bebidas 15,5% na torra média-clara, 18,7% na torra média e 29% na torra mod. escura. Esses dois compostos são derivados de furano, a principal classe de compostos voláteis presentes em cafés torrados. São formados principalmente durante a reação de Maillard, mas também podem ser produtos de

outras vias, como degradação oxidativa térmica de ácidos graxos poliinsaturados, degradação de tiamina e quebra de nucleosídeos. Além disso, podem resultar da desidratação de açúcares durante a caramelização, degradação térmica de carboidratos, ácido ascórbico, ou ácidos graxos insaturados durante a torrefação (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002).

A segunda classe de compostos mais abundantes foi a de pirazinas, responsáveis por 24,7% a 26,6% nos cafés em pó. Nas bebidas, essa classe foi a terceira mais abundante, sendo responsável por 13,2% a 20,3% da área total das amostras (Tabela III.3). De acordo com dados da literatura, além de constituírem uma das principais classes em termos de concentração, as pirazinas contribuem para o aroma característico do café, por seu impacto no sabor (TOCI e FARAH, 2014), e dependendo do composto confere notas de nozes, cacau, chocolate, manteiga de amendoim, terroso, torrado e amadeirado (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018; YERETZIAN et al., 2019).

A classe dos aldeídos é formada principalmente durante a torrefação pela degradação oxidativa e reação com os açúcares (FLAMENT, 2001) Esta foi a terceira classe mais importante nas amostras, representando de 11,1% a 14,8% da área relativa total no café em pó e de 15,5% a 30% nas bebidas (Tabela III.3). Seus compostos possuem características aromáticas bem diversificadas, desde notas doces, frutadas, amendoadas, de caramelo e chocolate, até notas mais agressivas de cacau, tostado, queimado e amadeirado (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016; YERETZIAN et al., 2019), que contribuem para a complexidade do aroma do café torrado e de suas bebidas.

III.3.3 *Variações de compostos voláteis em café torrado e moído*

O mapa de calor foi gerado para mostrar as variações nos teores dos compostos voláteis em cafés torrados e moídos em três diferentes perfis de torra (médio-claro: #65, médio: #55 e moderadamente escuro: #45). Após a normalização dos dados, do total de 66 compostos identificados nos cafés em pó, 37 compostos apresentaram valor de importância da variável na projeção (VIP) superiores a 1.0, sendo selecionados como os mais discriminantes entre os perfis de torras: 5 furanos, 9 pirazinas, 3 aldeídos, 5 cetonas, 2 piridinas, 3 fenóis, 3 ácidos, 2 furanonas, 3 pirróis, 1 terpeno e 1 heterocíclico N (Figura III.1). Nos mapas de calor, as cores vermelhas indicam que os níveis de compostos voláteis foram maiores do que os níveis médios, enquanto as cores azuis indicam que foram menores. O único composto que não foi detectado na torra média-clara foi o 3-etilpiridina, com notas de tabaco e caramelo queimado (FLAMENT

e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016), que estão normalmente relacionadas com um perfil de torra mais intenso.

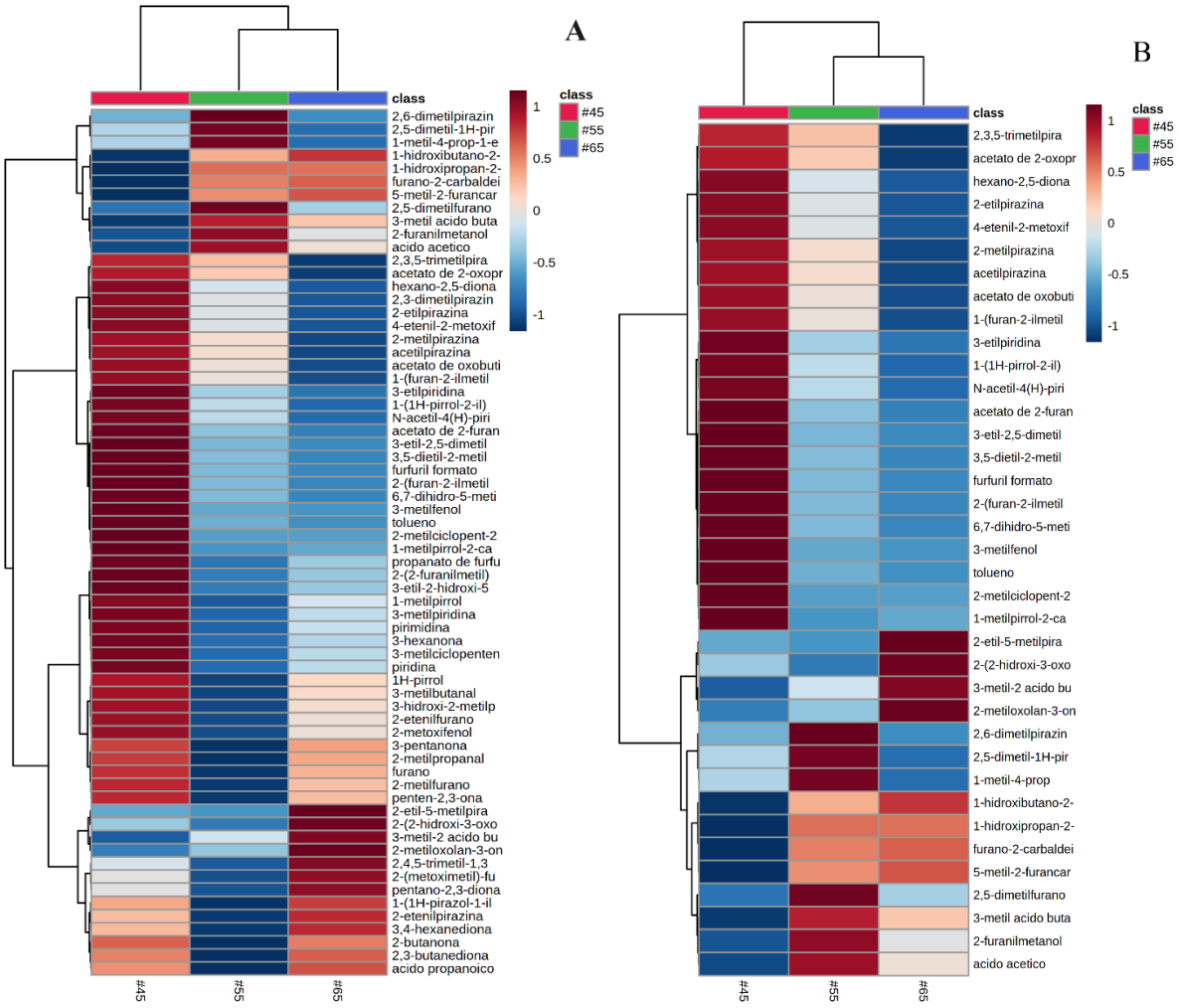


Figura III.1 Mapa de Calor gerado a partir da análise de agrupamento hierárquico (*Heatmap-AAH*), com base nos padrões de intensidade dos compostos voláteis detectados nos três perfis de torra de café arábica especial. A cor vermelha indica percentagem das áreas dos picos do cromatograma acima da média, enquanto a cor azul representa percentagem abaixo da média. A: total de compostos identificados. B: compostos de maior significância para discriminação dos graus de torrefação #65: médio claro; #55: médio; #45: moderadamente escuro.

Para explorar o conjunto de dados multidimensionais, a análise por PLS-DA foi utilizada após a análise de variância. Com base nas informações, a soma cumulativa nos eixos explicou 96,8% da variabilidade total, sendo que o componente 1 explicou 95,7% e componente 2 explicou 1,1% da variância dos compostos voláteis (Figura III.2A), mostrando clara diferenciação entre os três perfis de torra no café em pó. Os voláteis cujas áreas foram significativamente distintas entre as torras estão apresentados no gráfico da Figura III.2B. Os compostos selecionados com valor VIP > 1.0 foram determinantes para discriminar as diferentes torras, pois apresentam alto poder discriminatório entre as amostras.

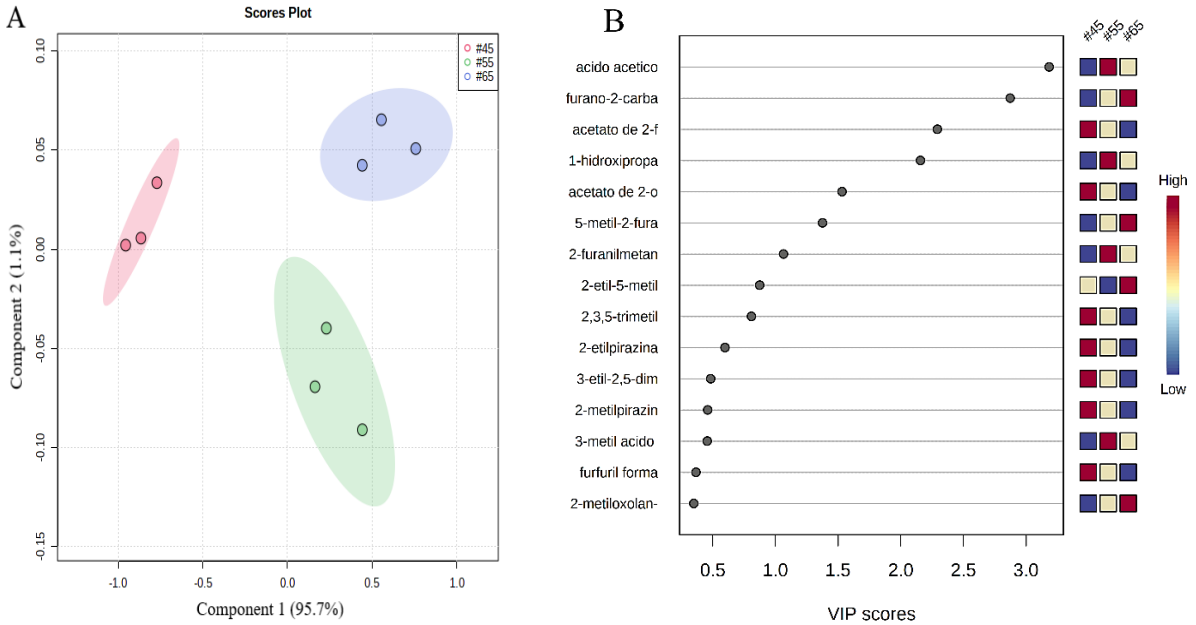


Figura III.2 Resultados da análise discriminante de mínimos quadrados parciais (PLS-DA) de perfis voláteis em amostra de café em pó em três graus de torrefação. A) Plotagem de pontuação 2D para o Componente 1 e Componente 2; as elipses representam o intervalo de confiança em torno de cada uma das amostras. B) Pontuação VIP da análise PLS-DA derivada da determinação de compostos voláteis de diferentes torras.

Na Figura III.2B podemos observar que o composto ácido acético apresentou pontuação VIP > 3.0 na torra média, demonstrando alta diferenciação entre as demais torras. Esse composto apresenta características de aroma pungente e de vinagre (BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018), sendo também identificado em outros estudos que caracterizaram o perfil aromático de cafés especiais (PICCINO et al., 2014; CAPORASO et al., 2018; PORTO, 2020), no entanto, em baixas concentrações o que, possivelmente, não prejudicou a qualidade sensorial da bebida. O composto furano-2-carbaldeído, considerado de impacto no aroma, possui notas adocicadas, amendoadas e de pão (BURDOCK, 2016; YERETZIAN et al., 2019). Ele também apresentou alto poder discriminatório entre as amostras (VIP > 2.8). Estudos realizados por Moon e Shibamoto, (2009); Nascimento, Morais e Rocha, (2003); Somporn et al., (2011); Toledo et al., (2016), que avaliaram a influência do grau de torra (clara, média e escura) na composição volátil de cafés, relataram que uma torra clara, amplamente utilizada nos Estados Unidos e em testes de *cupping* para classificação sensorial da qualidade, apresentou maior quantidade de alguns dos compostos voláteis com forte impacto no aroma, como o furano-2-carbaldeído e o pentano-2,3-diona. Este último, apesar de não ter mostrado poder discriminatório entre as amostras possui alto impacto no aroma, com notas doces, amanteigadas

e de caramelo (BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018; YERETZIAN et al., 2019), e mesmo em baixa concentração, esteve presente tanto nos cafés em pó como em suas bebidas em todos os perfis de torra.

Outros compostos que também apresentaram alto poder discriminatório entre as amostras foi o acetato 2-furanometanol (VIP > 2.0) com maior concentração na torra mod. escura com notas de cebola, alho, picante e sulfuroso, 1-hidroxipropan-2-ona (VIP > 2.0) na torra média com notas doces e de café, acetato 2-oxopropil (VIP > 1.5) na torra mod. escura com notas frutadas, 5-metil-2-furancarbaldeído (VIP > 1.5) na torra média-clara com notas doce-picante e caramelo e o composto 2-furanometanol (VIP > 1.0) na torra média com notas de oleoso, queimado, doce e caramelo (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018; YERETZIAN et al., 2019).

III.3.4 *Variações de compostos voláteis em bebidas de café filtrado*

Após a normalização dos dados, todos os 32 compostos detectados nas bebidas filtradas de café, em três diferentes perfis de torra, apresentaram VIP > 1.0 e estão apresentados no mapa de calor (Figura III.3). Os compostos foram divididos nas seguintes classes químicas: 7 furanos, 6 aldeídos, 6 pirazinas, 5 fenóis, 1 piridina, 2 cetonas, 2 furanonas, 2 pirróis e 1 terpeno. Em relação à área total dos compostos, a bebida com perfil de torra moderadamente escuro apresentou área relativa 14,2% superior à bebida de torra média e 35,4% superior ao perfil de torra média claro. Entretanto, uma maior concentração de compostos voláteis não está relacionada à maior qualidade na bebida de café, pois são percebidas principalmente notas com aromas potentes, encontrados em outros alimentos ou em materiais não comestíveis.

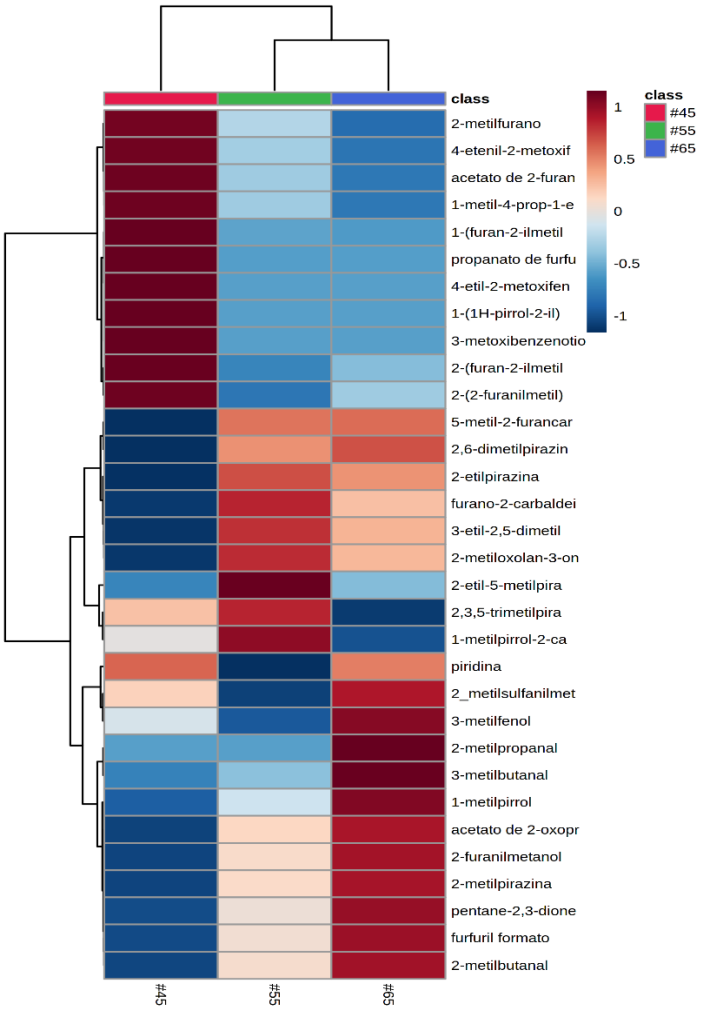


Figura III.3 Mapa de Calor gerado a partir da análise de agrupamento hierárquico (*Heatmap-AAH*) com base nos padrões de intensidade dos compostos voláteis detectados em bebidas de café filtrado a partir de uma amostra de café em três graus de torrefação. A cor vermelha indica maior percentagem em relação à área total dos picos do cromatograma, enquanto a cor azul representa uma percentagem mais baixa. #65: torra média clara; #55: torra média; #45: torra moderadamente escura.

Na análise dos resultados referentes às bebidas por PLS-DA, a soma cumulativa nos eixos mostrou 96,2% da variabilidade total, sendo que o componente 1 explicou 89,1% e o componente 2 explicou 7,1% da variância dos compostos voláteis (Figura III.4A), mostrando clara diferenciação entre as bebidas de café em três diferentes perfis de torra. Os voláteis cujas áreas foram significativamente distintas entre as torras estão apresentados no gráfico da Figura III.4B. Os compostos selecionados com valor VIP > 1.0 foram determinantes para discriminar as amostras, pois apresentam alto poder discriminatório entre as elas.

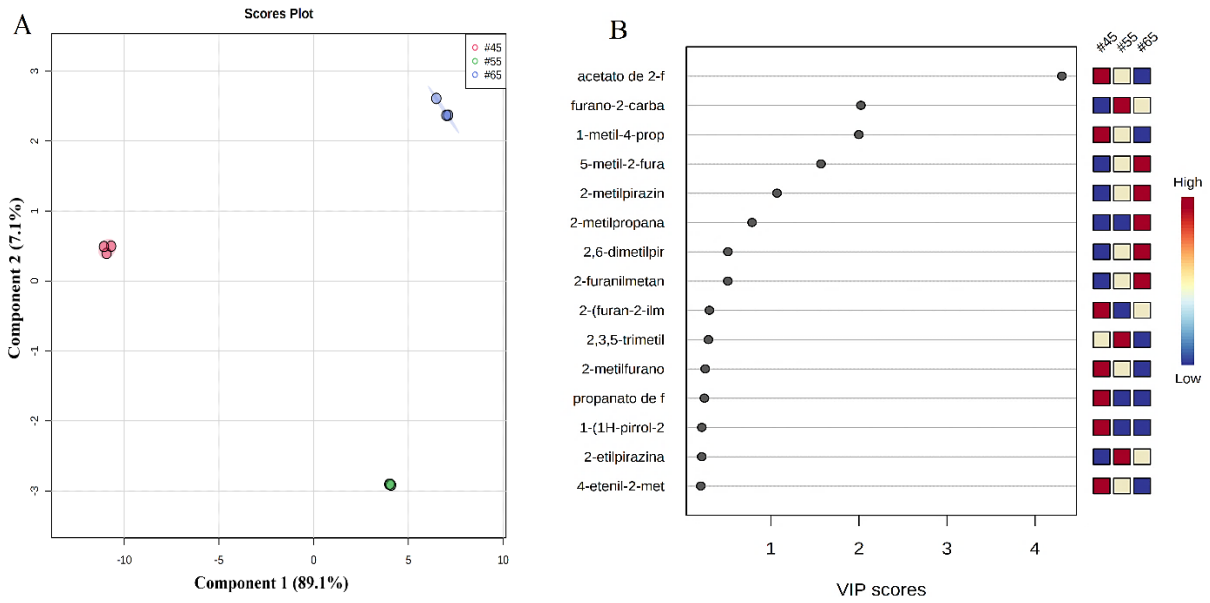


Figura III.4 Resultados da análise discriminante de mínimos quadrados parciais (PLS-DA) de perfis voláteis em amostra de bebida de café filtrado em três graus de torrefação. A) Plotagem de pontuação 2D para o Componente 1 e Componente 2; as elipses representam o intervalo de confiança em torno de cada uma das amostras. B) Pontuação VIP da análise PLS-DA derivada da determinação de compostos voláteis de bebidas de diferentes torras.

Analisando a Figura III.4B, podemos observar que o composto acetato 2-furanometanol apresentou pontuação VIP > 4.0 na torra mod. escura, demonstrando alta diferenciação entre as demais torras. Esse composto é considerado de impacto no aroma da bebida, apresentando notas de cebola, alho, picante e sulfuroso quando avaliado individualmente (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002). Este foi o composto com maior área relativa (29%) na bebida de café da torra mod. escura, enquanto na torra média seu pico correspondeu a 18,7% da área relativa total do cromatograma e na torra média-clara, 15,5% (Tabela III.3). O composto furano 2-carbaldeído, também considerado de impacto, possui notas doce, amadeirada e de pão (BURDOCK, 2016; YERETZIAN et al., 2019), apresentando pontuação VIP > 2.0 na torra média, tendo como área relativa 14,7%. Já na torra média-clara a área relativa foi de 12% e na torra mod. escura de 5,6%. O limoneno (1-metil-4-(1-metiletenil)-ciclohexeno), considerado um composto de impacto, também apresentou pontuação VIP > 2.0 e possui notas aromáticas doce, cítrica e fresca (BURDOCK, 2016). Na bebida de torra mod. escura apresentou área relativa de 7,2%, na torra média de 2,5% e na média-clara de 0,9%.

Outros compostos que podemos destacar na torra média-clara que apresentaram VIP > 1.0 foram 5-metil-2-furancarbaldeído, com notas doce, picante e caramelo, 2-metilpirazina, com notas de nozes, cacau, verde, torrado e chocolate (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016), 2-metilpropanal, o qual só foi detectado nesta amostra de bebida e apresenta notas de tostado, queijo, chocolate amargo, etéreo, frutado, malte e pungente e

(FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; YERETZIAN et al., 2019). Apesar de algumas características aromáticas parecerem negativas, esses compostos também foram detectados e relatados em outros estudos com cafés especiais (RIBEIRO et al., 2010; PICCINO et al., 2014). Vale notar que quando em conjunto com outros compostos, o resultado da caracterização odorífera pode mudar. A concentração dos compostos no café também é decisiva para o resultado positivo ou negativo para o aroma e sabor globais da bebida (FARAH, 2019a).

A análise de componentes principais (PCA) foi utilizada para obter uma descrição qualitativa facilmente interpretável das eventuais diferenças existentes no perfil aromático das bebidas da amostra de café arábica especial nos três diferentes perfis de torra. Foi realizada na matriz de 32 compostos voláteis, e os componentes principais foram construídos com o método de correlação. Os dois componentes principais explicam 100% da variabilidade total dos dados, sendo 74,7% explicados pelo primeiro componente principal (F1) e 25,3% pelo segundo componente (F2) (Figura III.5).

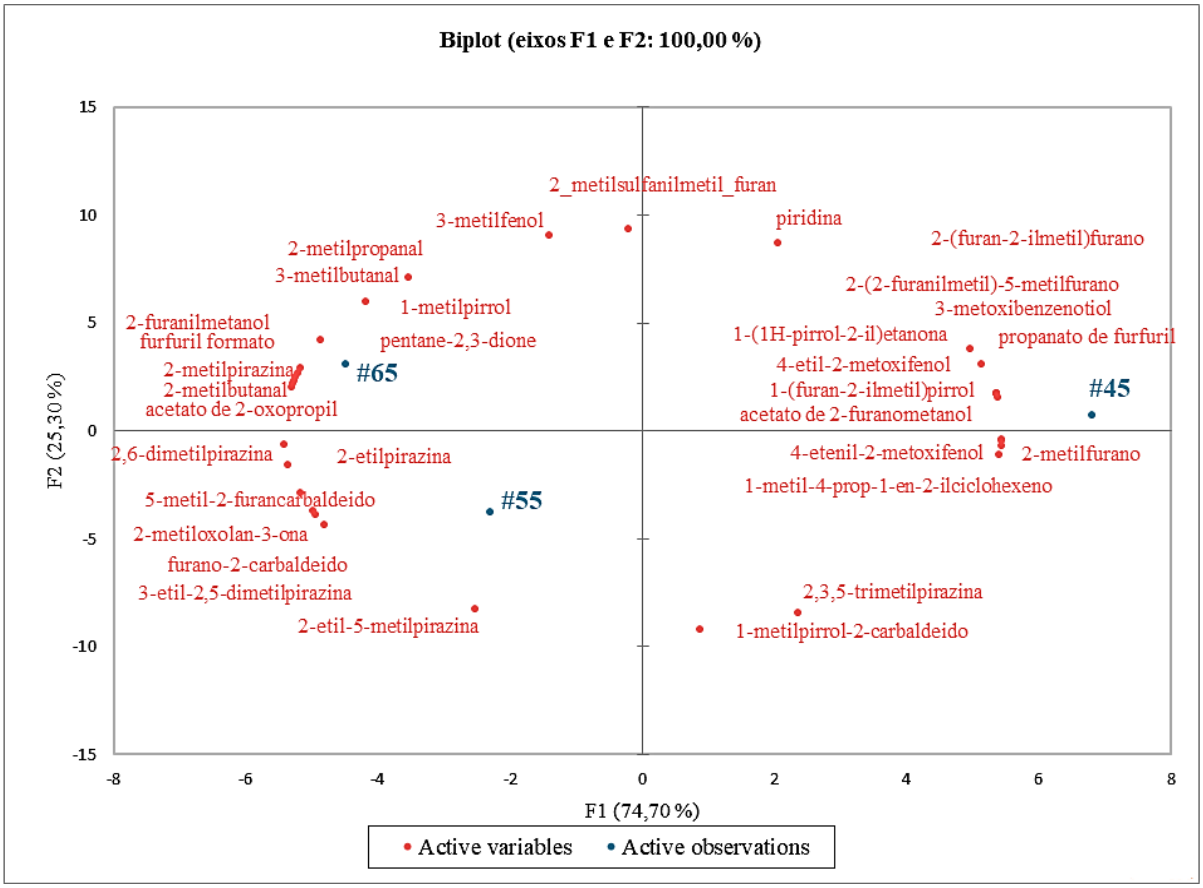


Figura III.5. Análise de componentes principais gerada a partir da correlação dos compostos voláteis detectados na bebida filtrada de café arábica especial, em três perfis de torra. #65: médio claro; #55: médio; #45: moderadamente escuro.

As amostras foram distribuídas, majoritariamente, em três quadrantes distintos, confirmando o efeito significativo da torrefação nos perfis de voláteis das bebidas de café (Figura III.5). A amostra de perfil de torra médio-claro (#65), posicionada no quadrante superior esquerdo, foi relacionada com compostos de notas aromáticas positivas como o pentano-2,3-diona, conhecido por conferir notas adocicadas, amanteigadas e carameladas; 2-metilbutanal, conferindo notas amendoadas, de cacau e de café; 2-metilpirazina, com notas de nozes, cacau, verde, torrado e chocolate; acetato de 2-oxopropil com notas frutadas; 2-furanilmetanol com notas de amêndoas, cacau, torrado, café; 3-metilbutanal notas frutadas, amêndoa, tostado, etéreo, chocolate, pêssego, gorduroso; além de outros compostos com notas menos positivas, mas ainda assim são característicos de café torrado e contribuem para o aroma característico, como furfuril formato com aroma etéreo; 2-metilpropanal com aroma tostado, queijo, chocolate amargo, etéreo, frutado, malte, pungente; 3-metilfenol com notas de fenólico, alcatrão, couro, medicinal; 2-(metilsulfanilmetil)furano com notas de cebola, alho e mostarda e

1-metilpirrol notas de fumaça, madeira e ervas (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018; YERETZIAN et al., 2019). Grande parte desses compostos apresentaram baixa percentagem relativa da área total e possuem baixos impactos odoríficos.

A amostra de perfil de torra médio (#55), posicionada no quadrante inferior esquerdo, na direção do eixo Y, foi relacionada com os compostos 2-etil-5-metilpirazina, com notas de nozes, torrado e gorduroso; 3-etil-2,5dimetilpirazina, com notas de terroso, batata cozida e torrado, furano-2-carbaldeido, conferindo notas adocicadas, amadeiradas e de pão; 2-metiloxolan-3-ona, com notas de cremoso e caramelo, 2-etilpirazina com notas de manteiga de amendoim, nozes e amadeirado; 2,6-dimetilpirazina com notas de nozes, café, chocolate, cacau, torrado; 5-metil-2-furancarbaldeído com notas doce-picante, caramelo (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018; YERETZIAN et al., 2019).

A amostra de perfil de torra moderadamente escuro (#45), posicionada no quadrante superior direito, mostrou relação, principalmente, com compostos de notas menos positivas como o propanato de furfuril (2,5-dimetilfuran-3,4(2H,5H)-diona), com aroma etéreo; 4-etil-2-metoxifenol com notas doce, picante e medicinal; 1-(2-furanilmetil)-1H-pirrol com notas de vegetais, cebola, metálico e frutado; acetato 2-furanometanol, com notas de cebola, alho, picante e sulfuroso; 3-metoxibenzenotiol, com notas de carne defumada, doce, picante, fenólico; 1-(furan-2-ilmetil)pirrol, com notas de vegetais, cebola, metálico, frutado; 2-(2-furanilmetil)-5 metilfurano com notas terrosas e de cogumelo; 2-(furan-2-ilmetil)furano com notas pungente e frutado e piridina com notas azedas, adstringente, pútrido, amargo, torrado (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016; CAPORASO et al., 2018;; YERETZIAN et al., 2019).

III.4 Conclusões

Este capítulo relatou, preliminarmente, a composição volátil e não volátil de uma amostra de café arábica especial (que será utilizada na análise sensorial nos capítulos seguintes), submetida a três perfis de torra, médio-claro, médio e moderadamente escuro, para avaliar as diferenças entre o aroma no pó e em suas respectivas bebidas obtidas pelo método de percolação com filtro (ou filtrado).

De maneira geral, os resultados confirmam que o grau de torrefação modifica o perfil de compostos não voláteis e de voláteis das sementes e, portanto, do pó e da bebida. Observou-

se que o grau de torrefação está inversamente associado aos teores totais de ácidos clorogênicos, trigonelina, açúcares redutores e acidez titulável. Nas análises de compostos voláteis, furanos, pirazinas e aldeídos foram as classes com área total mais significativa nas amostras de café em pó. Nas bebidas foram os furanos, aldeídos e pirazinas, em ordem de abundância. Vinte e dois compostos de maior impacto foram detectados nas amostras de café em pó, enquanto nas bebidas apenas 14 deles. Diferentes graus de torrefação produziram bebidas com compostos caracterizados como perfis aromáticos variando de características frutadas, adocicadas e frescas na torra mais clara, a notas amadeiradas, torradas e terrosas na torra escura. Alguns compostos foram destacados em maior concentração de área como 2-metilfurano, acetato 2-furanometanol, furfuril formato (furanos), 2,6-dimetilpirazina, 2-metilpirazina (pirazinas) e furano-2-carbaldeído, 5-metil-2-furancarbaldeído (aldeídos), tendo importância singular para cada grau de torrefação. Os compostos furano-2-carbaldeído e acetato 2-furanometanol, considerados de impacto para o aroma, o ácido acético e 1-hidroxipropan-2-ona, foram os mais discriminantes nas amostras de café em pó. Na bebida, foram os compostos acetato 2-furanometanol, furano 2-carbaldeído e limoneno, todos considerados de impacto para o aroma da bebida.

Em relação aos parâmetros de qualidade das bebidas originadas dos diferentes perfis de torra, os resultados poderão ser observados nos Capítulos IV e V.

CAPÍTULO IV

Impacto da saborização de cafés especiais com farinha da casca de cítricos sobre as características sensoriais e pontuação pelo método da SCA

IV.1 Introdução

O café é uma bebida muito apreciada em diversos países no mundo, por ser um produto natural, com diversos aromas, sabores agradáveis e benefícios à saúde. Cafés especiais e de alta qualidade vêm ganhando espaço no mercado, atendendo às demandas dos consumidores (GUIMARÃES et al., 2019; UFER, LIN e ORTEGA, 2019). Entre as espécies mais cultivadas, destaca-se o café arábica (*Coffea arábica* L.), que apresenta bebida de qualidade superior, com características sensoriais de maior apreciação e valor comercial (ICO, 2021).

No comércio de café, a avaliação da qualidade da bebida é realizada pelo método de análise sensorial para cafés especiais, denominado degustação ou prova de xícara. Para um café ser considerado especial, ele deve alçar 80 pontos ou mais na prova de xícara, ou *cupping*, utilizada pela *Specialty Coffee Association* (SCA), na qual são atribuídas notas para dez atributos de qualidade importantes para o café. Esse método é realizado por avaliadores profissionais, sendo os *Q-Graders* os mais preparados para esta finalidade, de acordo com as diretrizes e protocolo de degustação da SCA (SCA, 2015). Alguns cafés, mesmo alcançando 80 pontos e classificados como cafés especiais, possuem características menos marcantes como baixa acidez e pouca doçura, com atributos básicos de um café, sendo caracterizado como um café neutro. Segundo REVI (2019) para ser considerada especial, uma bebida de café deve apresentar equilíbrio entre seus atributos sensoriais como corpo, doçura e acidez, uma bebida rica e densa, com aroma e *flavor* pronunciados, mas balanceados.

Assim como o café, as frutas cítricas também caracterizam um importante *commodity* a nível mundial. São ricas em compostos aromáticos que caracterizam o aroma e o sabor dessas frutas. Estes são produzidos por diversas vias metabólicas durante o amadurecimento e armazenamento dos frutos após a colheita. Seus resíduos, aproximadamente 50% do seu peso total, possuem grande valor agregado, sendo utilizados na indústria de alimentos, empresas farmacêuticas e para uso doméstico (NEVES, et al., 2011; ZAKER et al., 2017; MAHATO, et al., 2018; SINGH, et al., 2020). As cascas são ricas em flavonoides e outros compostos fenólicos, carotenoides, vitaminas, além de óleos essenciais e componentes voláteis, reconhecidos por suas propriedades medicinais e aromatizantes (SHARMA et al., 2017).

É perceptível que o desenvolvimento de novos produtos com subprodutos alimentares está em constante ascensão, não somente pelo apelo sustentável, mas também pelo valor nutritivo e funcional que beneficiam a saúde humana (MAHATO et al., 2018; SINGH et al., 2020), pois a maioria dos componentes naturais, principalmente derivados de vegetais, possuem aplicações medicinais (GETACHEW et al., 2019). A utilização de subprodutos da indústria

citrícola, como a farinha da casca de frutas cítricas, ainda é limitada, principalmente em bebidas. Assim, a adição de componentes aromáticos naturais pode contribuir para melhorar a percepção sensorial de bebidas de café em diferentes graus de torrefação, pois cada torra apresenta perfis aromáticos diferentes, podendo harmonizar de forma distinta com diferentes cítricos. Contudo, torna-se fundamental a utilização de uma metodologia de análise sensorial que possibilite detectar alterações positivas e negativas nos perfis de aroma e sabor em relação ao produto original. Sendo assim, o objetivo deste capítulo foi produzir e caracterizar *blends* de cafés em diferentes graus de torrefação adicionados de farinha da casca de cítricos, determinando as melhores combinações segundo a análise de *Cupping* da SCA por avaliadores treinados.

IV.2 Materiais e métodos

IV.2.1 *Desenho experimental*

Uma amostra de café especial 100% arábica, oriunda do Cerrado Mineiro foi torrada em três diferentes graus de torrefação (médio-claro #65, médio #55 e moderadamente escuro #45) e adicionado farinha da casca de dez diferentes frutas cítricas produzidas e comercializadas no Brasil. Foi realizado o teste de *Cupping*, segundo o protocolo da SCA com cinco avaliadores profissionais (*Q-Graders*) certificados pela SCA. O desenho do estudo está representado na Figura IV.1.

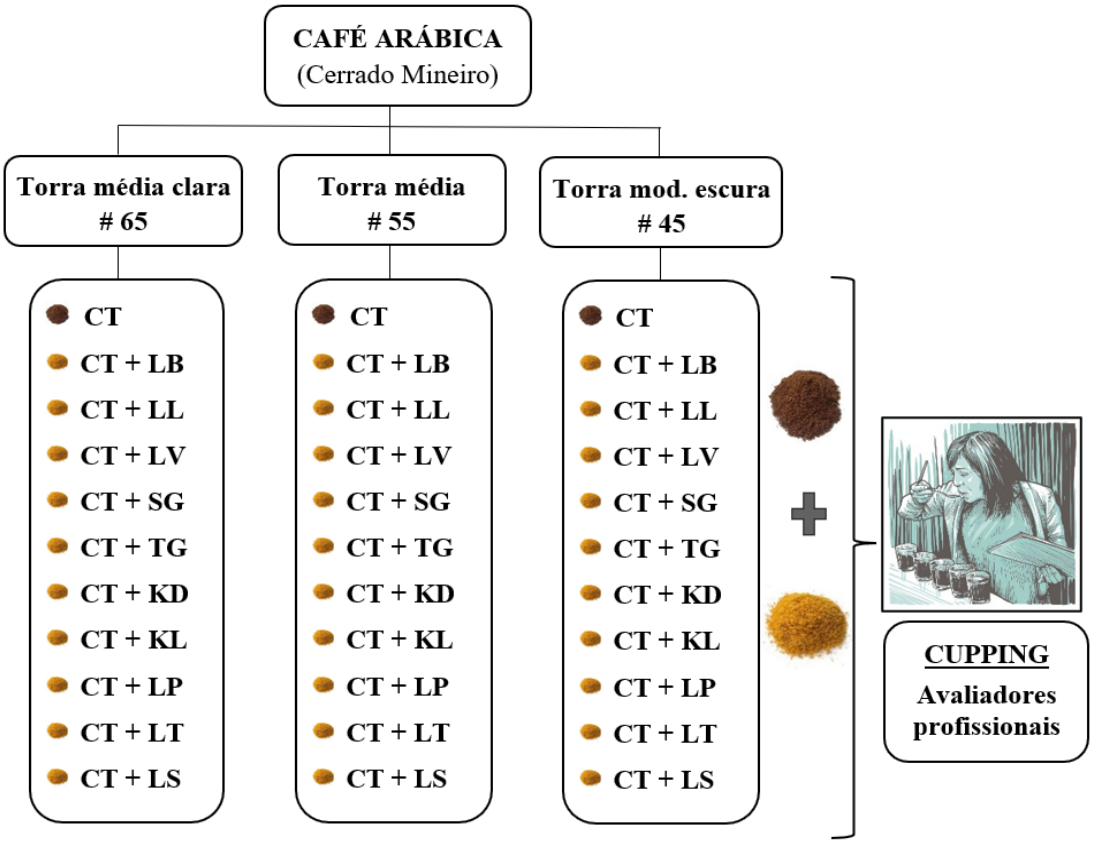


Figura IV.1 Desenho experimental do estudo. CT: controle; LB: laranja Bahia; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; SG: laranja Sanguínea; TG: tangerina; KD: kinkan doce; KL: kinkan limão; LP: lima da Pérsia; LT: lima ácida Tahiti; LS: limão Siciliano.

IV.2.2 *Amostras*

A amostra de *Coffea arabica* utilizada neste capítulo foi a mesma descrita no Capítulo III sessão III.2.1, caracterizada com atributos básicos (notas características de café, chocolate, caramelo, adocicadas, amadeirada, baixa acidez, e ausência de notas frutadas ou florais) e sem defeitos, foi previamente classificada como café especial (mais de 80 pontos por avaliadores profissionais, de acordo com o protocolo de *cupping* da SCA, EUA/Europa) na Expocaccer, Cooperativa dos Cafeicultores do Cerrado, localizada na cidade de Patrocínio/MG. Foram selecionadas dez (N = 10) amostras de frutas cítricas saudáveis, em estado de maturação comercial para obtenção das farinhas cítricas: laranja Bahia (LB), laranja Lima (LL), laranja Valência (LV), laranja Sanguínea (SG), tangerina (TG), kinkan doce (KD), kinkan limão (KL), lima da Pérsia (LP), lima ácida Tahiti (LT) e limão Siciliano (LS), adquiridas no ano de 2018 de produtores de São Paulo e Rio Grande do Sul, conforme descrito no Capítulo I, sessão I.2.1.

IV.2.3 *Torrefação e moagem do café*

As sementes cruas de café (café verde) foram torradas em três graus de torrefação: médio-claro #65, médio #55 e moderadamente escuro #45, segundo a escala Agtron-SCAA (EUA). Em seguida, foram moídas em granulometria de 20 *mesh*, em moedor de laboratório (IKA, A11 *Basic*, Alemanha) imediatamente antes de serem analisadas. O processo de torra está descrito detalhadamente no Capítulo III, sessão III.2.2.

IV.2.4 *Seleção de frutas, descascamento, secagem e moagem para obtenção das farinhas*

A seleção, descascamento, secagem e moagem das frutas cítricas seguiram o mesmo protocolo descrito no Capítulo I, sessão I.2.1 e I.2.2.

IV.2.5 *Análises de segurança microbiológicas*

As análises nas farinhas de cascas de cítricos foram realizadas no Laboratório de Microbiologia de Alimentos do Instituto de Microbiologia Paulo de Góes da Universidade Federal do Rio de Janeiro conforme metodologia descrita no Capítulo I, sessão I.2.3.

IV.2.6 *Preparo das bebidas para a prova de xícara*

Seguindo o protocolo do SCA (SCA, 2019; REVI, 2019), cinco xícaras de cada amostra foram utilizadas para avaliar a uniformidade (Figura IV.2), respeitando-se a proporção de 8,25 g de café moído em 150 mL de água mineral ou 5,5% m/v, em conformidade com o ponto médio do gráfico de equilíbrio ótimo para obtenção da *Golden Cup*, com todas as nuances dos grãos. Trinta e três amostras no total (N = 33), sendo três amostras controle de cada perfil de torra (sem a adição dos cítricos) e trinta amostras aromatizadas com a farinha da casca dos citros, foram separadas, conforme o planejamento experimental do estudo representado na Figura IV.1. As amostras de café foram moídas imediatamente antes da degustação, sendo que para as amostras aromatizadas, foi adicionado 0,082 g (cerca de 1%) de farinha de cada um dos dez cítricos em cada uma das cinco xícaras de café 15 minutos antes da infusão. A escolha do percentual de farinha de cascas cítricas foi definida após testes preliminares com avaliadores treinados na Expocaccer, a fim de padronizar a concentração de farinha utilizada em cada amostra. A água, a cerca de 93 ºC, foi colocada na xícara em movimentos circulares sobre o

café moído misturados ou não às farinhas cítricas. As amostras, após a hidratação, permaneceram sem perturbação por 3 a 5 minutos para, então, serem avaliadas.

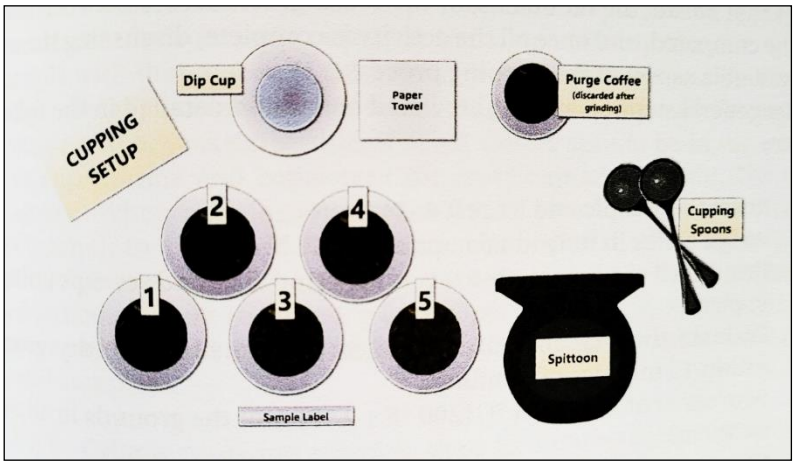


Figura IV.2 Configuração das amostras e utensílios da prova de xícara. Fonte: Revi, (2019).

IV.2.7 *Prova de xícara (Cupping)*

O estudo foi aprovado pelo Conselho de Ética em Pesquisa do Hospital Clementino Fraga Filho da Universidade Federal do Rio de Janeiro, com número de parecer: 3.423.593, CAAE: 15361219.0.0000.5257 (Anexo 1). Para a análise sensorial foi aplicado neste estudo o protocolo da SCA com cinco (N = 5) avaliadores treinados (*Q-Graders*), no Laboratório de análises sensoriais da Expocaccer (Cooperativa dos Cafeicultores do Cerrado) na cidade de Patrocínio/MG, Brasil. O protocolo implica três etapas de degustação: a avaliação do aroma ao cheirar o café torrado e seco, avaliação do aroma por inalação da bebida, minutos antes de quebrar a crosta de café formada após adicionar a água e a degustação da bebida por sucção, a fim de maximizar os vapores retro nasais (SCA, 2015). Condução e condições do teste: os avaliadores profissionais receberam as amostras codificadas e realizaram a análise sensorial dos cafés, utilizando uma escala numérica de 6 a 10 pontos com intervalor de 0,25 pontos (onde o 6 representa “bom” e o 10 “excepcional”) para avaliar dez atributos de qualidade importantes para o café: fragrância/aroma, sabor, gosto residual, acidez, corpo, uniformidade, equilíbrio, ausência de defeitos (xícara limpa), doçura e avaliação global, segundo protocolo da SCA, representado pelo formulário de avaliação sensorial de café (Figura 11 do referencial teórico). Além desses atributos, os defeitos no café também são avaliados numericamente, devendo a nota atribuída aos defeitos ser subtraída do resultado final. Os avaliadores também descreveram

o sabor específico e o aroma percebido de acordo com o The World Coffee Research Sensory Lexicon (2017).

IV.2.8 *Análise estatística*

Os resultados da prova de xicara foram avaliados em grupos de amostras para cada grau de torrefação, sendo estatisticamente testados com ANOVA, seguida do teste de Tukey, utilizando-se o software XLStat® versão 2020.1.3 (Paris, França). Para explorar o conjunto de dados multidimensionais, a análise discriminante por quadrados mínimos parciais (PLS-DA – *Partial Least Squares Discriminant Analysis*) foi utilizada após análise de variância. As análises multivariadas foram realizadas no software MetaboAnalyst versão 5.0 (XIA; WISHART, 2016). Todas as análises consideraram grau de significância de 95%.

IV.3 Resultados e discussão

IV.3.1 *Análises de segurança microbiológica*

As análises foram realizadas para verificar a segurança microbiológica das bebidas de cafés utilizadas para a prova de xícara com avaliadores profissionais (N = 5), assegurando seu consumo quanto aos aspectos de segurança alimentar para os microrganismos analisados.

Não foi identificada a presença de *Salmonella* spp. ou *Escherichia coli.* e a contagem do NMP/g de amostra ficou abaixo dos valores definidos pela RDC, pois as fases de processamento para obtenção da bebida envolvem etapas que reduzem e eliminam este perigo microbiológico, como as elevadas temperaturas durante o processo de torrefação que podem reduzir a contagem de *E. coli*, além de outros microrganismos conhecidos por transmitirem doenças de origem alimentar. Além disso, a própria forma de preparo da bebida, utiliza aquecimento da água que atinge uma faixa sempre acima da temperatura de eliminação de bactérias patogênicas (KIM et al., 2019). Portanto, todas as amostras apresentaram qualidade microbiológica, estando aptas a serem utilizadas na alimentação humana (BRASIL, 2001; 2019).

IV.3.2 *Perfil sensorial pela prova de xícara (CUPPING)*

Para a prova de xícara, foi utilizada uma amostra de café especial neutra e de baixa acidez, adocicada, com características básicas e livre de *off-flavors*, para que fosse possível identificar as modificações ocasionadas pela adição das farinhas cítricas. Foram utilizadas três diferentes torras para o café (estudadas no Capítulo III), com o objetivo de identificar quais cítricos harmonizariam com cada uma delas, segundo a somatória das notas dos avaliadores atribuídas para cada atributo.

A fim de explorar as diferenças entre as torras da amostra controle, a análise discriminante por quadrados mínimos parciais (PLS-DA) foi utilizada após a análise de variância (ANOVA, $p < 0,05$). Nenhum atributo isolado apresentou valor de importância da variável na projeção (VIP) superior a 1,0. No entanto, a pontuação final, referente à soma de cada atributo, foi determinante para discriminar as diferentes torras utilizadas (pontuação VIP > 3.0) (Figura IV.3).

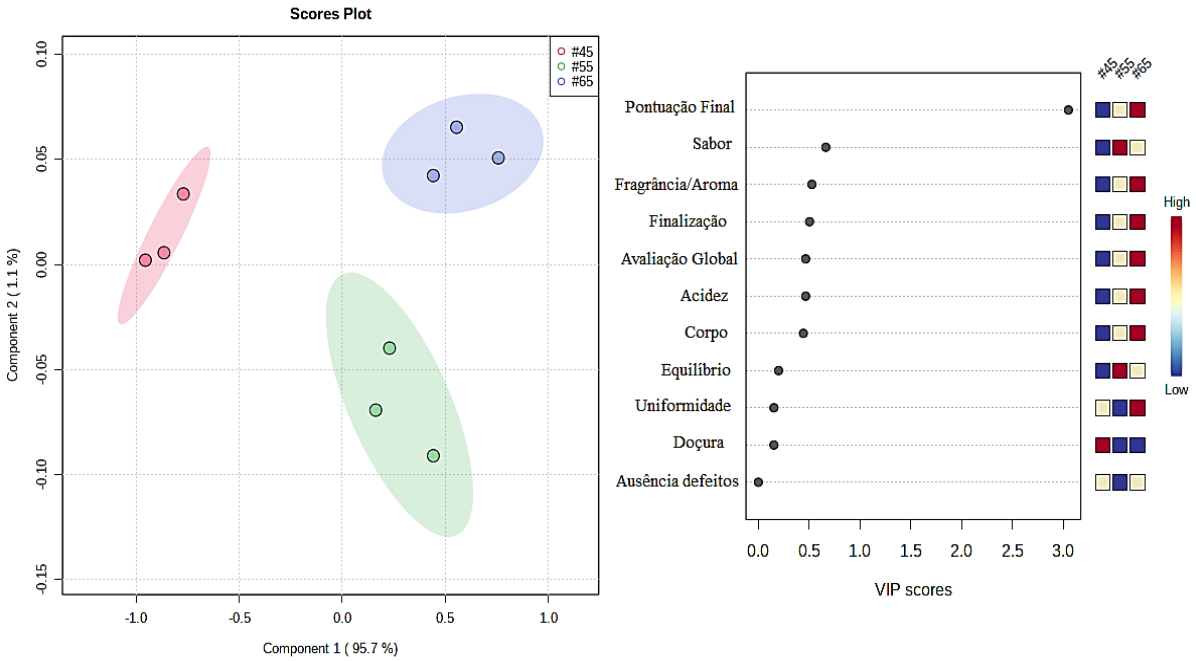


Figura IV.3 PLS-DA e pontuação VIP da análise derivada da determinação de atributos através da análise Cupping em café de diferentes perfis de torra.

Os resultados apresentados na Tabela IV.2 indicam que mesmo com a adição de 1% de farinha da casca de frutas cítricas, independentemente da fruta utilizada, nenhuma das amostras foi pontuada com algum defeito que pudesse descaracterizar os cafés e todas as amostras se

mantiveram como cafés especiais de excelência, já que as notas situaram-se entre 80,00 e 89,00 de acordo com a SCA QUALITY SCALE (escala de qualidade) (Tabela IV.1).

Tabela IV.1 Escala de qualidade de cafés avaliados por avaliadores *Q-graders* (SCA)

Escala de qualidade – SCA			
Bom	**Muito bom**	**Excelente**	**Excepcional**
60,00	70,00	80,00	90,00
60,25	70,25	80,25	90,25
60,50	70,50	80,50	90,50
60,75	70,75	80,75	90,75

Fonte: SCA, 2015, adaptada pela autora.

A pontuação final atribuída pelos avaliadores (N = 5) para as amostras (N = 33) saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas, situou-se entre 82,2 e 83,9 nas amostras de torra média clara (#65), entre 81,8 e 83,0 na torra média (#55) e 80,7 e 81,9 na torra moderadamente escura (#45). Vale ressaltar que a metodologia de *Cupping* classifica os cafés especiais com notas numa escala de 6 a 10 com espaçamento de 0,25 pontos, portanto, as notas tendem a ficar muito próximas e uma pequena diferença na pontuação final, pode ser considerada de grande importância para determinar a qualidade e o valor comercial de cafés especiais.

Em relação à avaliação dos atributos individuais, todas as amostras obtiveram notas máximas em doçura, uniformidade e ausência de defeitos (Tabela IV.2). Estes atributos representam a qualidade do preparo do café verde durante a colheita e processamento dos grãos de café (LINGLE e MENON, 2017). A marca registrada de um ótimo café é um sabor doce significativo, o qual é sentido quando o café está em temperatura ambiente (SCA, 2003). A uniformidade se refere à consistência do sabor das cinco xícaras individuais da amostra degustada (SCA, 2003). A moagem de cada porção de forma individual faz com que os grãos de sabor desagradável se destaquem em uma amostra menor (~50 grãos), fazendo com que uma ou mais das cinco xícaras tenham um sabor diferente das outras. Ausência de defeitos significa que não há odores ou sabores que não sejam de café, em nenhuma das cinco xícaras. Mesmo em amostras de cafés especiais, esses defeitos podem surgir durante o processamento, armazenamento ou transporte (LINGLE e MENON, 2017). A avaliação global é o único atributo para o qual o provador é encorajado a fazer uma análise pessoal sobre a qualidade do café. Uma amostra que atenda às expectativas do avaliador e reflita qualidades de sabor

particularmente agradáveis recebe uma pontuação alta (SCA, 2003). Em relação aos atributos de fragrância/aroma, sabor, gosto residual, acidez, corpo e equilíbrio, pequenas diferenças foram observadas nas pontuações, mas se refletiram em diferenças significativas em algumas amostras no somatório da pontuação final, como podemos observar na Tabela IV.2.

Tabela IV.2 Avaliação da análise de *Cupping* (SCA) para as torras #65, #55 e #45

	Fragrância /Aroma	Sabor	Finali-zação	Acidez	Corpo	Equilí-brio	Ausência de defeitos	Doçura	Unifor-midade	Resultado Global	Pontuação Final
Amostras						**Torra média-clara #65**					
CT	7,40	7,40	7,40	7,60	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,3 ± 0,3^{C}
LB	7,50	7,55	7,55	7,50	7,60	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,7 ± 0,2^{BC}
LL	7,60	7,50	7,40	7,50	7,50	7,40	10,00	10,00	10,00	7,50	82,4 ± 0,4^{C}
LV	7,50	7,45	7,50	7,50	7,55	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,5 ± 0,4^{BC}
SG	7,50	7,65	7,50	7,55	7,65	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,9 ± 0,2^{BC}
TG	7,55	7,45	7,60	7,50	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,70	82,8 ± 0,3^{BC}
KD	7,65	7,65	7,50	7,60	7,75	7,50	10,00	10,00	10,00	7,60	83,3 ± 0,3^{AB}
KL	7,50	7,60	7,40	7,40	7,55	7,40	10,00	10,00	10,00	7,50	82,4 ± 0,5^{C}
LP	7,45	7,45	7,45	7,45	7,50	7,40	10,00	10,00	10,00	7,45	82,2 ± 0,4^{C}
LT	7,75	7,75	7,65	7,70	7,70	7,60	10,00	10,00	10,00	7,75	83,9 ± 0,4^{A}
LS	7,50	7,50	7,60	7,55	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,7 ± 0,6^{BC}
Amostras						**Torra média #55**					
CT	7,30	7,35	7,30	7,40	7,45	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	81,8 ± 0,3^{D}
LB	7,70	7,60	7,65	7,50	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	83,0 ± 0,1^{A}
LL	7,70	7,45	7,45	7,50	7,45	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,6 ± 0,2^{AB}
LV	7,45	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,5 ± 0,2^{ABC}
SG	7,70	7,60	7,55	7,45	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,8 ± 0,1^{AB}
TG	7,45	7,45	7,50	7,50	7,55	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,5 ± 0,3^{ABC}
KD	7,50	7,45	7,40	7,50	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,4 ± 0,1^{BC}
KL	7,40	7,30	7,30	7,50	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,45	82,0 ± 0,4^{CD}
LP	7,50	7,50	7,45	7,45	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,50	82,4 ± 0,3^{BC}
LT	7,60	7,50	7,50	7,50	7,50	7,50	10,00	10,00	10,00	7,55	82,7 ± 0,2^{AB}
LS	7,35	7,50	7,50	7,60	7,50	7,45	10,00	10,00	10,00	7,45	82,4 ± 0,3^{BC}
Amostras						**Torra moderadamente escura #45**					
CT	7,10	7,20	7,20	7,30	7,40	7,25	10,00	10,00	10,00	7,25	80,7 ± 0,2^{B}
LB	7,40	7,35	7,35	7,25	7,35	7,40	10,00	10,00	10,00	7,30	81,4 ± 0,4^{AB}
LL	7,40	7,35	7,25	7,35	7,40	7,45	10,00	10,00	10,00	7,30	81,5 ± 0,5^{AB}
LV	7,15	7,25	7,30	7,45	7,40	7,40	10,00	10,00	10,00	7,40	81,4 ± 0,3^{AB}
SG	7,35	7,25	7,35	7,35	7,40	7,30	10,00	10,00	10,00	7,40	81,4 ± 0,6^{AB}
TG	7,35	7,25	7,25	7,30	7,35	7,40	10,00	10,00	10,00	7,25	81,2 ± 0,5^{AB}
KD	7,40	7,35	7,35	7,40	7,45	7,50	10,00	10,00	10,00	7,40	81,9 ± 0,5^{A}
KL	7,30	7,15	7,35	7,25	7,35	7,40	10,00	10,00	10,00	7,40	81,2 ± 0,2^{AB}
LP	7,25	7,15	7,15	7,25	7,35	7,35	10,00	10,00	10,00	7,25	80,8 ± 0,7^{B}
LT	7,30	7,35	7,40	7,50	7,40	7,45	10,00	10,00	10,00	7,50	81,9 ± 0,1^{A}
LS	7,35	7,25	7,25	7,25	7,30	7,40	10,00	10,00	10,00	7,30	81,1 ± 0,4^{AB}

Nota: Resultado da média das notas atribuídas pelos cinco avaliadores. Letras iguais na mesma coluna não se diferem significativamente pelo teste Tukey ($p < 0,05$) em cada torra. CT: Controle (sem cítrico); LB: Laranja Bahia; LL: Laranja Lima; LV: Laranja Valência; SG: Laranja Sanguínea; TG: Tangerina; KD: Kinkan doce; KL: Kinkan limão; LP: Lima da Pérsia; LT: Lima ácida Tahiti; LS: Limão Siciliano.

Na análise de *Cupping*, os avaliadores são incentivados a descrever características de aromas marcantes nas amostras analisadas. Características comuns atribuídas a cafés especiais de torra média clara, como notas de chocolate, caramelo e nozes foram reladas na amostra controle, as quais e têm sido amplamente descritas em outros estudos (FLAMENT e BESSIÈRE-THOMAS, 2002; MOON e SHIBAMOTO, 2009; TOLEDO et al., 2016; SCHENKER e ROTHGEB, 2017; TOCI, AZEVEDO e YERETZIAN, 2019). Na amostra controle do perfil de torra médio-claro (#65), os avaliadores relataram a presença do aroma de nozes relacionado com a maioria das pirazinas, como metil-pirazina, 2,6-dimetilpirazina, 2,3-dimetil-5-etilpirazina e acetilpirazina, descritas no Capítulo III. No entanto, ele não foi citado nas amostras saborizadas. Isso pode ter ocorrido devido à presença das farinhas cítricas, ocasionando a perda ou diminuição desse aroma, que se tornou imperceptível.

Quando as farinhas cítricas foram adicionadas, aromas específicos foram relatados, contribuindo para melhorar a nota final de algumas amostras em relação aos controles em todas as torras. Na torra média-clara, a amostra de café adicionada de farinha de lima ácida Tahiti e kinkan doce obtiveram as maiores pontuações (83,9 ± 0,4 e 83,3 ± 0,3, respectivamente) e destacaram-se em diversos atributos, diferindo significativamente da amostra controle (82,3 ± 0,3) e das demais amostras (Figura IV.4). De acordo com a literatura (WANG et al., 2020) e com os resultados relatados no Capítulo II, a farinha da casca de lima ácida Tahiti possui grande variedade de compostos voláteis como o limoneno, γ-terpineno, α-bergamoteno, valenceno e β-pineno, que contribuem com notas aromáticas cítricas, frutadas, adocicadas e de ervas. Esses compostos podem ter contribuído de forma positiva para o aumento das notas dos avaliadores nos atributos sensoriais, com grande destaque para a acidez, fragrância/aroma e sabor, potencializando o equilíbrio das notas sensoriais. Ainda na torra média-clara, a amostra saborizada com kinkan doce também obteve pontuação final elevada, diferindo significativamente da amostra controle, ainda que a diferença de pontuação não tenha sido estatisticamente significativa em relação a algumas outras amostras, como a laranja Bahia, Valência, Sanguínea, tangerina e limão Siciliano. Esta fruta possui características bem peculiares, diferente de outros cítricos, pois sua casca é adocicada e totalmente comestível, devido à alta concentração de açúcares solúveis (PALMA e D'AQUINO, 2018; PAWEŁCZYK, ŻWAWIAK e ZAPRUTKO, 2021). Ainda, a concentração de sólidos solúveis das kinkans também é mais elevada (7,2 °Brix), quando comparado à demais farinhas cítricas (média de 4,8 °Brix), isso pode ter contribuído para sensação de maior corpo. Além disso, devido aos compostos terpênicos serem abundantes na farinha da casca de kinkan doce, eles contribuem para aroma adocicado, de laranja e limão conferidos pelo limoneno e balsâmico,

gerânio, herbal e frutado, do β-mirceno (BURDOCK, 2016; CANO-LAMADRID et al., 2018; GALVAN-LIMA et al., 2021, no prelo).

A amostra adicionada de farinha de lima da Pérsia (82,2 ± 0,4) recebeu a menor nota média, mas que não diferiu significativamente da amostra controle e das demais, com exceção da lima ácida Tahiti e kinkan doce. Apesar de ter sido descrita com características de aroma agradáveis como acidez doce, cítrico, laranja, limão, as quais são características peculiares da lima da Pérsia, a combinação com essa amostra específica de café não foi adequada.

AMOSTRA	TORRA MÉDIA CLARA #65 *Características de aroma*	MÉDIA FINAL
CT	Chocolate, nozes, leve acidez adocicada.	82,3 ± 0,3^{C}
LB	Chocolate, clementina, doce, acidez leve, cítrica, finalização agradável.	82,7 ± 0,2^{BC}
LL	Chocolate, menta, laranja, bergamota, limão, cítrico, acidez doce, finalização leve amargor.	82,4 ± 0,4^{C}
LV	Choco., laranja, limão, tangerina, grapefruit, bergamota, cítrico, doce, finaliz. longa cítrica.	82,5 ± 0,4^{BC}
SG	Chocolate, laranja, grapefruit, limão, doce, leve acidez, finalização longa, doce cítrico.	82,9 ± 0,2^{BC}
TG	Chocolate, tangerina, limão, doce, acidez doce, finalização agradável.	82,8 ± 0,3^{BC}
KD	Chocolate, laranja, tangerina, doce, acidez equilibrada, leve, finalização boa.	83,3 ± 0,3^{AB}
KL	Chocolate, tangerina, bergamota, doce, acidez do limão, finalização longa, agradável.	82,4 ± 0,5^{C}
LP	Chocolate, caramelo, laranja, limão, acidez doce, cítrico, finalização média.	82,2 ± 0,4^{C}
LT	Chocolate, limão, bergamota, especiarias, finalização longa, agradável.	**83,9 ± 0,4^{A}**
LS	Chocolate, cítrico, limão cravo, clementina, bergamota, tangerina, sabor limpo.	82,7 ± 0,6^{BC}

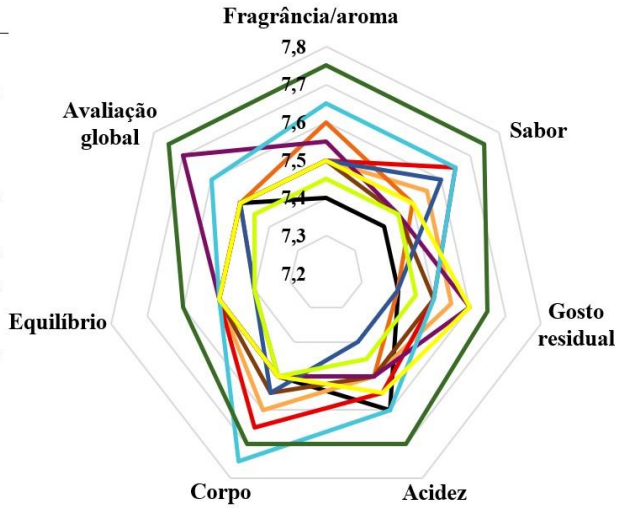


Figura IV.4 Avaliação da análise de *Cupping* de bebidas de cafés de torra média clara (#65) saborizadas com farinhas de cítricos. Letras diferentes na mesma coluna se diferem significativamente pelo teste *Tukey* ($p < 0,05$). CT: Controle (sem cítrico); LB: laranja Bahia; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; SG: laranja Sanguínea; TG: tangerina; KD: kinkan doce; KL: kinkan limão; LP: lima da Pérsia; LT: lima ácida Tahiti; LS: limão Siciliano.*No gráfico de radar foram retirados os valores de uniformidade, doçura e ausência de defeitos por serem cafés especiais e terem obtido nota máxima (10).

Na torra média (#55), a amostra de café saborizado com laranja Bahia obteve a maior média na pontuação final (83,0 ± 0,1) e diferiu significativamente da amostra controle, com a menor pontuação (81,8 ± 0,3). Em relação aos atributos, destacou-se, quanto ao gosto residual, sabor e fragrância/aroma. As características de aroma atribuídas pelos avaliadores foram de laranja, limão cravo e doce e estão relacionados principalmente aos compostos voláteis de maior impacto em laranjas em geral, como limoneno, decanal (doce, cítrico, floral, gorduroso), valenceno (verde, cítrico, oleoso), linalool (floral, lavanda, limão, laranja, doce) e β-mirceno (BURDOCK, 2016; CANO-LAMADRID et al., 2018).

A amostra com limão siciliano, apresentou nota elevada para o atributo acidez, característica claramente acentuada na fruta *in natura*. Uma acidez bem equilibrada que interage com a nota frutada e rica em de aromas, e um leve aroma de amêndoa, muitas vezes, é considerado como importante característica de um bom café (GLOESS et al., 2013).

A laranja Sanguínea e a laranja Lima, tiveram melhor apreciação quanto a fragrância/aroma; a tangerina apresentou nota elevada para o atributo corpo e a lima ácida Tahiti apresentou melhor apreciação global (Figura IV.5). Características de corpo pesado e amargor surgiram na caracterização de algumas amostras, podendo estar relacionado aos compostos presentes no próprio café de torra média, como 2-etil-5-metilpirazina, com notas de nozes, torrado e gorduroso; 3-etil-2,5dimetilpirazina, com notas de terroso, batata cozida e torrado (FLAMENT, BESSIÈRE-THOMAS, 2002; BURDOCK, 2016). Essa característica foi citada na amostra controle e não foi sentida em algumas amostras com farinha cítrica, que conseguiram manter os atributos equilibrados, mesmo na torra média.

AMOSTRA	TORRA MÉDIA #55 *Características de aroma*	MÉDIA FINAL
CT	Chocolate, nozes acentuado, laranja, leve acidez, corpo pesado.	$81,8 \pm 0,3^{D}$
LB	Chocolate, laranja, limão cravo, doce, acidez baixa, corpo leve, finalização média/curta.	$\mathbf{83,0 \pm 0,1^{A}}$
LL	Chocolate, menta, limão siciliano, bergamota, cítrico, doce, finalização leve amargor.	$82,6 \pm 0,2^{AB}$
LV	Chocolate, laranja, tangerina, grapefruit, doce, cremoso, corpo equilibrado, acidez baixa doce, finaliz. equilibrada.	$82,5 \pm 0,2^{ABC}$
SG	Chocolate, chocolate amargo, laranja, grapefruit, limão, lima, doce, acidez cítrica alta, especiarias, corpo equilibrado, finalização longa.	$82,8 \pm 0,1^{AB}$
TG	Chocolate, chocolate amargo, tangerina, limão, laranja, cítrico, frescor, corpo e finalização equilibrados.	$82,5 \pm 03^{ABC}$
KD	Chocolate, chocolate amargo, clementina, limão siciliano, laranja, doce, corpo pesado, finalização curta.	$82,4 \pm 0,1^{BC}$
KL	Chocolate, chocolate amargo, bergamota, limão siciliano, acidez alta, leve doçura, cítrico, finalização curta/amarga.	$82,0 \pm 0,4^{CD}$
LP	Chocolate, laranja, grapefruit, limão siciliano, bergamota, acidez doce/leve, cítrico, corpo equilibrado, amargo, finalização média.	$82,4 \pm 0,3^{BC}$
LT	Chocolate, lima, limão, laranja, cítrico, corpo leve, leve amargor.	$82,7 \pm 0,2^{AB}$
SC	Chocolate, bergamota, tangerina, limão cravo, cítrico, doce, finalização agradável, corpo pesado.	$82,4 \pm 0,3^{BC}$

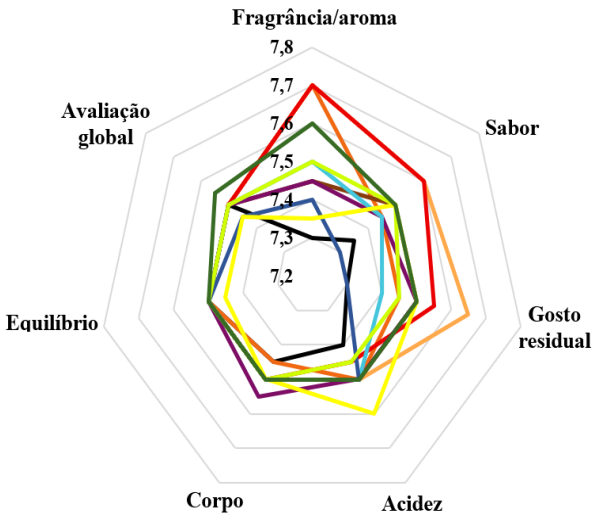


Figura IV.5 Avaliação da análise de *Cupping* de bebidas de cafés de torra média (#55) saborizadas com farinhas de cítricos. Letras iguais na mesma coluna não se diferem significativamente pelo teste *Tukey* ($p < 0,05$). CT: Controle (sem cítrico); LB: laranja Bahia; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; SG: laranja Sanguínea; TG: tangerina; KD: kinkan doce; KL: kinkan limão; LP: lima da Pérsia; LT: lima ácida Tahiti; LS: limão Siciliano.*No gráfico de radar foram retirados os valores de uniformidade, doçura e ausência de defeitos por serem cafés especiais e terem obtido nota máxima (10).

Em relação às características de aroma, notas de chocolate amargo foram relatadas nas amostras com farinha de kinkan limão, kinkan doce, tangerina e laranja sanguínea, mesmo não aparecendo no café controle. Isso pode ter ocorrido devido à interação entre os compostos voláteis do café controle com os compostos dessas amostras cítricas específicas. Aroma

amadeirado, característico de alguns compostos terpênicos como α-pineno e α-copaeno (BURDOCK, 2016; CANO-LAMADRID et al., 2018), podem estar relacionados com essa interação. O aroma de menta característico do composto α-felandreno (BURDOCK, 2016), foi citado na amostra com laranja Lima e o de nozes, da amostra controle, ficou mais acentuado, provavelmente devido ao aumento na intensidade da torrefação. Uma característica interessante, citada na amostra com laranja Valência, foi o atributo cremoso, identificado na amostra controle analisada previamente no Capítulo III. Essa característica está relacionada com os compostos 2,3-butanediona e 2-metiloxolan-3-ona. Apesar dessa característica dos compostos voláteis detectados na farinha da casca da laranja Valência de não ter sido relatada especificamente (Capítulo II), pode ter havido uma interação entre os compostos da amostra controle com o cítrico, realçando o odor relacionado aos termos oleoso do valenceno e/ou gorduroso do citronelal, decanal e aldeído perílico (BURDOCK, 2016; CANO-LAMADRID et al., 2018).

Na torra moderadamente escura (#45) (Figura IV.6) as amostras com lima ácida Tahiti e laranja Kinkan (nota final de 81,9 ± 0,5) se destacaram novamente, obtendo a melhor nota final (81,9 ± 0,1) e diferindo significativamente da amostra controle, que obteve a menor nota (80,7 ± 0,2), junto à lima da Pérsia (80,8 ± 0,7). Em relação aos atributos, a amostra com lima ácida Tahiti destacou-se na avaliação global e no gosto residual, além da característica de finalização agradável atribuída pelos avaliadores, enquanto o café controle apresentou finalização curta/amarga, não se destacando positivamente em nenhum dos atributos.

A kinkan doce se destacou em relação aos atributos de corpo e equilíbrio, com finalização agradável e característica de aroma de laranja, doce, além de nibs de cacau e cacau em pó, que não foram relacionados à amostra controle (Figura IV.5). Todas as amostras da torra moderadamente escura (#45) apresentaram aroma de chocolate amargo e a maioria apresentou finalização curta e/ou amarga, características típicas de um perfil de torra acentuado.

AMOSTRA	TORRA MODERADAMENTE ESCURA #45 *Características de aroma*	MÉDIA FINAL
CT	Chocolate amargo, chocolate, laranja, corpo alto, finalização curta/amarga.	80,7 ± 0,2^{B}
LB	Chocolate amargo, chocolate, tangerina, limão, doce, corpo médio, acidez leve, finalização amarga.	81,4 ± 0,4^{AB}
LL	Chocolate amargo, chocolate, nibs de cacau, limão, laranja, doce, amargo, corpo leve, cítrico, finalização curta.	81,5 ± 0,5^{AB}
LV	Chocolate amargo, chocolate, laranja, tangerina, lima, clementina, especiarias, acidez cítrica, frescor, corpo equilibrado, finalização curta.	81,4 ± 0,3^{AB}
SG	Chocolate amargo, chocolate, café torrado, grapefruit, leve acidez, doce, corpo leve/equilibrado, finalização boa.	81,4 ± 0,6^{AB}
TG	Chocolate amargo, chocolate, nibs de cacau, laranja, tangerina, doce, adstringente, finalização longa/amarga.	81,2 ± 0,5^{AB}
KD	Chocolate amargo, chocolate, nibs de cacau, cacau em pó, laranja, doce, finalização agradável.	**81,9 ± 0,5^{A}**
KL	Chocolate amargo, chocolate, nibs de cacau, limão siciliano, laranja, lima, bergamota, acidez leve cítrica, corpo leve/médio, finalização curta.	81,2 ± 0,2^{AB}
LP	Chocolate amargo, chocolate, nibs de cacau, bergamota, limão siciliano e Tahiti, clementina, cítrico, leve doçura, finalização curta.	80,8 ± 0,7^{B}
LT	Chocolate amargo, chocolate, nibs de cacau, laranja, limão, acidez cítrica, adstringente, finalização agradável.	**81,9 ± 0,1^{A}**
SC	Chocolate amargo, chocolate, nibs de cacau, tangerina, limão siciliano e Tahiti, cítrico limão, pouco amargo, finalização curta.	81,1 ± 0,4^{AB}

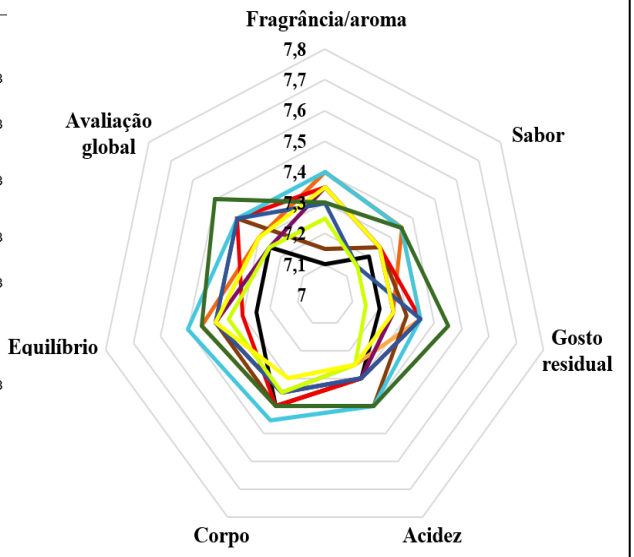


Figura IV.6 Avaliação da análise de *Cupping* de bebidas de cafés de torra moderadamente escura (#45) saborizadas com farinhas de cítricos. Letras iguais na mesma coluna não se diferem significativamente pelo teste *Tukey* ($p < 0,05$). CT: Controle (sem cítrico); LB: laranja Bahia; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; SG: laranja Sanguínea; TG: tangerina; KD: kinkan doce; KL: kinkan limão; LP: lima da Pérsia; LT: lima ácida Tahiti; LS: limão Siciliano.*No gráfico de radar foram retirados os valores de uniformidade, doçura e ausência de defeitos por serem cafés especiais e terem obtido nota máxima (10).

Definir e compreender o aroma e sabor de cafés especiais é extremamente complexo, devido aos diversos fatores associados à variedade, origem, produção e principalmente às variações do tempo de torrefação (FARAH, 2012; TOLEDO et al., 2016, CAPORASO, et al., 2018). Esses processos podem alterar o perfil de sabor do café e diferentes compostos podem ser produzidos de forma mais ou menos intensa (YERETZIAN et al., 2012). Ao acrescentarmos as farinhas da casca de frutas cítricas essa complexidade foi ainda maior, mas resultou em produtos com melhores notas atribuídas pelos avaliadores profissionais. No entanto, a presença elevada de compostos terpênicos nas farinhas cítricas, pode ocasionar alterações na durabilidade dos cafés, podendo prolongar ou até mesmo diminuir o tempo de prateleira das amostras. Devido às reações de degradação quando esses compostos são expostos ao ar (oxigênio), luz e calor, podem ser gerados notas de sabor desagradáveis, afetando negativamente a qualidade sensorial de produtos formulados (WANG et al., 2020). Portanto, deve-se ter cuidado na produção e armazenamento, bem como avaliar a quantidade utilizada para que os aromas não se sobressaiam, principalmente quando utilizado em bebidas como o café, que apresentam, por si só características únicas. Assim sendo, avaliar a estabilidade desses produtos formulados se faz necessário e é de grande interesse da indústria, a fim de possibilitar sua comercialização futuramente.

IV.4 Conclusões

Os resultados apresentados neste capítulo demonstraram que a saborização de cafés especiais de baixa acidez com farinha da casca de cítricos, na proporção de 1%, foi capaz de melhorar suas características de sabor de formas diferentes, sem prejudicar as características originais desejáveis da bebida, do ponto de vista de avaliadores profissionais pelo protocolo da análise de *Cupping* da SCA.

Na torra média-clara (#65), a adição da farinha da casca de lima ácida Tahiti e de kinkan doce obtiveram maior pontuação. Na torra média (#55), a amostra com laranja Bahia se destacou e, na torra moderadamente escura (#45), novamente, a lima ácida Tahiti e a kinkan doce somaram a maior pontuação, embora outros cítricos tenham sido similares estatisticamente a estes e tenham sido melhores do que o controle. Na amostra controle da torra médio-clara (#65), os avaliadores relataram a presença do aroma de nozes relacionado com a maioria das pirazinas; no entanto, ele não foi citado nas amostras saborizadas. Isso pode ter ocorrido devido à presença das farinhas cítricas, ocasionando a perda ou diminuição desse aroma, que se tornou imperceptível, assim como nota de chocolate amargo que foi relatada nas amostras com farinha de kinkan limão, kinkan doce, tangerina e laranja sanguínea da torra moderadamente escura, mesmo não aparecendo no café controle.

Este estudo representa uma primeira tentativa em avaliar os efeitos sensoriais causados pela saborização de cafés de forma natural, com farinhas de cítricos, entre os quais estão alguns subprodutos da indústria. Os resultados encontrados são importantes para nortear futuras pesquisas a fim de desenvolver novos produtos de cafés com viabilidade de comercialização, podendo até alavancar a qualidade de cafés não especiais a especiais. Para a comercialização direcionada ao público geral, faz-se necessária a avaliação por consumidores habituais de café, abordadas no Capítulo V.

CAPÍTULO V

Uso da farinha da casca de cítricos para saborizar naturalmente cafés especiais: perfil sensorial, aceitação e seleção das melhores combinações atribuídas pelo consumidor

V.1 Introdução

O hábito de apreciar um bom café vem crescendo, tanto no Brasil como no restante do mundo, devido, principalmente, à melhora na qualidade dos grãos e às exigências do mercado consumidor. Nos últimos anos, o impressionante crescimento da indústria de cafés especiais, sem dúvida, abriu a discussão sobre novas maneiras de apresentar o café ao consumidor. Em geral, cafés especiais são procurados pelos consumidores mais exigentes e dispostos a pagar mais para ter acesso a um produto com características sensoriais diferenciadas (FERREIRA e DINIZ, 2019).

Embora existam diferentes fatores que possam explicar a história de sucesso do consumo do café, como as implicações positivas para a saúde, grande valor econômico e até mesmo o envolvimento social entre as pessoas, o sabor e aroma únicos e complexos, são provavelmente as principais razões pelas quais tantas pessoas apreciam uma xícara de café (YERETZIAN et al., 2019). Neste sentido, percebe-se, no âmbito comercial, uma crescente procura por *blends* com sabores diferenciados para que se possa diversificar o consumo diário. Além disso, os consumidores estão cada vez mais atentos na busca por alimentos de boa qualidade e mais saudáveis, que possam agregar benefícios à saúde, sendo este um importante nicho a ser explorado.

Alimentos saborizados com ingredientes naturais, ricos em compostos bioativos, têm crescido rapidamente, não somente pela agregação de valor nutricional, mas também pelas características sensoriais agregadas aos produtos. As cascas de frutas cítricas são amplamente utilizadas na indústria de cosméticos e fármacos, para a alimentação de animais e como substratos (ZAKER et al., 2017; MAHATO et al., 2018; SINGH et al., 2020), mas pouco se sabe sobre o uso para a alimentação humana, sendo mais realizado nos lares, informalmente. Este material é rico em compostos bioativos e componentes voláteis que contribuem para enriquecer o aroma de bebidas e alimentos sólidos, sendo este um dos parâmetros mais importantes que influenciam na aceitação do consumidor. No caso do café, milhares de componentes voláteis já foram identificados, formados principalmente durante o processo de torrefação e podem diferir dependendo da origem, genética do cultivar, do grau de torrefação, devido às diversas reações químicas que ocorrem (YERETZIAN et al., 2002; MORAIS et al., 2009; TOCI e BOLDRIN, 2018, FARAH, 2019). Neste sentido, estudos relacionados com a qualidade da bebida, graus de torrefação e sua composição volátil vem sendo desenvolvidos com o intuito de caracterizar os diferentes tipos de café (NASCIMENTO et al., 2003; MOON e SHIBAMOTO 2009; SOMPORN et al., 2011; TOLEDO et al., 2016).

Apesar do potencial de consumo de cafés especiais adicionados de farinhas de cascas de cítricos, ainda há escassez de informações e estatísticas sobre o mercado consumidor, especialmente no Brasil, incluindo suas características, preferências que evoluem com o tempo e seu comportamento de compra. Testes sensoriais ajudam a enriquecer e facilitar a comunicação com os consumidores e produtores de café, orientando-os a conhecer produtos que proporcionarão experiências prazerosas desconhecidas (THOMAS, et al., 2017). Da mesma forma, permitem direcionar o desenvolvimento e o melhoramento de novos produtos, por meio de testes sensoriais com informações objetivas e subjetivas. Em particular, a metodologia *Check All That Apply* (CATA) tem sido amplamente usada e é considerada eficiente para descrever e discriminar produtos pelos consumidores (BRESSANI, et al., 2021). Dessa forma, as respostas do CATA estão diretamente associadas à percepção dos consumidores sobre as características do produto, maximizando e complementando os resultados de sua aceitação (ALCANTARA e FREITAS-SÁ, 2018).

Este estudo tem como objetivo produzir e avaliar sensorialmente bebidas de café saborizadas com farinhas de cascas de cítricos produzidos no Brasil, a fim de selecionar os produtos com melhor aceitação entre consumidores de café.

V.2 Materiais e métodos

V.2.1 *Desenho experimental*

Uma amostra de café especial 100% arábica, oriunda do Cerrado Mineiro foi torrada em três diferentes graus de torrefação (média-clara #65, média #55 e moderadamente escura #45). Cada uma dessas amostras foi adicionada de uma das dez diferentes farinhas de casca de frutas cítricas produzidas no Brasil, totalizando 33 amostras.

Os testes sensoriais de aceitabilidade, intenção de compra e *Check All That Aplly* (CATA) foram aplicados em avaliadores não treinados, consumidores de café. Devido ao forte sabor residual deixado pelos cítricos após a prova, para evitar saturação das papilas ou fadiga sensorial dos avaliadores e prejudicar a percepção dos atributos das demais amostras, foram formados dois grupos de avaliadores para cada perfil de torra, com seis amostras cada, sendo cinco cafés saborizados, mais a amostra controle. O desenho do estudo está representado na Figura V.1.

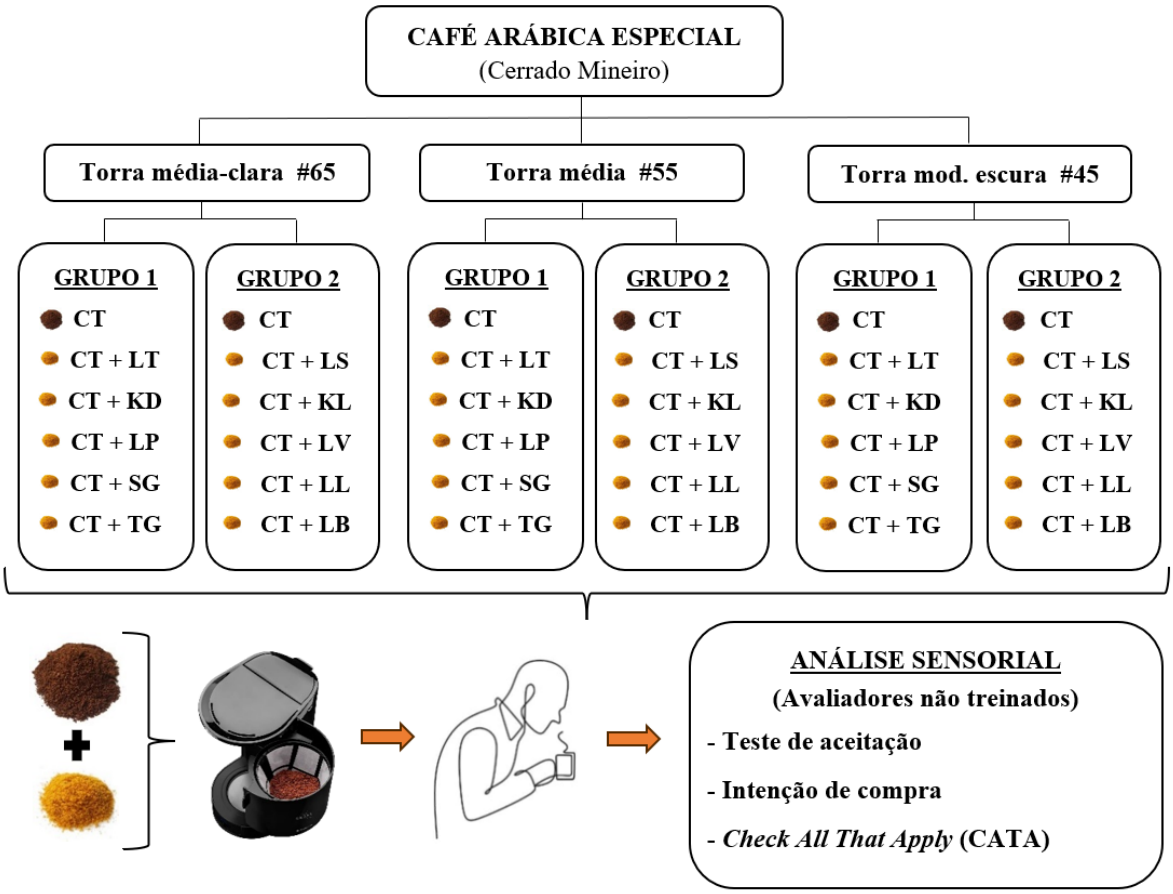


Figura V.1. Desenho do experimental do estudo. CT: controle; LT: lima ácida Tahiti; KD: kinkan doce; LP: lima da Pérsia; SG: laranja Sanguínea; TG: tangerina; LS: limão Siciliano; KL: kinkan limão; LV: laranja Valência; LL: laranja Lima; LB: laranja Bahia.

V.2.2 *Amostras*

A amostra de *Coffea arabica* utilizada neste estudo foi a mesma descrita no Capítulo III e IV e as amostras de farinha da casca de cítricos foram as mesmas utilizadas e descritas no Capítulos IV.

V.2.3 *Torrefação e moagem do café*

As sementes cruas de café foram torradas em três graus de torrefação, médio-claro #65, médio #55 e moderadamente escuro #45, segundo a escala Agtron-SCA na Expocaccer-MG. As amostras foram moídas em moedor de laboratório (IKA, A11 *Basic*, Alemanha) e passadas em peneira de 0,8 mm (média / fina) para a preparação da bebida utilizada na análise sensorial (FARAH, 2006; ABIC 2013). O processo de torra está descrito detalhadamente no Capítulo III, sessão III.2.2.

V.2.4 *Seleção de frutas, descascamento, secagem e moagem*

Para a produção das farinhas utilizadas na saborização das bebidas de café, o processo de seleção, descascamento, secagem e moagem foi o mesmo descrito no Capítulo I sessão I.2.2.

V.2.5 *Análises de segurança microbiológica*

Previamente à etapa da análise sensorial, foram realizadas análises de segurança microbiológica nas amostras de farinhas da casca de frutas cítricas utilizadas nesse estudo, de acordo com a metodologia descrita no Capítulo I sessão I.2.3. O objetivo foi avaliar a possível contaminação por microrganismos potencialmente prejudiciais à saúde do consumidor e às características sensoriais das farinhas.

V.2.6 *Preparo das bebidas para os testes sensoriais*

As amostras de café foram moídas pouco antes da pesagem e misturadas às farinhas das cascas de cítricos. Foi utilizado o método filtrado por gotejamento, a partir de uma cafeteira elétrica (Britânia CB30, São Paulo, Brasil), com filtro de nylon (Britânia CB30). As amostras de bebidas de café controle (sem a adição de cítricos) foram preparadas a 10%, sendo pesadas 75 g de cada amostra de café, e acrescentados 750 mL de água quente (95 °C). As bebidas saborizadas, foram preparadas da mesma maneira, sendo adicionado 1% da farinha das cascas dos cítricos (0,75 g de cítrico para cada 75 g de café) ao café em pó antes da extração da bebida. Após o preparo, as infusões foram mantidas por até 40 minutos em garrafas térmicas da marca Termolar, com capacidade para 1000 mL, previamente escaldadas com água fervente, para garantir a temperatura de 68°C ± 2°C (ASTM, 1973; IARC, 2016; ADHIKARI, CHAMBERS, KOPPEL, 2018). Todas as amostras foram preparadas minutos antes de serem analisadas pelos avaliadores não treinados.

V.2.7 *Análise Sensorial*

O estudo foi aprovado pelo Conselho de Ética em Pesquisa do Hospital Clementino Fraga Filho da Universidade Federal do Rio de Janeiro, com número de parecer: 3.423.593, CAAE: 15361219.0.0000.5257 (ANEXO A). Antes do início dos testes sensoriais, os

avaliadores foram informados sobre o objetivo da pesquisa, leram e assinaram o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido – TCLE (ANEXO B) e preencheram um questionário com dados sociodemográficos e de consumo (ANEXO C). As análises foram realizadas no Laboratório de Análise e Processamento de Alimentos localizado no Centro de Ciências da Saúde – CCS da Universidade Federal do Rio de Janeiro - UFRJ. Aproximadamente 30 ml de bebidas foram servidas em copos de isopor, a fim de manter a temperatura, codificados com números aleatórios de três dígitos e apresentados em ordem monádica e balanceada. Os participantes avaliaram as amostras em bancadas individuais, sob iluminação branca, a fim de possibilitar a visualização da aparência das bebidas. Na bancada, os avaliadores tinham à disposição açúcar e adoçante, caso optassem por adoçar as bebidas, sendo sugerido e certificado de que colocassem a mesma quantidade de colheres ou gotas em todas as amostras. Água mineral à temperatura ambiente e biscoitos tipo "cream cracker" foram disponibilizados para a limpeza do palato entre duas amostras (Figura V.2).

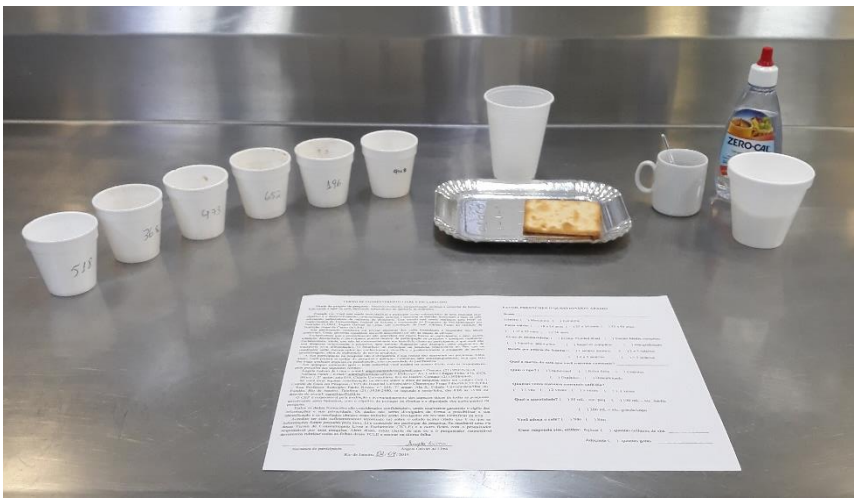


Figura V.2 Bancada montada para a análise sensorial realizada por avaliadores não treiandos. Fonte: a autora.

Devido ao elevado número de amostras, optou-se por separar as amostras saborizadas em dois grupos distintos para cada torra, mantendo sempre a amostra controle em cada grupo, a fim de verificar se as amostras saborizadas iriam aumentar ou diminuir a aceitabilidade, quando comparadas com a amostra controle. A utilização de um número grande de amostras não é recomendada, pois pode causar fadiga sensorial, especialmente quando o atributo analisado é o sabor (TEIXEIRA et al, 1987; ANZALDÁUA-MORALES, 1994; CHAVES, 2001), especialmente no caso de alimentos com forte aroma e sabor residual, como as farinhas cítricas e os cafés, pois eles possuem grande quantidade de compostos aromáticos e óleos, podendo causar confusão e saturação do palato ao avaliador no momento da análise. Portanto,

cada participante avaliou 6 amostras em um único dia de sessão, entre os horários das 09h às 12h ou 13h às 16h, sendo que alguns realizaram análises de outros grupos de amostras em dias diferentes. Todos os grupos de amostras continham o mesmo controle, ou seja, a base dos blends. Cada amostra foi avaliada por 100 avaliadores não treinados, maiores de 18 anos, consumidores habituais de café, sendo considerado o consumo regular de café como critério de inclusão.

Os seis grupos de amostras foram divididos da seguinte forma:

- ***Grupo 1 #65 (Torra média clara)*** – amostra de café controle (CT) (sem a adição de farinha cítrica); controle + lima ácida Tahiti (LT); controle + kinkan doce (KD); controle + lima da Pérsia (LP); controle + laranja Sanguínea (SG); controle + tangerina (TG).

- ***Grupo 2 #65 (Torra média clara)*** – amostra de café controle (CT) (sem a adição de farinha cítrica); controle + limão Siciliano (LS); controle + kinkan limão (KL); controle + laranja Valência (LV); controle + laranja Lima (LL); controle + laranja Bahia (LB).

- ***Grupo 1 #55 (Torra média)*** – amostra de café controle (CT) (sem a adição de farinha cítrica); controle + lima ácida Tahiti (LT); controle + kinkan doce (KD); controle + lima da Pérsia (LP); controle + laranja Sanguínea (SG); controle + tangerina (TG).

- ***Grupo 2 #55 (Torra média)*** – amostra de café controle (CT) (sem a adição de farinha cítrica); controle + limão Siciliano (LS); controle + kinkan limão (KL); controle + laranja Valência (LV); controle + laranja Lima (LL); controle + laranja Bahia (LB).

- ***Grupo 1 #45 (Torra moderadamente escura)*** – amostra de café controle (CT) (sem a adição de farinha cítrica); controle + lima ácida Tahiti (LT); controle + kinkan doce (KD); controle + lima da Pérsia (LP); controle + laranja Sanguínea (SG); controle + tangerina (TG).

- ***Grupo 2 #45 (Torra moderadamente escura)*** – amostra de café controle (CT) (sem a adição de farinha cítrica); controle + limão Siciliano (LS); controle + kinkan limão (KL); controle + laranja Valência (LV); controle + laranja Lima (LL); controle + laranja Bahia (LB).

V.2.8 *Testes de aceitação e intenção de compra*

As amostras codificadas foram apresentadas em ordenação balanceada, ou seja, de modo que a ordem das amostras fosse variada evitando efeito comparativo entre a amostra testada e a anterior (MONTEIRO 1984; DUTCOSKY, 2019). Para o teste de aceitação, utilizou-se uma escala hedônica estruturada de 9 pontos, variando de «gostei extremamente» (nota 9) a «desgostei extremamente» (nota 1). A intenção de compra dos consumidores foi avaliada utilizando uma escala estruturada de 5 pontos, variando de «certamente compraria» (nota 5) a «certamente não compraria» (nota 1), conforme ANEXO D. Ambos os testes seguiram o protocolo descrito por MEILGAARD (1991). O índice de aceitabilidade foi calculado em relação à aceitação e intenção de compra segundo a expressão: IA(%) = A x 100/B, onde A = nota média obtida para o produto e B = nota máxima dada ao produto (MONTEIRO 1984; DUTCOSKY, 2019).

V.2.9 *Teste Check All That Apply (CATA)*

As amostras testadas no item V.2.8. também foram avaliadas no teste CATA, seguindo o protocolo descrito por MEILGAARD (1991). Os participantes foram os mesmos avaliadores não treinados recrutados para os testes de aceitação e intenção de compra, já que o mesmo ocorreu concomitantemente. Uma lista de 25 atributos previamente definidos (aroma/sabor: amendoim, caramelo, camomila, chocolate, cidreira, cítrico, cravo, ervas, eucalipto, floral, fumo, limão, laranja, madeira, queimado, torrado, verde; gosto: ácido, amargo, azedo, doce; textura: adstringente, aguado, aveludado, encorpado) (ANEXO E) foi apresentada junto ao teste de aceitação e intenção de compra. Os avaliadores marcaram os atributos percebidos durante a prova das amostras. Esta lista foi elaborada, previamente, por quinze consumidores de café não treinados, levando em consideração todas as amostras oferecidas aos consumidores no estudo, a partir de uma adaptação de uma lista pré-existente de atributos relatados pela *International Coffee Organization* (ICO, 1990), sendo alguns atributos adicionados, e outros excluídos. Assim como a distribuição das amostras foi balanceada, a ordem de disposição desses atributos foi aleatoriamente modificada nas diferentes fichas de CATA para evitar vícios de posicionamento das mesmas. Os resultados foram apresentados em gráficos de dispersão.

V.2.10 *Análise estatística*

Os resultados dos testes sensoriais foram analisados por meio da média e desvio padrão e os resultados comparados usando análise de variância (ANOVA), seguida do pós-teste de *Tukey*, considerando grau de significância de 5%. A frequência de menção para cada termo no teste de CATA foi determinada pela contagem do número de consumidores que utilizaram cada termo para descrever cada amostra. O teste *Q de Cochran* foi realizado para identificar diferenças significativas entre amostras para cada um dos termos. A análise de correspondência (CA) foi usada para obter a relação entre amostras e termos do CATA. A análise de componentes principais (PCA) foi realizada na matriz de covariância das pontuações médias dos descritores avaliados pelos consumidores no teste CATA. Nestas análises, a amostra controle também foi considerada como amostra complementar. Todas as análises foram realizadas utilizando o software XLStat® versão 2020.1.3 (Paris, França). Para a análise de agrupamento, foi utilizado o método da variância mínima de Ward (1963), com o número de grupos definido pelo método de Mojena (1977). A medida de dissimilaridade adotada foi a distância Euclidiana quadrática, e normatização dos dados por escore Z. O software IBM SPSS Statistics 22.0 foi utilizado para essa finalidade.

V.3 Resultados e discussão

V.3.1 *Análises microbiológicas*

As análises foram realizadas para verificar a segurança microbiológica das bebidas de cafés utilizadas para a prova de xícara com avaliadores não treinados (N = 600), assegurando seu consumo quanto aos aspectos de segurança alimentar para os microrganismos analisados.

Não foi identificada a presença de *Salmonella* spp. ou *Escherichia coli.* e a contagem do NMP/g de amostra ficou abaixo dos valores definidos pela RDC, pois as fases de processamento para obtenção da bebida envolvem etapas que reduzem e eliminam este perigo microbiológico, como as elevadas temperaturas durante o processo de torrefação que podem reduzir a contagem de *E. coli*, além de outros microrganismos conhecidos por transmitirem doenças de origem alimentar. Além disso, a própria forma de preparo da bebida utiliza aquecimento da água, que sempre atinge uma faixa de temperatura acima da temperatura de eliminação de bactérias patogênicas (KIM et al., 2019). Portanto, todas as amostras apresentaram qualidade microbiológica satisfatória, estando aptas a serem utilizadas na

alimentação humana (BRASIL, 2001; 2019). Resultados mais detalhados podem ser observados no Capítulo I sessão I.3.1.

V.3.2 *Teste sensorial de aceitação e intenção de compra*

V.3.2.1 *Perfil de torra médio claro (#65 – escala Agtron - SCA)*

Os resultados do teste sensorial de aceitação e intenção de compra, considerando todos os avaliadores participantes do **Grupo 1 #65** (*N* = 100) estão apresentados na Figura V.3.

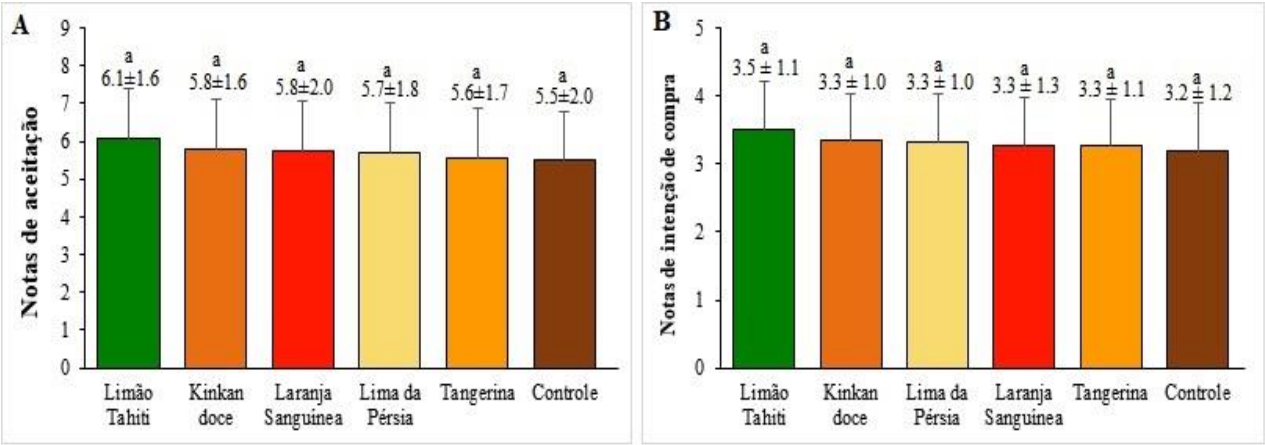


Figura V.3 – A: Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 1 #65**. Diferentes letras sobre as colunas indicam diferenças estatísticas entre as amostras (ANOVA) ($p < 0,05$).

Ao analisar a média global de todos os avaliadores, não houve diferença estatística entre a amostra controle e as demais, apesar das pontuações mais elevadas terem sido atribuídas às mesmas amostras pelos provadores profissionais. A média de 6,1 ± 1,6, "gostei ligeiramente") foi atribuída à amostra de café com lima ácida Tahiti, a amostra controle, classificada previamente como café especial, recebeu média semelhante às demais. O índice de aceitabilidade, portanto, ficou abaixo de 70% para todas as amostras, que segundo Monteiro (2010) e Dutcosky (2019) a aceitação de um produto é satisfatória quando atinge no mínimo 70% (MONTEIRO 1984; DUTCOSKY, 2019). Contudo, diversos estudos têm mostrado que, apesar de ser habitual o consumo de bebidas de café pela população em geral, os avaliadores atribuem notas menos significativas em avaliações sensoriais destes produtos (STOKES, O'SULLIVAN e KERRY, 2017; PORTO, 2020; FERINI et al., 2021). Isso se deve ao fato de que o gosto individual é muito particular em relação ao tipo de café e a proporção de pó e água

utilizados e o método de preparo. Neste grupo de amostras, o grau de torrefação foi o mais claro, utilizado no Brasil por provadores profissionais e por um nicho de pessoas que costumam consumir cafés gourmets. Em relação à intenção de compra, a amostra com lima ácida Tahiti mais uma vez obteve a maior média numérica (3,5 ± 1,1, entre "indiferente" e "provavelmente compraria"), a única amostra com índice de intenção de compra de 70% (Tabela V.1), mas não diferiu significativamente das demais amostras. Essa aparente preferência pelo limão pode estar relacionada com a maior similaridade deste tipo de café com chá e o hábito de se consumir chá com limão.

Tabela V.1 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 1 #65** – torra média clara

AMOSTRAS	**GRUPO 1 # 65 – Torra Média Clara**						
	Cluster 1 (*N* = 36)	***Cluster 2*** (*N* = 47)	***Cluster 3*** (*N* = 17)	***Média da Aceitação*** *(1–9 pts)*	***Índice de aceitabi-lidade***	***Intenção de compra*** *(1-5 pts)*	***Índice I.C.***
CT	6,1 ± 1,6	6,3 ± 1,8	4,1 ± 2,3	5,5 ± 2,0[a]	61,1%	3,2 ± 1,2[a]	64,0%
LT	6,7 ± 1,6	6,8 ± 1,2	4,8 ± 1,9	6,1 ± 1,6[a]	67,7%	3,5 ± 1,1[a]	70,0%
KD	6,4 ± 1,3	6,6 ± 1,4	4,5 ± 1,7	5,8 ± 1,6[a]	64,4%	3,3 ± 1,0[a]	66,0%
LP	6,3 ± 1,5	6,4 ± 1,4	4,5 ± 2,4	5,7 ± 1,8[a]	63,3%	3,3 ± 1,0[a]	66,0%
SG	6,2 ± 1,8	6,3 ± 1,9	4,8 ± 2,5	5,8 ± 2,0[a]	64,4%	3,3 ± 1,3[a]	66,0%
TG	6,3 ± 1,2	6,4 ± 1,6	4,1 ± 1,7	5,6 ± 1,7[a]	62,2%	3,3 ± 1,1[a]	66,0%

Nota: CT: controle; LT: lima ácida Tahiti; KD: kinkan doce; LP; lima da Pérsia; SG: sanguínea; TG: tangerina. Valores de aceitação referentes a escala de 9 pontos. Valores de intenção de compra (I.C.) referentes a escala de 5 pontos MEILGAARD (1991). *N* = 100 avaliadores.

É interessante notar que o desvio padrão das amostras foi alto, indicando grande variabilidade entre as opiniões dos consumidores, inclusive em relação ao café controle. Considerando essa diferença individual, análise de *cluster* foi realizada para identificar nichos de consumidores com gostos semelhantes, com base no agrupamento hierárquico das notas do teste sensorial de aceitação. Segundo Fleming et al (2015), o poder discriminativo percebido entre os avaliadores pode ser determinado por dendrogramas gerados pela análise hierárquica de cluster (HCA). Foram identificados três *clusters* de consumidores no **Grupo 1 #65**. As características detalhadas, obtidas a partir dos dados dos questionários, estão apresentados na Tabela V.2.

O ***cluster* 1** (*N* = 36) atribuiu notas de aceitação para amostras variando de 6,1 ± 1,6 a 6,7 ± 1,6 ("gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente"). Foi composto por 50,5% de indivíduos do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (52,9%), com ensino superior incompleto (50%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (51,1 %), costumam consumir café tradicional (55,6%) + de 3 vezes ao dia (38,9%) em xícaras de 100 mL (58,3%) e declararam não possuir o hábito de adoçar a bebida de café (66,7%). Este fato é muito importante para análises sensoriais de bebidas de café, pois ao consumir a bebida na sua forma natural, sem interferência de algum agente adoçante, como é feito na análise de *Cupping* por provadores profissionais, é possível perceber os aromas e sabores próprios da bebida. Apesar da maioria ter declarado possuir ensino superior incompleto, um grande percentual também foi atribuído a pós-graduação (38,9%). Portanto, esses achados podem estar relacionados.

O ***cluster* 2** (*N* = 47) atribuiu as maiores notas de aceitação para amostras variando de 6,3 ± 1,8 a 6,8 ± 1,6 ("gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente"). A maior nota de aceitação (6,8 ± 1,2) foi para a amostra de café com lima ácida Tahiti com índice de aceitabilidade de 75.5%, sendo considerado bem aceito por esse grupo, o que está de acordo com as maiores notas atribuídas pelos avaliadores profissionais apresentadas no Capítulo IV. O ***cluster* 2** foi composto majoritariamente por 59,6% de avaliadores do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (93,6%), com ensino superior incompleto (76,7%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (51,1%), com preferência para o consumo de café tradicional (72,3%), 1 vez ao dia (44,7%) em xícaras de 100 mL (42,6%) e 97,9% declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café, normalmente com açúcar (67,2%).

O ***cluster 3*** (*N* = 17) atribuiu notas de aceitação para amostras variando de 4,1 ± 2,3 a 4,8 ± 1,9 ("desgostei ligeiramente" a "não gostei nem desgostei") e foi composto por 58.8% de avaliadores do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (100%), com ensino superior incompleto (76,5%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (35,3%), costumam consumir mais café tradicional (76,5%), 1 vez ao dia (47,1%) em xícaras de 50 mL (58,8%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (76,5%), normalmente com açúcar (84,3%).

Muitas pessoas têm o hábito de consumir café adicionado de substâncias para disfarçar ou diminuir o amargor da bebida, causado pela torra excessiva ou pelos defeitos misturados aos grãos de café. Geralmente, o açúcar é a substância utilizada para esse propósito (MILLER et al., 2013). No Brasil, um estudo realizado por Sousa et al (2015) demonstrou que o açúcar foi a principal maneira de adoçar o café (83%), seguido do adoçante (12%) e da combinação de ambos (4%), enquanto apenas 4% dos entrevistados não utilizaram nenhuma substância na bebida (SOUSA et al., 2015). Segundo especialistas, o açúcar adicionado mascara as notas mais

delicadas, sutis e complexas do café, escondendo a doçura natural dos grãos (SCA, 2019). Sabe-se também que o consumo de açúcar em excesso tem sido associado ao ganho de peso e aumento do risco de diabetes e doenças cardiovasculares (LENNE e MANN, 2017)

Tabela V.2 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 1 #65** – torra média clara

Cluster	*N*	*Gênero*		*Faixa etária (anos)*				
		masculino	feminino	18 – 24	25 – 34	35 - 44	45 - 55	> 56
1	36	49,5%	50,5%	52,9%	33,3%	2,8%	5,5%	5,5%
2	47	40,4%	59,6%	93,6%	6,4%	0,0%	0,0%	0,0%
3	17	41,2%	58,8%	100%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%

Cluster	*N*	*Grau de escolaridade*				*Renda familiar*			
		Ensino médio completo	Superior incompleto	Superior completo	Pós-graduação	1 s.m.	2 a 3 s.m.	4 a 5 s.m.	> 5 s.m.
1	36	0,0%	50,0%	11,1%	38,9%	5,5%	25,0%	33,3%	36,2%
2	47	19,1%	76,7%	2,1%	2,1%	21,2%	51,1%	12,8%	14,9%
3	17	23,5%	76,5%	0,0%	0,0%	23,5%	35,3%	5,9%	35,3%

Cluster	*N*	*Tipo de café que costuma consumir*				*Frequência de consumo/dia*			
		Tradicional	Extraforte	Gourmet	Orgânico	1 vez	2 vezes	3 vezes	+3 vezes
1	36	55,6%	36,1%	5,5%	2,8%	16,6%	27,8%	16,7%	38,9%
2	47	72,3%	23,4%	4,3%	0,0%	44,7%	36,2%	14,9%	4,2%
3	17	76,5%	17,6%	5,9%	0,0%	47,1%	29,3%	11,8%	11,8%

Cluster	*N*	*Tamanho da xícara*			*Hábito de adoçar*		*Adoçamento*	
		50 mL	100 mL	200 mL	Sim	Não	Açúcar	Adoçante
1	36	16,7%	58,3%	25,0%	33,3%	66,7%	79,0%	21,0%
2	47	38,3%	42,6%	19,1%	97,9%	2,1%	67,2%	32,8%
3	17	58,8%	35,3%	5,9%	76,5%	23,5%	84,3%	15,7%

Nota: N = número de participantes; s.m. = salário-mínimo.

Alguns avaliadores descreveram comentários, de forma livre, sobre as amostras do **Grupo 1 #65** avaliadas na análise sensorial. Esses comentários foram compilados em uma tabela que se encontra no APÊNDICE A. Podemos perceber que foram atribuídos comentários positivos e negativos para todas as amostras. Para a amostra controle alguns avaliadores descreveram ser uma bebida “suave”, “saborosa” e de “textura agradável”, mas outros comentaram que o “aroma era fraco”, “sabor amargo” se “assemelhando a chá”, provavelmente, devido ao ponto de torra ser mais claro do que os avaliadores têm costume de consumir. Em relação aos cafés saborizados, podemos observar que o gosto é muito particular de cada avaliador. Mas, de maneira geral o café com lima ácida Tahiti recebeu comentários bastante

positivos principalmente quanto a seu aroma, mas outros relataram que “poderia ser mais concentrado” e o “gosto amargo permanecia na boca após o consumo”. Para a kinkan doce, foi percebida uma “acidez suave”, “aroma agradável”, “levemente adocicado”, “equilibrado” e “aromático”, mas “o sabor de café poderia ser mais forte”, segundo alguns avaliadores. A lima da Pérsia apresentou “notas suaves”, “sabor residual doce ficando mais próximo do café tradicional”, para outros o sabor foi “amargo”, “ácido”, “levemente azedo”, com “aroma forte e enjoativo”, “não parecendo café”. A laranja Sanguínea apresentou “gosto de laranja”, “aroma de fruta cítrica”, “adocicado”, “ácido e ao mesmo tempo amargo”, mas para outros avaliadores “poderia ser mais encorpado”, o “gosto cítrico não combinou” e “mesmo após a adição de açúcar, o gosto azedo anda prevaleceu”. É importante observar que os receptores gustativos não são iguais em todos os consumidores. Alguns podem ter um paladar fino e distinguir prontamente diferentes gostos e notas aromáticas, enquanto outros podem achar muito difícil diferenciar os produtos (FOLMER, 2014).

Os resultados do teste sensorial de aceitação e intenção de compra, considerando todos os avaliadores participantes do **Grupo 2 #65** (*N* = 100), estão apresentados na Figura V.4.

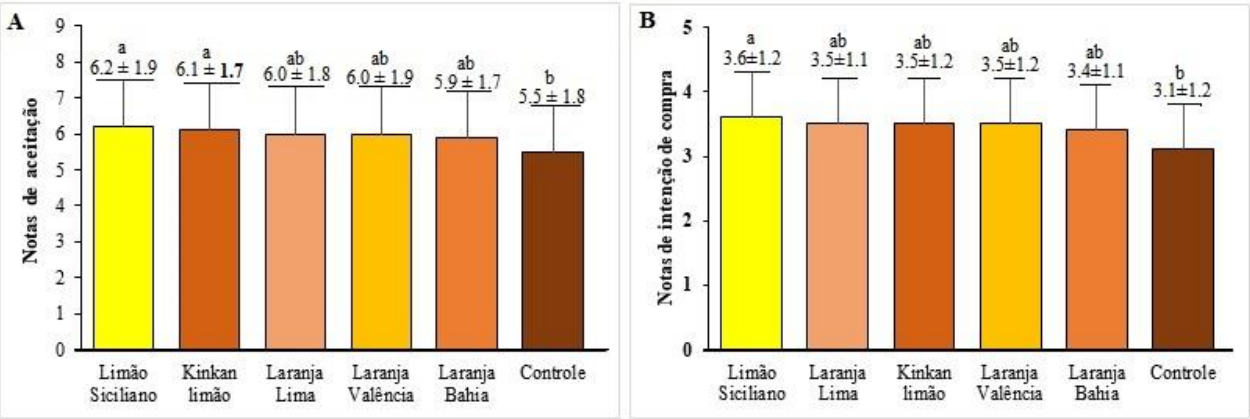


Figura V.4 – A: Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 2 #65**. Diferentes letras sobre as colunas indicam diferenças estatísticas entre as amostras (ANOVA) ($p < 0,05$).

A partir da média global de todos os avaliadores, as amostras com limão Siciliano e kinkan limão obtiveram as maiores médias (6,2 ± 1,9 e 6,1 ± 1,7, respectivamente - “gostei ligeiramente”) na escala de 1 a 9 pontos, diferindo significativamente apenas da amostra controle (5,5 ± 1,8), a qual, novamente, recebeu a menor média de aceitabilidade (Tabela V.3). Isso nos mostra que mesmo alterando o tipo de farinha cítrica utilizada, a amostra controle no

perfil de torra médio claro continuou obtendo a menor aceitação. O índice de aceitabilidade ficou abaixo de 70% para todas as amostras.

Em relação à intenção de compra, a amostra com limão Siciliano obteve a maior média (3,6 ± 1,2 – "indiferente" a "provavelmente compraria") na escala de 1 a 5 pontos, com índice de 72%, diferindo significativamente da amostra controle. As amostras com laranja Lima, kinkan limão e laranja Valência, também apresentaram índice de intenção de compra de 70% (Tabela V.3).

Tabela V.3 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não, referentes ao **Grupo 2 #65** – torra média clara

AMOSTRAS	**GRUPO 2 # 65 – Torra Média Clara**						
	Cluster 1 (*N* = 17)	***Cluster 2*** (*N* = 49)	***Cluster 3*** (*N* = 34)	***Média da Aceitação*** *(1–9 pts)*	***Índice de aceitabi-lidade***	***Intenção de compra*** *(1-5 pts)*	***Índice I.C.***
CT	4,8 ± 2,1	6,1 ± 1,8	5,5 ± 1,7	5,5 ± 1,9^{b}	61,1%	3,1 ± 1,2^{b}	62,0%
LS	4,6 ± 2,5	7,1 ± 1,6	6,8 ± 1,6	6,2 ± 2,0^{a}	68,9%	3,6 ± 1,2^{a}	72,0%
KL	4,8 ± 2,2	6,8 ± 1,4	6,7 ± 1,5	6,1 ± 1,7^{a}	67,8%	3,5 ± 1,2^{ab}	70,0%
LV	4,8 ± 2,1	7,1 ± 1,6	6,2 ± 1,7	6,0 ± 1,9^{ab}	66,7%	3,5 ± 1,2^{ab}	70,0%
LL	4,8 ± 1,8	6,6 ± 1,8	6,6 ± 1,5	6,0 ± 1,8^{ab}	66,7%	3,5 ± 1,1^{ab}	70,0%
LB	4,4 ± 2,2	6,8 ± 1,3	6,3 ± 1,3	5,9 ± 1,7^{ab}	65,6%	3,4 ± 1,1^{ab}	68,0%

Nota: CT: controle; LS: limão Siciliano; KL: kinkan limão; LV; laranja Valência; LL: laranja Lima; LB: laranja Bahia. Valores de aceitação referentes a escala de 9 pontos. Valores de intenção de compra (I.C.) referentes a escala de 5 pontos MEILGAARD (1991). *N* = 100 avaliadores.

A partir dos dados sociodemográficos e de consumo, foram identificados três *clusters* de consumidores no **Grupo 2 #65**. As características detalhadas estão apresentadas na Tabela V.4.

O ***cluster* 1** (*N* = 17) atribuiu as menores notas de aceitação para amostras variando de 4,4 ± 2,2 a 4,8 ± 2,2 ("desgostei ligeiramente" a "não gostei nem desgostei"). Foi composto por 64,7% de avaliadores do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (94,1%), com ensino superior incompleto (88,2%), renda familiar de 4 a 5 salários-mínimos. (35,3%), costumam consumir café tradicional (88,2%) 1 vez ao dia (88,2%) em xícaras de 50 mL (58,8%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (100%) normalmente com açúcar (80%).

O ***cluster* 2** (*N* = 49) atribuiu as maiores notas de aceitação, variando de 6,1 ± 1,8 a 7,1 ± 1,6 ("gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente"). As amostras de café com limão

Siciliano e laranja Valência obtiveram as notas mais elevadas, com índice de aceitabilidade de 78,8% para as duas amostras, sendo consideradas bem aceitas. Este grupo foi composto majoritariamente por 79,6% de avaliadores do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (87,8%), com ensino superior incompleto (87,7%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (40,8%), costumam consumir o tipo de café tradicional (73,5%), 1 vez ao dia (46,5%) em xícaras de 50 mL (46,9%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (89,8%) normalmente com açúcar (61%).

O ***cluster 3*** (*N* = 34) atribuiu notas de aceitação variando de 5,5 ± 1,7 a 6,8 ± 1,6 ("não gostei nem desgostei" a "gostei moderadamente"), sendo composto majoritariamente de avaliadores do gênero feminino (79,4%), na faixa etária de 25 a 34 anos (50%), com pós-graduação (67,7%), renda familiar com > de 5 salários-mínimos (58,9%), costumam consumir mais café extraforte (44,2%) 2 vezes ao dia (47,0%) em xícaras de 100 mL (50%) e declararam não possuir o hábito de adoçar a bebida de café (64,7%). Este cluster apresentou características diferenciadas quanto ao nível de escolaridade, renda e principalmente ao fato de não adoçar a bebida, mas não foi o cluster que atribuiu as maiores notas de aceitação para as amostras (Tabela V.4). Isso pode ocorrido devido ao fato de consumirem mais café extraforte, e a amostra analisada por ser de torra média clara, pode não ter agradado tanto os avaliadores.

Tabela V.4 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 2 #65** – torra média clara

Cluster	***N***	***Gênero***		***Faixa etária (anos)***				
		masculino	Feminino	18 - 24	25 – 34	35 - 44	45 - 55	> 56
1	17	35,3%	64,7%	94,1%	5,9%	0,0%	0,0%	0,0%
2	49	20,4%	79,6%	87,8%	8,1%	4,1%	0,0%	0,0%
3	34	20,6%	79,4%	17,1%	50,0%	23,5%	8,8%	0,0%

Cluster	***N***	***Grau de escolaridade***				***Renda familiar***			
		Ensino médio completo	Superior incompleto	Superior completo	Pós-graduação	1 s.m.	2 a 3 s.m.	4 a 5 s.m.	> 5 s.m.
1	17	11,8%	88,2%	0,0%	0,0%	29,4%	23,5%	35,3%	11,8%
2	49	8,2%	87,7%	4,1%	0,0%	22,4%	40,8%	16,3%	20,4%
3	34	0,0%	17,6%	14,7%	67,7%	2,9%	17,6%	20,6%	58,9%

Cluster	***N***	***Tipo de café que costuma consumir***				***Frequência de consumo/dia***			
		Tradicional	Extraforte	Gourmet	Orgânico	1 vez	2 vezes	3 vezes	+3 vezes
1	17	88,2%	11,8%	0,0%	0,0%	88,2%	11,8%	0,0%	0,0%
2	49	73,5%	24,1%	2,4%	0,0%	46,5%	28,6%	8,6%	16,3%
3	34	35,3%	44,2%	17,6%	2,9%	14,7%	47,0%	11,8%	26,5%

Cluster	***N***	***Tamanho da xícara***			***Hábito de adoçar***		***Adoçamento***	
		50 mL	100 mL	200 mL	Sim	Não	Açúcar	Adoçante

1	17	58,8%	35,3%	5,9%	100%	0.0%	80,0%	20,0%
2	49	46,9%	36,7%	16,3%	89,8%	10,2%	61,0%	39,0%
3	34	35,3%	50,0%	14,7%	35,3%	64,7%	80,2%	18,8%

Nota: N = número de participantes; s.m. = salário-mínimo.

Ao analisarmos os comentários atribuídos pelos avaliadores do **Grupo 2 #65** durante a análise sensorial (APÊNDICE A), o café com limão Siciliano apresentou "sabor agradável", "boa mistura de gosto doce e cítrico", "refrescante", "parecido com o tradicional"; "com a adição de açúcar, melhora a acidez" deixando um "café mais sofisticado", mas alguns avaliadores relataram ser "um pouco aguado", "azedo", "parecendo chá". Com kinkan limão o café ficou "suave, adocicado e saboroso", mas alguns avaliadores relataram "sabor azedo", "forte", "amargo", "sensação de pinicamento na garganta", "mascarando o gosto próprio do café". Com a laranja Valência, a bebida apresentou "leve aroma cítrico", "equilibrado", "adocicado" "lembrando mel", mas para outros "foi difícil identificar o aroma", o "sabor ficou fraco", "aguado" e com "aroma gorduroso". Com a adição de laranja lima, "o sabor ficou agradável", "levemente ácido" e para outros apresentou "aroma queimado", "torrado", "amargo" "descaracterizando um pouco o sabor do café", "parecendo ter suco de fruta cítrica". Com a laranja Bahia, foi relatado "aroma suave de chocolate", "leve refrescância" e "aroma cítrico", adocicado no final" para alguns avaliadores, e outros relataram "dificuldade em identificar o aroma e o sabor", sentiram a "bebida aguada", "amarga", com "baixa acidez" "não parecendo um café fresco".

Possivelmente as amostras de torra clara agradariam a consumidores assíduos de chá e café, já que de acordo com as respostas sensoriais dos consumidores essas amostras assemelham-se a chá. A falta de corpo deve-se ao menor teor de sólidos solúveis, já que quanto mais torrada maior a extratabilidade dos sólidos, e também aos compostos de aroma típicos de café como pirazinas que vão formando ao longo da torrefação (FARAH, 2019).

V.3.2.2 *Perfil de torra médio (#55 – escala Agtron - SCA)*

Os resultados do teste sensorial de aceitação e intenção de compra, considerando todos os avaliadores participantes do **Grupo 1 #55** (*N* = 100) estão apresentados na Figura V.5.

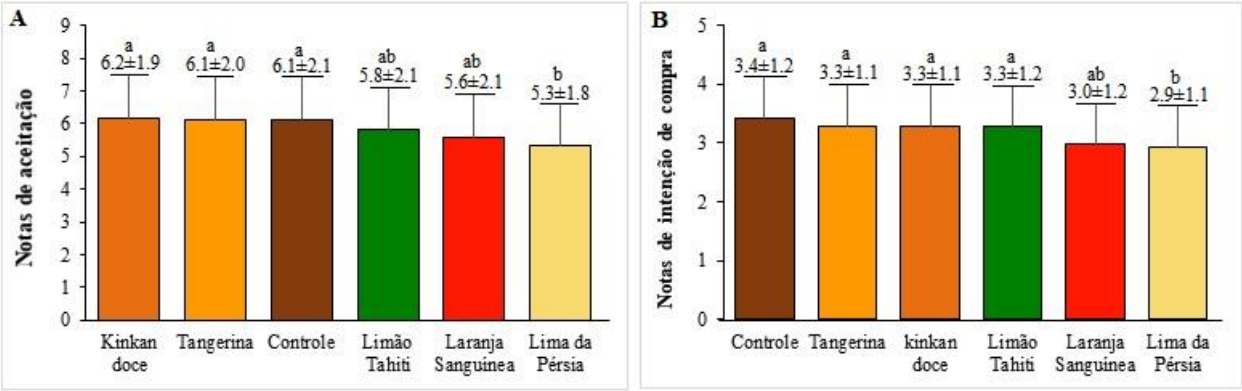


Figura V.5 – A: Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 1 #55**. Diferentes letras sobre as colunas indicam diferenças estatísticas entre as amostras (ANOVA) ($p < 0,05$).

A partir da média global numérica de todos os avaliadores, a pontuação mais elevada para a aceitação foi atribuída para a amostra de café com kinkan doce (6,2 ± 1,9 “gostei ligeiramente”), diferindo significativamente somente da lima da Pérsia (5,3 ± 1,8 “não gostei nem desgostei”) na escala de 1 a 9 pontos. O índice de aceitabilidade ficou abaixo de 70% para todas as amostras. Em relação à intenção de compra, a amostra controle obteve a maior média (3,4 ± 1,2 “indiferente”), mesmo assim, o índice de intenção de compra ficou abaixo de 70%. A amostra com lima da Pérsia obteve o menor índice de aceitação (59%), diferendo significativamente da amostra controle, lima ácida Tahiti, kinkan doce e tangerina. Estes achados sugerem que a lima da Pérsia não harmonizou sensorialmente com café de torra média, desagradando os avaliadores. A intenção de compra também ficou abaixo de 70% para todas as amostras. (Tabela V.5).

Tabela V.5 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 1 #55** – torra média

AMOSTRAS	**GRUPO 1 # 55 – Torra Média**					
	Cluster 1 (*N* = 60)	***Cluster 2*** (*N* = 40)	***Média da Aceitação*** *(1–9 pts)*	***Índice de aceitabilidade***	***Intenção de compra*** *(1-5 pts)*	***Índice I.C.***
CT	6,1 ± 2,2	6,1 ± 1,9	6,1 ± 2,1[a]	67,8%	3,4 ± 1,2[a]	68,0%
LT	5,6 ± 2,0	6,0 ± 2,2	5,8 ± 2,1[ab]	64,4%	3,3 ± 1,2[a]	66,0%
KD	5,5 ± 2,0	6,8 ± 1,5	6,2 ± 1,9[a]	68,9%	3,3 ± 1,1[a]	66,0%
LP	5,2 ± 1,9	5,5 ± 1,6	5,3 ± 1,8[b]	58,9%	2,9 ± 1,1[b]	58,0%
SG	4,7 ± 2,2	6,5 ± 1,5	5,6 ± 2,1[ab]	62,2%	3,0 ± 1,2[ab]	60,0%
TG	5,4 ± 2,1	6,9 ± 1,4	6,1 ± 2,0[a]	67,8%	3,3 ± 1,1[a]	66,0%

Nota: CT: controle; LT: lima ácida Tahiti; KD: kinkan doce; LP; lima da Pérsia; SG: sanguínea; TG: tangerina. Valores de aceitação referentes a escala de 9 pontos. Valores de intenção de compra (I.C.) referentes a escala de 5 pontos MEILGAARD (1991). *N* = 100 avaliadores.

A partir dos dados sociodemográficos e de consumo dos avaliadores do **Grupo 1 #55** - torra média (*N* = 100), foi possível dividir em apenas dois *cluster* (Tabela V.6).

O ***cluster* 1** (*N* = 60) atribuiu as menores notas de aceitação para amostras, variando de 4,7 ± 2,2 a 6,1 ± 2,2 ("desgostei ligeiramente" a "gostei ligeiramente"), sendo composto majoritariamente por 78,3% de avaliadores do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (90%), com ensino superior incompleto (81,7%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (38,4%), costumam consumir café tradicional (86,7%), 1 vez ao dia (53,3%) em xícaras de 50 mL (45%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (98,3%), normalmente, com açúcar (99%).

O ***cluster* 2** (*N* = 40) atribuiu as maiores notas de aceitação para a amostra de café com tangerina (6,9 ± 1,4 "gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente") e kinkan doce (6,8 ± 1,5 "gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente"), obtiveram índice de aceitabilidade de 76,7% e 75,6%, respectivamente. Foi composto majoritariamente por avaliadores do gênero feminino (70.0%), na faixa etária de 18 a 24 anos (50%), com pós-graduação (45%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (47,5%), costumam consumir o tipo de café tradicional (57,5%), 2 vezes ao dia (32,5%) em xícaras de 100 mL (42,5%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (55%) normalmente com adoçante (72,7%).

Tabela V.6 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 1 #55** – torra média

Cluster	*N*	*Gênero*		*Faixa etária (anos)*				
		masculino	feminino	18 - 24	25 – 34	35 - 44	45 – 55	> 56
1	60	21,7%	78,3%	90,0%	10,0%	0,0%	0,0%	0,0%
2	40	30,0%	70,0%	50,0%	27,5%	12,5%	7,5%	2,5%

Cluster	*N*	*Grau de escolaridade*				*Renda familiar*			
		Ensino médio completo	Superior incompleto	Superior completo	Pós-graduação	1 s.m.	2 a 3 s.m.	4 a 5 s.m.	> 5 s.m.
1	60	6,7%	81,7%	3,3%	8,3%	28,3%	38,4%	20,0%	13,3%
2	40	7,5%	40,0%	7,5%	45,0%	10,0%	47,5%	10,0%	32,5%

Cluster	*N*	*Tipo de café que costuma consumir*				*Frequência de consumo/dia*			
		Tradicional	Extraforte	Gourmet	Orgânico	1 vez	2 vezes	3 vezes	+3 vezes
1	60	86,7%	13,3%	0,0%	0,0%	53,3%	26,7%	11,7%	8,3%
2	40	57,5%	37,5%	5,0%	0,0%	15,0%	32,5%	30,0%	22,5%

Cluster	*N*	*Tamanho da xícara*			*Hábito de adoçar*		*Adoçamento*	
		50 mL	100 mL	200 mL	Sim	Não	Açúcar	Adoçante
1	60	45,0%	40,0%	15,0%	98,3%	1,7%	99,0%	1,0%
2	40	40,0%	42,5%	17,5%	55,0%	45,0%	27,3%	72,7%

Nota: *N* = número de participantes; s.m. = salário-mínimo.

A partir dos comentários atribuídos pelos avaliadores do **Grupo 1 #55** durante a análise sensorial (APÊNDICE A), o café da amostra controle foi caracterizado pelos avaliadores como sendo “doce”, “muito saboroso”, “suave”, “gosto de café tradicional” com “sabor interessante”; outros avaliadores comentaram que tiveram “dificuldade de distinguir o aroma/sabor”, perceberam “sabor amargo”, “azedo”, “queimado” e “gosto forte”. A amostra com lima ácida Tahiti apresentou “aroma muito bom de limão”, “refrescante”, “sabor doce”, “suave” e “diversificado”; para outros avaliadores foi “difícil identificar o aroma e o sabor”, “parecendo com alguma erva que não agradou”, além do “gosto de queimado e amargo no final”. A kinkan doce apresentou aroma “maravilhoso”, “sabor suave”, “adocicado”, “agradável”, “concentrado sem ser forte”, ao mesmo tempo que para outros avaliadores, “o amargor se destacou deixando gosto residual” e “textura complexa que não agradaram”. A lima da Pérsia apresentou, para alguns avaliadores, “aroma maravilhoso” e “gosto bom”, “realçando o sabor do café”, mas para outros “o sabor ficou confuso, indefinido”, “mais amargo”, “azedo no final, que não agradou”. A mistura com a laranja sanguínea se mostrou bastante agradável nesta torra, segundo alguns avaliadores, “com aroma de chocolate e cravo bem interessante”; “sabor intenso” e “amargor equilibrado”, para outros, foi relatado “dificuldade de identificar o gosto diferente”, “deixando um resíduo amargo na boca”, dando a “sensação de ânsia/náuseas”; “extremamente forte”,

“azedo” e “amargo”. Já a tangerina foi descrita com “sabor adocicado”, “leve amargor agradável”, mas, para alguns avaliadores apresentou “gosto forte”, “muito ácido”, “enjoativo”, “não agradando no sabor e textura final”. Os avaliadores que relataram características negativas ou não muito agradáveis para as bebidas, foram os mesmos que atribuíram notas mais baixas para as amostras analisadas.

Os resultados do teste sensorial de aceitação e intenção de compra, considerando todos os avaliadores participantes do **Grupo 2 #55** (*N* = 100) estão apresentados na Figura V.6.

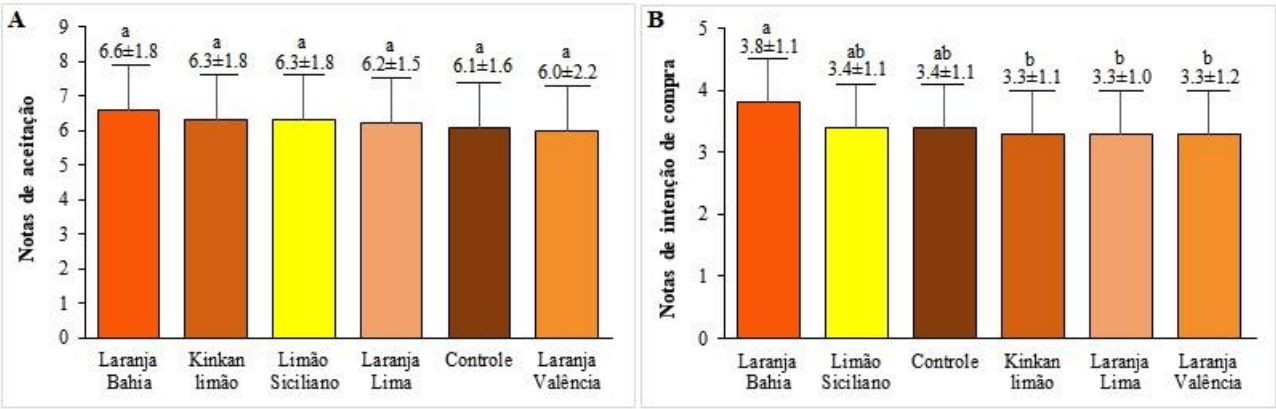


Figura V.6 – A: Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 2 #55**. Diferentes letras sobre as colunas indicam diferenças estatísticas entre as amostras (ANOVA) ($p < 0,05$).

A partir da média global de todos os avaliadores, a amostra com laranja Bahia obteve a maior média numérica (6,6 ± 1,8 “gostei ligeiramente” a “gostei moderadamente”) na escala de 1 a 9 pontos, mas sem diferença significativa entre as outras amostras, apresentou índice de aceitabilidade de 73,3%. As amostras com limão Siciliano e kinkan limão apresentaram índice de aceitabilidade de 70%. Em relação à intenção de compra, a laranja Bahia obteve a maior média (3,8 ± 1,1 “indiferente” e “provavelmente compraria”) na escala de 1 a 5 pontos com índice de 76%, diferindo significativamente das amostras com laranja Lima, kinkan limão e laranja Valência. A distribuição dos percentuais das notas atribuídas para cada bebida de café saborizado no teste sensorial de aceitação e intenção de compra estão apresentados na Tabela V.7.

Tabela V.7 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 2 #55** – torra média

AMOSTRAS	**GRUPO 2 # 55 – Torra Média**					
	Cluster 1 (*N* = 37)	***Cluster 2*** (*N* = 63)	***Média da Aceitação*** *(1–9 pts)*	***Índice de aceitabilidade***	***Intenção de compra*** *(1-5 pts)*	***Índice I.C.***
CT	6,2 ± 1,5	6,0 ± 1,7	6,1 ± 1,6[a]	67,8%	3,4 ± 1,1[ab]	68,0%
LS	6,3 ± 1,5	6,2 ± 1,9	6,3 ± 1,8[a]	70,0%	3,4 ± 1,1[ab]	68,0%
KL	6,5 ± 1,7	6,0 ± 1,8	6,3 ± 1,8[a]	70,0%	3,3 ± 1,1[b]	66,0%
LV	6,0 ± 2,3	5,9 ± 2,1	6,0 ± 2,2[a]	66,7%	3,3 ± 1,2[b]	66,0%
LL	6,6 ± 1,3	5,7 ± 1,5	6,2 ± 1,5[a]	68,9%	3,3 ± 1,0[b]	66,0%
LB	6,6 ± 1,8	6,6 ± 1,7	6,6 ± 1,8[a]	73,3%	3,8 ± 1,1[a]	76,0%

Nota: CT: controle; LS: limão Siciliano; KL: kinkan limão; LV; laranja Valência; LL: laranja Lima; LB: laranja Bahia. Valores de aceitação referentes a escala de 9 pontos. Valores de intenção de compra (I.C.) referentes a escala de 5 pontos MEILGAARD (1991). *N* = 100 avaliadores.

A partir dos dados sociodemográficos e de consumo o **Grupo 2 #55 -** torra média (*N* = 100), também foi possível dividir em apenas dois *clusters* (Tabela V.8).

O ***cluster* 1** (*N* = 37) atribuiu as maiores notas de aceitação para amostras, variando de 6,0 ± 2,3 a 6,6 ± 1,8 "gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente". Foi composto majoritariamente por de avaliadores do gênero feminino (70,3%), faixa etária de 18 a 24 anos (46,0%) e 25 a 34 anos (43,2%), nível de escolaridade de pós-graduação (40,5%), renda familiar com > de 5 salários-mínimos (43,3%), costumam consumir café tradicional (62,%), 2 vezes ao dia (27,0%) ou + de 3 vezes ao dia (27,0%), em xícaras de 100 mL (56,8%) e declararam não possuir o hábito de adoçar a bebida de café (62,2%). Este cluster apresentou características diferenciadas quanto ao nível de escolaridade, renda e principalmente ao fato de não adoçarem a bebida (Tabela V.8). Um estudo realizado por Lenne e Mann (2017), que teve o intuito de avaliar se a redução de açúcar adicionado manteria a sensação de prazer pelos consumidores, concluiu que a redução abrupta do açúcar foi mais eficaz no aumento da satisfação diária do consumo de café ao longo do tempo, quando comparado à redução gradual na quantidade de açúcar. Este resultado vai no sentido contrário das sugestões comuns para a adoção de um estilo de vida sem açúcar (LENNE e MANN, 2017), mas pode ser uma boa estratégia para ajudar as pessoas a reduzirem a ingestão de açúcar e melhorar a saúde.

O ***cluster* 2** (*N* = 63) atribuiu notas de aceitação para amostras variando de 5,7 ± 1,5 a 6,6 ± 1,7 ("não gostei nem desgostei a "gostei moderadamente"), sendo composto por 58,7%

de avaliadores do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (96,8%), com ensino superior incompleto (66,7%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (44,4%), costumam consumir café tradicional (87,3%), 1 vez ao dia (63,5%) em xícaras de 50 mL (47,6%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (98,4%), normalmente com açúcar (82,5%).

Tabela V.8 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 2 #55** – torra média

Cluster	*N*	*Gênero*		*Faixa etária (anos)*				
		masculino	feminino	18 - 24	25 - 34	35 - 44	45 - 55	> 56
1	37	29,7%	70,3%	46,0%	43,2%	5,4%	2,7%	2,7%
2	63	41,3%	58,7%	96,8%	0,0%	0,0%	3,2%	0,0%

Cluster	*N*	*Grau de escolaridade*				*Renda familiar*			
		Ensino médio completo	Superior incompleto	Superior completo	Pós-graduação	1 s.m.	2 a 3 s.m.	4 a 5 s.m.	> 5 s.m.
1	37	5,4%	37,9%	16,2%	40,5%	18,9%	21,6%	16,2%	43,3%
2	63	31,7%	66,7%	1,6%	0,0%	27,0%	44,4%	17,5%	11,1%

Cluster	*N*	*Tipo de café que costuma consumir*					*Frequência de consumo/dia*			
		Tradi-cional	Extra-Forte	Gourmet	Orgânico	Desca-feinado	1 vez	2 vezes	3 vezes	+3 vezes
1	37	62,2%	18,9%	13,5%	2,7%	2,7%	16,2%	27,0%	29,8%	27,0%
2	63	87,3%	6,3%	4,8%	0,0%	1,6%	63,5%	22,2%	9,5%	4,8%

Cluster	*N*	*Tamanho da xícara*			*Hábito de adoçar*		*Adoçamento*	
		50 mL	100 mL	200 mL	Sim	Não	Açúcar	Adoçante
1	37	24,3%	56,8%	18,9%	37,8%	62,2%	72,0%	27,0%
2	63	47,6%	34,9%	17,5%	98,4%	1,6%	82,5%	17,7%

Nota: *N* = número de participantes; s.m. = salário-mínimo.

A partir dos comentários atribuídos pelos avaliadores do **Grupo 2 #55** durante a análise sensorial (APÊNDICE A), o café com limão Siciliano foi caracterizado pelos avaliadores com "sabor cítrico sutil e agradável", "elegante, que lembra mel com limão", sendo "possível beber sem açúcar" ou até mesmo ter o "sabor melhorado com o adoçamento". Em contrapartida, alguns avaliadores sentiram "dificuldade de identificar o aroma e sabor", além de "deixar um amargor residual", "gosto forte parecendo ter muita cafeína". Com kinkan limão, a bebida adquiriu "sabor característico de café torrado, sendo agradável"; outros relataram "amargor agressivo no paladar" e "aroma apimentado". A adição da laranja Valência "não descaracterizou o gosto de café", apresentando "sabor cítrico bem marcante", "finalização longa", "suave", "sabor diferenciado e agradável"; outros relataram "sabor estranho", "amargo", "aguado", "forte" e "azedo". Com a laranja lima, o sabor foi caracterizado como "muito agradável e saboroso", "leve, suave e adocicado"; outros relataram "não apresentar nada

muito chamativo", "aroma bem fraco e amargo". Com a laranja Bahia, a bebida apresentou "aroma e sabor agradáveis", "característico de café com toques aromáticos e cítricos", mas alguns avaliadores relataram "gosto amargo", "levemente azedo", "não harmonizando com este café".

V.3.2.3 *Perfil de torra médio (#45 – escala Agtron - SCA)*

Os resultados do teste sensorial de aceitação e intenção de compra, considerando todos os avaliadores participantes do **Grupo 1 #45** (*N* = 100) estão apresentados na Figura V.7.

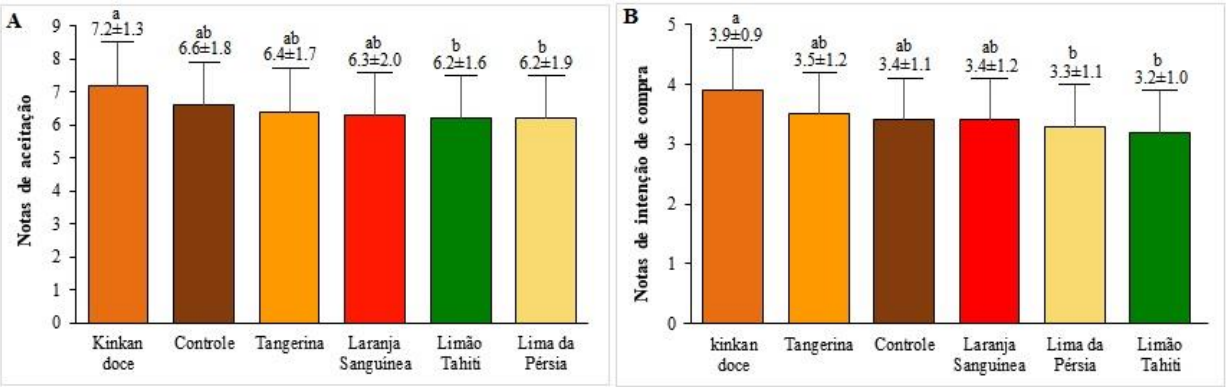


Figura V.7 – A: Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 1 #45**. Diferentes letras sobre as colunas indicam diferenças estatísticas entre as amostras (ANOVA) ($p < 0,05$).

A partir da média global de todos os avaliadores, a pontuação mais elevada para a aceitação foi atribuída à amostra de café com kinkan doce (7,2 ± 1,3 "gostei moderadamente"), na escala de 1 a 9 pontos, diferindo significativamente apenas da lima ácida Tahiti e da lima da Pérsia (6,2 ± 1,6 e 6,2 ± 1,9 "gostei ligeiramente", respectivamente). O índice de aceitabilidade foi de 80% para a kinkan doce, sendo a amostra com maior aceitabilidade entre todas as amostras apresentadas. Além disso, a amostra controle, com tangerina e laranja Sanguínea, também apresentaram índice de aceitabilidade acima de 70%. As amostras com lima ácida Tahiti e lima da Pérsia obtiveram os menores índices de aceitação (62%). Em relação à intenção de compra, a maior média foi atribuída a kinkan doce (3,9 ± 0,9 "provavelmente compraria") com índice de intenção de compra de 78%, diferendo significativamente da lima ácida Tahiti e lima da Pérsia. Estes achados sugerem que estas farinhas cítricas (LT e LP) não harmonizaram sensorialmente com café de torra mais acentuada como a torra #45, diferentemente do que aconteceu em relação ao café de torra clara. A distribuição dos percentuais das notas atribuídas

a cada bebida de café saborizado no teste sensorial de aceitação e intenção de compra está apresentada na Tabela V.9.

Tabela V.9 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não referentes ao **Grupo 1 #45** – torra moderadamente escura

AMOSTRAS	**GRUPO 1 # 45 – Torra Moderadamente escura**						
	Cluster 1 (*N* = 53)	***Cluster 2*** (*N* = 33)	***Cluster 3*** (*N* = 14)	***Média de Aceitação*** *(1–9 pts)*	***Índice de aceitabi-lidade***	***Intenção de compra*** *(1-5 pts)*	***Índice I.C.***
CT	5,8 ± 1,9	6,7 ± 1,6	7,2 ± 1,1	6,6 ± 1,8^{ab}	73,3%	3,4 ± 1,1^{ab}	68,0%
LT	5,5 ± 1,6	6,3 ± 1,6	6,7 ± 1,5	6,2 ± 1,6^{b}	68,9%	3,2 ± 1,0^{b}	64,0%
KD	6,9 ± 1,2	7,0 ± 1,4	7,6 ± 0,9	7,2 ± 1,3^{a}	80,0%	3,9 ± 0,9^{a}	78,0%
LP	5,7 ± 1,8	6,1 ± 1,4	6,6 ± 2,7	6,2 ± 1,9^{b}	68,9%	3,3 ± 1,1^{b}	66,0%
SG	6,5 ± 1,7	5,4 ± 2,4	7,1 ± 1,2	6,3 ± 2,0^{ab}	70,0%	3,4 ± 1,2^{ab}	68,0%
TG	6,3 ± 1,7	6,4 ± 1,6	6,7 ± 1,9	6,4 ± 1,7^{ab}	71,1%	3,5 ± 1,2^{ab}	70,0%

Nota: CT: controle; LT: lima ácida Tahiti; KD: kinkan doce; LP; lima da Pérsia; SG: sanguínea; TG: tangerina. Valores de aceitação referentes a escala de 9 pontos. Valores de intenção de compra (I.C.) referentes a escala de 5 pontos MEILGAARD (1991). *N* = 100 avaliadores.

A partir dos dados sociodemográficos e de consumo o **Grupo 1 #45** - torra moderadamente escura (*N* = 100) foi dividido em três *clusters*.

O ***cluster* 1,** (*N* = 53) atribuiu as menores notas de aceitação, variando de 5,5 ± 1,6 a 6,9 ± 1,2 "não gostei nem desgostei" a "gostei moderadamente"). Foi composto por 52,8% de avaliadores do gênero feminino, faixa etária de 18 a 24 anos (79,2%), com ensino superior incompleto (73,6%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (43,4%), costumam consumir café tradicional (79,2%) 1 vez ao dia (43,4%) em xícaras de 50 mL (47,2%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (90,6%) normalmente com açúcar (96,7%) (Tabela V.10).

O ***cluster* 2** (*N* = 33) atribuiu notas de aceitação variando de 5,4 ± 2,4 a 7,0 ± 1,4 "não gostei nem desgostei" a "gostei moderadamente" e foi composto majoritariamente por avaliadores do gênero feminino (72,7%), faixa etária de 18 a 24 anos (60,7%), com ensino superior incompleto (51,6%), renda familiar com > de 5 salários-mínimos (63,7%), costumam consumir café tradicional (75,8%), 1 vez ao dia (45,4%) em xícaras de 100 mL (57,6%) e declararam não possuir o hábito de adoçar a bebida de café (81,8%).

O ***cluster 3*** (*N* = 14) atribuiu as maiores notas de aceitação variando de 6,6 ± 2,7 a 7,6 ± 0,9 ("não gostei nem desgostei" a "gostei muito"). Todas as amostras desde cluster apresentaram alto índice de aceitabilidade, acima de 70%, sendo consideradas bem aceitas. Foi composto majoritariamente por avaliadores do gênero feminino (85,7%), faixa etária de 35 a 44 anos (42,9%), com pós-graduação (78,6%), renda familiar com > de 5 salários-mínimos (71,5%), costumam consumir café tradicional (50%) 1 ou 3 vezes ao dia (28,6%) em xícaras de 100 mL (50%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (64,3%) normalmente com adoçante (70%). Embora este cluster tenha sido o menor, apresentou características diferenciadas quanto ao nível de escolaridade, renda e ao fato de grande parte dos avaliadores adoçar a bebida de café com adoçante. Além disso, o índice de consumo de café gourmet também foi elevado (35,8%), podendo estar relacionado com o maior nível de escolaridade e renda familiar acima de 5 salários-mínimos, o que pode ter contribuído para a atribuição de notas mais elevadas (Tabela V.10).

Tabela V.10 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 1 #45** – Torra moderadamente escura

Cluster	***N***	***Gênero***		***Faixa etária (anos)***				
		masculino	feminino	18 - 24	25 – 34	35 - 44	45 - 55	> 56
1	53	47,2%	52,8%	79,2%	15,1%	5,7%	0,0%	0,0%
2	33	27,3%	72,7%	69,7%	30,3%	0,0%	0,0%	0,0%
3	14	14,3%	85,7%	14,3%	21,4%	42,9%	21,4%	0,0%

Cluster	***N***	***Grau de escolaridade***				***Renda familiar***			
		Ensino médio completo	Superior incompleto	Superior completo	Pós-graduação	1 s.m.	2 a 3 s.m.	4 a 5 s.m.	> 5 s.m.
1	53	11,3%	73,6%	7,5%	7,5%	24,5%	43,4%	22,6%	9,4%
2	33	12,2%	51,6%	18,1%	18,1%	0,0%	21,2%	15,1%	63,7%
3	14	0,0%	14,3%	7,1%	78,6%	7,1%	14,3%	7,1%	71,5%

Cluster	***N***	***Tipo de café que costuma consumir***				***Frequência de consumo/dia***			
		Tradicional	Extraforte	Gourmet	Orgânico	1 vez	2 vezes	3 vezes	+3 vezes
1	53	79,2%	18,9%	1,9%	0,0%	43,4%	35,8%	9,4%	11,3%
2	33	75,8%	21,2%	3,0%	0,0%	45,4%	27,3%	24,2%	3,0%
3	14	50,0%	7,1%	35,8%	7,1%	28,6%	21,4%	28,6%	21,4%

Cluster	***N***	***Tamanho da xícara***			***Hábito de adoçar***		***Adoçamento***	
		50 mL	100 mL	200 mL	Sim	Não	Açúcar	Adoçante
1	53	47,2%	39,6%	13.2%	90,6%	9,4%	96,7%	3,3%
2	33	27,3%	57,6%	15.1%	18,2%	81,8%	100%	0,0%
3	14	35,7%	50,0%	14.3%	64,3%	35,7%	30,0%	70,0%

Nota: *N* = número de participantes; s.m. = salário-mínimo.

A partir dos comentários atribuídos pelos avaliadores do **Grupo 1 #45** durante a análise sensorial (APÊNDICE A), foi relatado que a amostra controle apresentou “sabor marcante”, “adocicado”, sendo “amarga no início, depois ficando mais suave”, com “frescor”, “podendo ser consumida em qualquer horário do dia”. No entanto, alguns avaliadores comentaram que tiveram “dificuldade de identificar o aroma/sabor”, outros ainda perceberam “gosto muito amargo”, “azedo, ácido e áspero”, com “aroma, gosto e textura mais forte do que as outras amostras”. O café com farinha de casca de lima ácida Tahiti apresentou “aroma agradável”, “saboroso”, “encorpado”, com “um toque cítrico”, “efeito relaxante deixando a sensação de bem-estar”. Segundo outros avaliadores, “foi difícil identificar o sabor”, além disso relataram ser “levemente amargo e azedo”, “aroma de limão que sobressai ao aroma do café”, “muito ácido”, sendo “mais forte do que o convencional”. A kinkan doce apresentou “aroma diferente”, “sabor marcante”, “leve”, “doce”, “gostoso”, “valorizou o café” sendo “ótimo para beber sem açúcar”. Para outros avaliadores, “foi difícil identificar o aroma e o sabor”, apresentando “nota fraca de cítrico”, “podendo ser mais encorpado”; outros ainda comentaram ser um “café forte, amargo e muito torrado”, “ácido” e pouco aromático”. A lima da Pérsia apresentou “bom paladar com e sem adoçante”; “aroma suave”, “sabor forte” e “adocicado no final”, mas para outros, “foi difícil distinguir o aroma e sabor”; “desagradável”, “aroma fraco”, “amargor residual, mesmo adoçando”. A mistura do café com a laranja Sanguínea se mostrou “inovadora”, “diferente”, com “boa intensidade parecendo café espresso”; com “aroma cítrico”, “ácido e refrescante”, “doce no final”; “sabor de mel” e “aroma agradável”, “ótimo para tomar ao acordar”. Outros relataram “dificuldade em identificar o aroma”; sentiram “gosto azedo”, “amargo”, “aroma forte dando até enjoo”. Já a tangerina apresentou “aroma adocicado”, “textura suave”, “muito bom”, “sem necessidade de adoçar o café”; outros relataram “dificuldade em identificar o aroma e o sabor”, bem como “forte gosto de ervas que acentuou o amargor”, e “a bebida apresentou coloração estranha”.

Os resultados do teste sensorial de aceitação e intenção de compra, considerando todos os avaliadores participantes do **Grupo 2 #45** (N = 100) apresentados na Figura V.8.

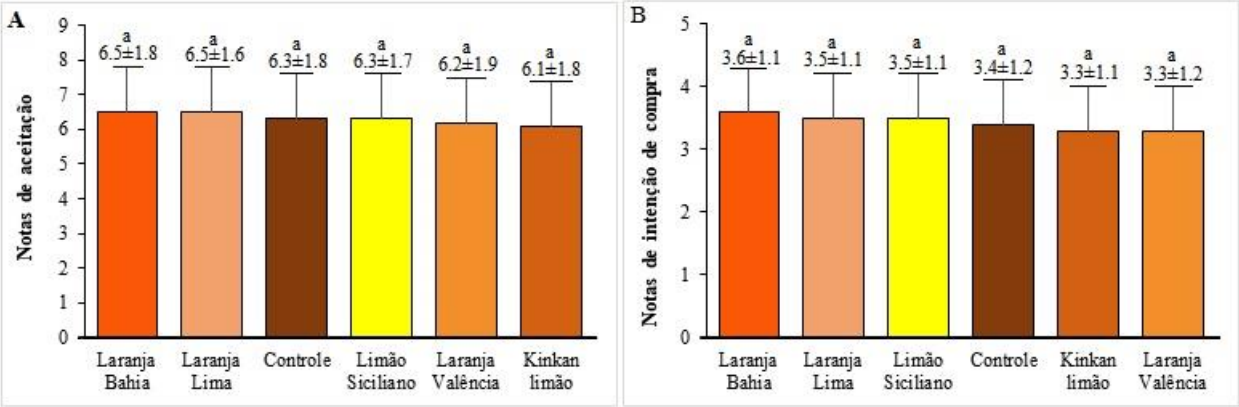


Figura V.8 – A: Média das notas do teste sensorial de aceitação das bebidas de cafés saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. **B:** Média das notas do teste sensorial de intenção de compra das amostras oferecidas aos avaliadores (*N* = 100) do **Grupo 2 #45**. Diferentes letras sobre as colunas indicam diferenças estatísticas entre as amostras (ANOVA) ($p < 0,05$).

A partir da média global de todos os avaliadores, a amostra com laranja Bahia e laranja Lima obtiveram as maiores médias (6,5 ± 1,8 e 6,5 ± 1,6 - "gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente") na escala de 1 a 9 pontos, mesmo não havendo diferença significativa entre as outras amostras, e apresentaram índice de aceitabilidade de 72,2%. Além disso, a amostra controle e com limão Siciliano apresentaram índice de aceitabilidade de 70%. Em relação à intenção de compra, a laranja Bahia obteve a maior média (3,6 ± 1,1 – entre "indiferente" e "provavelmente compraria") na escala de 1 a 5 pontos, com índice de 72%, não diferindo significativamente das amostras. A distribuição dos percentuais das notas atribuídas para cada bebida de café saborizado no teste sensorial de aceitação e intenção de compra estão apresentados na Tabela V.11.

Tabela V.11 Médias das notas do teste sensorial de aceitação e intenção de compra de cafés saborizados ou não, referentes ao **Grupo 2 #45** – torra moderadamente escura

AMOSTRAS	**GRUPO 2 # 45 – Torra Moderadamente escura**						
	Cluster 1 (*N* = 17)	***Cluster 2*** (*N* = 46)	***Cluster 3*** (*N* = 37)	***Média da Aceitação*** *(1–9 pts)*	***Índice de aceitabi-lidade***	***Intenção de compra*** *(1-5 pts)*	***Índice I.C.***
CT	7,0 ± 1,1	6,7 ± 1,3	5,2 ± 2,1	6,3 ± 1,8[a]	70,0%	3,4 ± 1,2[a]	68,0%
LS	6,5 ± 1,5	6,5 ± 1,4	5,8 ± 2,0	6,3 ± 1,7[a]	70,0%	3,5 ± 1,1[a]	70,0%
KL	6,5 ± 1,5	6,3 ± 1,4	5,5 ± 2,1	6,1 ± 1,8[a]	67,8%	3,3 ± 1,1[a]	66,0%
LV	6,4 ± 2,1	6,2 ± 2,0	5,9 ± 1,8	6,2 ± 1,9[a]	68,9%	3,3 ± 1,2[a]	66,0%
LL	6,9 ± 1,4	6,7 ± 1,5	5,9 ± 1,8	6,5 ± 1,6[a]	72,2%	3,5 ± 1,1[a]	70,0%
LB	7,2 ± 1,6	6,1 ± 1,4	6,2 ± 2,0	6,5 ± 1,8[a]	72,2%	3,6 ± 1,1[a]	72,0%

Nota: CT: controle; LS: limão Siciliano; KL: kinkan limão; LV; laranja Valência; LL: laranja Lima; LB: laranja Bahia. Valores de aceitação referentes a escala de 9 pontos. Valores de intenção de compra (I.C.) referentes a escala de 5 pontos MEILGAARD (1991). *N* = 100 avaliadores.

A partir dos dados sociodemográficos e de consumo o **Grupo 2 #45** - torra moderadamente escura (*N* = 100) foi dividido em três *clusters*.

O ***cluster* 1** (*N* = 17) atribuiu as maiores notas de aceitação para a amostra de café com laranja Bahia (7,2 ± 1,6 - "gostei moderadamente" a "gostei muito") apresentando índice de aceitabilidade de 80%. As demais amostras também apresentaram alto índice de aceitabilidade, todos acima de 70%, sendo consideradas bem aceitas por esse grupo. Este *cluster* foi composto majoritariamente por avaliadores do gênero feminino (82,4%), faixa etária de 25 a 34 anos (41,3%), com pós-graduação (47,1%), renda familiar com > de 5 salários-mínimos (58,8%), costumam consumir café extraforte (52,9%), + de 3 ao dia (47,1%) em xícaras de 50 mL (47,1%) e declararam não possuir o hábito de adoçar a bebida de café (52,9%) (**Tabela V.12**). Por ser um café de torra mais escura, agradou muito estes avaliadores deste grupo. Além disso, foram observadas características diferenciadas quanto ao nível de escolaridade, renda, consumo de café extraforte e principalmente ao fato de que a maioria não tem o hábito de adoçar a bebida. Este fato pode estar relacionado a maior renda familiar e ao elevado grau de escolaridade, pois são pessoas que possuem maior conhecimento e, provavelmente, se preocupam mais com a saúde.

O ***cluster* 2** (*N* = 46) atribuiu notas variando de 6,1 a 6,7 - "gostei ligeiramente" a "gostei moderadamente" para as amostras analisadas, sendo composto principalmente por avaliadores do gênero feminino (78,3%), na faixa etária de 18 a 24 anos (76,1%), com ensino superior incompleto (67,5%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (32,6%), costumam consumir o tipo de café tradicional (95,7%), 1 vez ao dia (52,3%) em xícaras de 50 mL (58,7 %) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (78,3%) normalmente com açúcar (71,4%).

O ***cluster 3*** (*N* = 37) atribuiu as menores notas, variando de 5,2 a 6,2 – "não gostei nem desgostei" a "gostei ligeiramente", sendo composto por 51,4% de avaliadores do gênero feminino, na faixa etária de 18 a 24 anos (75,7%), com ensino superior incompleto (64,9%), renda familiar de 2 a 3 salários-mínimos (40,6%), costumam consumir café extraforte (54,0%) 1 vez ao dia (35,2%) em xícaras de 100 mL (45,9%) e declararam possuir o hábito de adoçar a bebida de café (100%) normalmente com açúcar (94,6%).

Tabela V.12 Características detalhadas dos três clusters referentes ao **Grupo 2 #45** – Torra moderadamente escura

Cluster	*N*	*Gênero*		*Faixa etária (anos)*				
		masculino	feminino	18 – 24	25 - 34	35 - 44	45 - 55	> 56
1	17	17,6%	82,4%	17,6%	41,3%	17,6%	17,6%	5,9%
2	46	21,7%	78,3%	76,1%	19,6%	4,3%	0,0%	0,0%
3	37	48,6%	51,4%	75,7%	21,6%	0,0%	0,0%	2,7%

Cluster	*N*	*Grau de escolaridade*				*Renda familiar*			
		Ensino médio completo	Superior incompleto	Superior completo	Pós-graduação	1 s.m.	2 a 3 s.m.	4 a 5 s.m.	> 5 s.m.
1	17	0,0%	29,4%	23,5%	47,1%	5,9%	11,8%	23,5%	58,8%
2	46	13,0%	67,5%	4,3%	15,2%	26,1%	32,6%	17,4%	23,9%
3	37	13,5%	64,9%	8,1%	13,5%	29,7%	40,6%	8,1%	21,6%

Cluster	*N*	*Tipo de café que costuma consumir*				*Frequência de consumo/dia*			
		Tradicional	Extraforte	Gourmet	Orgânico	1 vez	2 vezes	3 vezes	+3 vezes
1	17	11,8%	52,9%	35,3%	0,0%	23,5%	11,8%	17,6%	47,1%
2	46	95,7%	4,3%	0,0%	0,0%	52,3%	32,6%	13,0%	2,1%
3	37	43,3%	54,0%	2,7%	0,0%	35,2%	29,7%	24,3%	10,8%

Cluster	*N*	*Tamanho da xícara*			*Hábito de adoçar*		*Adoçamento*	
		50 mL	100 mL	200 mL	Sim	Não	Açúcar	Adoçante
1	17	47,1%	35,3%	17,6%	47,1%	52,9%	33,3%	66,6%
2	46	58,7%	26,1%	15,2%	78,3%	21,7%	71,4%	28,6%
3	37	21,6%	45,9%	32,5%	100%	0,0%	94,6%	5,4%

Nota: *N* = número de participantes; s.m. = salário-mínimo.

A partir dos comentários atribuídos pelos avaliadores do **Grupo 2 #45** durante a análise sensorial (APÊNDICE A), o café com limão Siciliano apresentou "sabor adocicado", "suave", "leve refrescância", "aroma rico, saboroso e agradável". Em contrapartida, também foi relatado "dificuldade de identificar o aroma e sabor", relataram ser uma "torra muito escura", "sabor forte de queimado", "muito ácido", "sensação de amarrar a boca com gosto azedo residual". Com kinkan limão "ficou leve, suave, adocicado, aromático", "mantendo o sabor de café" e "acidez na medida certa"; outros relataram "dificuldade de identificar o aroma e sabor", ainda ser uma "bebida forte, amarga", com "aroma e gosto desagradáveis", "havendo necessidade de adoçar um pouco mais". Com laranja Valência, foi relatado que a "textura ficou perfeita; "sabor adocicado", "aroma assemelhando-se ao café espresso", "refinado, acidez equilibrada, suave", "sabor marcante e agradável"; outros relataram possuir "pouco aroma", "sabor agressivo", "muito amargo", "sabor azedo que não agradou". Para a laranja lima o "sabor ficou inexplicável de bom, delicioso"; "gosto agradável", "melhor sem açúcar", sendo suave com "sabor

refrescante"; outros relataram "dificuldade de identificar o aroma e sabor"; "torra muito escura", "sabor agressivo", "amargo mesmo adoçando", "textura áspera". A amostra com a farinha de casca com a laranja Bahia apresentou "sabor suave", "adocicado", "acidez e aroma agradáveis", "boa textura", "boa intensidade de sabor", "muito saboroso", "sem necessidade de adoçar". Mas alguns avaliadores relataram "dificuldade de identificar o aroma e sabor"; "muito amargo, forte, azedo", "havendo maior necessidade de adoçamento".

V.3.2.3 *Teste sensorial "Check All That Apply" (CATA)*

Durante a utilização da lista de atributos na análise de CATA, cada consumidor toma decisões subjetivas quanto à aplicabilidade dos termos para cada amostra avaliada. Os termos selecionados são claramente considerados pelo consumidor como sendo apropriados para descrever a amostra. Por outro lado, termos não selecionados podem indicar que o atributo não foi percebido ou que o termo é inapropriado pelo consumidor para caracterizar a referida amostra. Para Varela e Ares (2012), esta é a principal vantagem do CATA, pois possibilita a seleção de vários atributos, não limitando os avaliadores a apenas uma resposta ou forçando-os a analisar atributos específicos. Os atributos utilizados podem ser exclusivamente relacionados às características sensoriais das amostras como também podem incluir termos hedônicos, aspectos afetivos, e até mesmo termos relacionados com o uso do produto em questão (DOOLEY, LEE e MEULLENET, 2010).

O teste CATA no presente estudo, foi realizado com base em 25 atributos, dos quais 18 explicaram bem as amostras, apresentando diferença significativa ($p < 0,05$), entre eles: aroma/sabor de caramelo, camomila, chocolate, cidreira, cítrico, cravo, ervas, floral, limão, laranja, torrado, verde, ácido, gosto amargo, azedo, adstringente, textura aveludado e encorpado (Tabela V.13). Os atributos que não apresentaram significância para descrever as amostras foram: aroma/sabor de amendoim, eucalipto, fumo, madeira, queimado, gosto doce e textura aguada. Isto indica que, embora os produtos em avaliação apresentem características marcantes e muitas vezes complexas para a descrição por avaliadores não treinados, as características percebidas foram claramente identificadas dentre os termos da lista e considerados apropriados para descrever as amostras. A representatividade dos atributos utilizados pelos avaliadores foi de 72%, de acordo com o teste *Q de Cochran*, sugerindo que esta técnica permitiu que os consumidores detectassem diferenças nas características sensoriais das bebidas de café saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas. Em um estudo que investigou dez

diferentes métodos de preparo do café, foram utilizados 26 descritores, dos quais 12 explicaram bem as diferenças entre as amostras (FERINI, et al., 2021).

Tabela V.13 Resultado do teste Q de Cochran para o questionário CATA de acordo com a frequência de escolha de cada atributo para todas as amostras

Atributos de aroma/sabor	*valor de p*	*Atributos de gosto*	*p-valor*	*Atributos de Textura*	*p-valor*
Amendoim	0,495	**Ácido**	**0,050**	**Adstringente**	**0,046**
Caramelo	**0,043**	**Amargo**	**0,001**	Aguado	0,145
Camomila	**0,009**	**Azedo**	**0,021**	**Aveludado**	**0,050**
Chocolate	**0,046**	Doce	0,418	**Encorpado**	**0,002**
Cidreira	**<0,0001**				
Cítrico	**<0,0001**				
Cravo	**0,045**				
Ervas	**0,042**				
Eucalipto	0,277				
Floral	**<0,0001**				
Fumo	0,664				
Limão	**<0,0001**				
Laranja	**<0,0001**				
Madeira	0,154				
Queimado	0,987				
Torrado	**<0,0001**				
Verde	**0,014**				

Nota: valor de $p < 0,05$ indica que os produtos diferem significativamente uns dos outros.

V.3.2.3.1 *Perfil de torra médio claro #65*

Grupo 1 #65: A frequência da menção dos atributos de caracterização (aroma/sabor, gosto e textura) para as bebidas de café saborizadas ou não com farinha da casca de frutas cítricas está descrita na Tabela V.14 e representada na Figura V.9. A amostra controle, sem a adição de farinha cítrica se destacou nas características de aroma/sabor de amendoim, chocolate, madeira, queimado, torrado, gosto amargo e textura aguada e encorpada. A amostra com lima ácida Tahiti se destacou nas características de aroma/sabor de camomila, cidreira, cítrico, ervas, floral, laranja e limão, gosto doce e textura aguada e aveludada. A amostra com kinkan doce apresentou aroma/sabor de caramelo, chocolate, torrado, gosto amargo e doce e

textura aguada e aveludada. A laranja Sanguínea se destacou no aroma/sabor cítrico, floral laranja, limão, gosto doce e textura aguada e aveludada. A lima da Pérsia se destacou no aroma/sabor cítrico, ervas, floral, madeira, queimado e torrado, gosto amargo e doce e textura aguada e aveludada. A tangerina se destacou no aroma/sabor de caramelo, cítrico, ervas, madeira, torrado, gosto amargo e doce e textura aguada e encorpada. Em relação à textura destas amostras de perfil de torra #65, muitos avaliadores relataram ser uma bebida aguada, independente da adição ou não de cítrico. Isso se deve ao fato de que muitos consumidores ainda têm o hábito de tomar café de torra excessiva (commodity), o que pode estar atrelado à baixa acessibilidade aos cafés de melhor qualidade, por conta do valor mais elevado ou ainda pela falta de conhecimento sobre os benefícios de consumir cafés de torras mais claras (BRESSANI et al., 2021).

Tabela V.14 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas

	Frequência de citações – Grupo 1 - Torra média-clara #65					
ATRIBUTO	**Controle**	**Lima ác. Tahiti**	**Kinkan Doce**	**Laranja Sanguínea**	**Lima da Pérsia**	**Tangerina**
Aroma/Sabor						
Amendoim	8	3	7	2	7	6
Caramelo	10	8	17	11	7	12
Camomila	1	15	5	6	6	3
Chocolate	11	9	10	2	8	8
Cidreira	5	26	3	11	3	4
Cítrico	14	36	9	39	18	18
Cravo	3	4	3	1	7	3
Ervas	8	25	11	14	19	13
Eucalipto	6	11	2	10	6	6
Floral	8	28	4	19	13	5
Fumo	5	5	4	3	7	6
Limão	5	15	4	10	5	5
Laranja	5	22	5	49	5	7
Madeira	26	7	14	6	21	18
Queimado	23	6	12	6	17	15
Torrado	39	12	42	19	28	43
Verde	5	14	6	8	8	4
Gosto						
Ácido	15	20	11	23	14	13
Amargo	56	27	55	32	57	55
Azedo	17	20	13	23	17	15
Doce	18	39	27	37	26	28
Textura						
Adstringente	12	12	10	16	17	13
Aguado	39	43	54	45	46	35
Aveludado	23	28	29	25	24	22
Encorpado	29	21	12	19	20	36

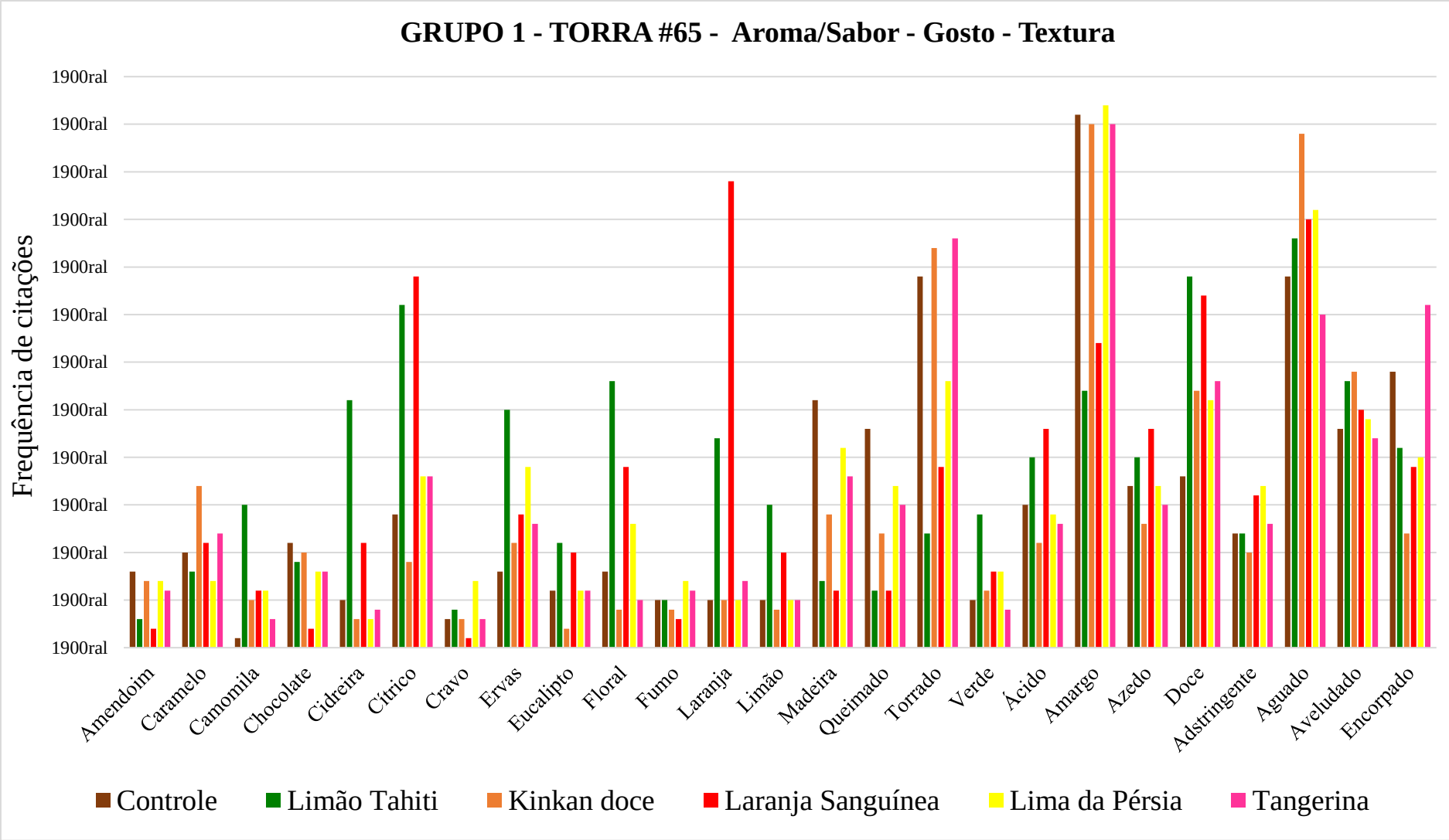


Figura V.9 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial Grupo 1 #65.

A Análise de Componentes Principais (PCA) é aplicada aos coeficientes de correlação e os resultados são visualizados em um mapa bidimensional. Nesta análise, o produto controle também foi considerado como amostra complementar. A Figura V.10 indica que no **Grupo 1 #65** as duas primeiras dimensões foram capazes de explicar 80,2% das variações, sendo PC1 responsável por 53,9% da variação e PC2 por 26,3%. Ao posicionar o vetor de aceitação, a amostra de café com lima ácida Tahiti (LT) foi a que ficou mais próxima e segundo os avaliadores foi associada aos atributos de aroma/sabor de cidreira e camomila. Isso pode estar relacionado ao fato da torra #65 ser mais clara da habitualmente consumida no Brasil, além da presença dos compostos terpênicos como α-pineno, β-mirceno, γ-terpineno e β-elemeno que apresentam aroma herbal e são considerados de impacto na composição volátil da farinha da casca de lima ácida Tahiti (BURDOCK, 2016, CANO-LAMADRID et al., 2018 - Capítulo II – Tabela II.2). Apesar disso, o índice de aceitabilidade ficou acima de 70% para os clusters 1 e 2 (Tabela V.2) para a amostra LT, sendo considerada bem aceita por esses consumidores.

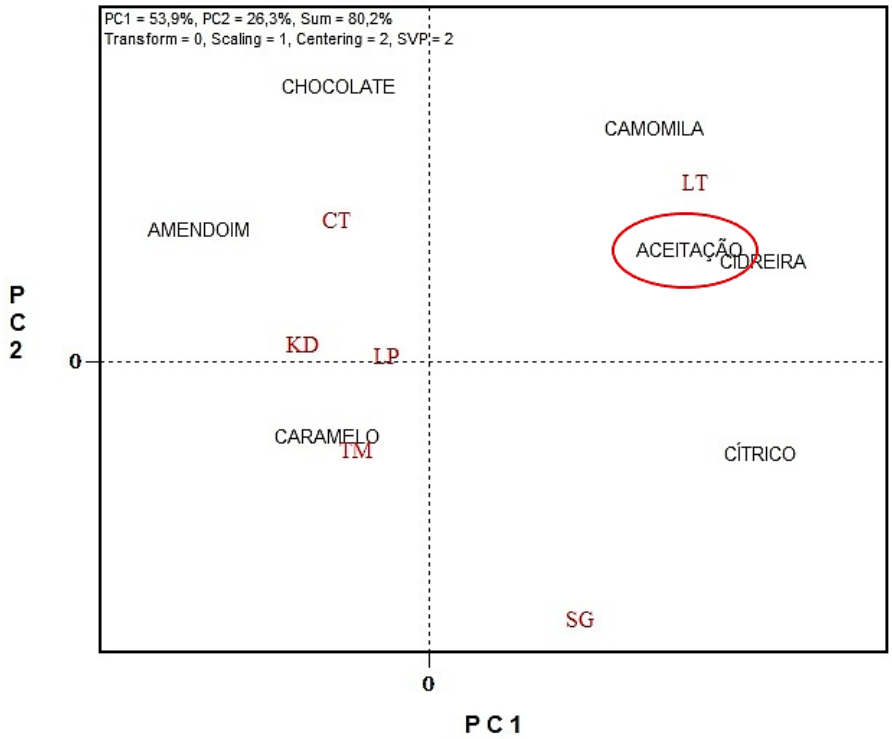


Figura V.10 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 1 #65** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100). CT: controle; LT: lima ácida Tahiti; KD: kinkan doce; LP: lima da Pérsia; SG: laranja Sanguínea; TM: tangerina.

No **Grupo 2 #65** a frequência da menção dos atributos de caracterização (aroma/sabor, gosto e textura) pelo teste sensorial CATA, está descrita na Tabela V.15 e representada na apresentada na Figura V.11. A amostra controle, sem a adição de farinha cítrica, se destacou

nas características de aroma/sabor de amendoim, cravo, fumo, madeira, queimado, torrado, gosto amargo e textura aguada, aveludada e encorpada. A amostra com limão Siciliano se destacou nas características de aroma/sabor de cidreira, cítrico, ervas, eucalipto, laranja, limão e verde, gosto amargo e doce e textura aguada e aveludada. A amostra com kinkan limão apresentou aroma/sabor de amendoim, cítrico, madeira, queimado e torrado, gosto amargo, azedo e doce e textura encorpada. A laranja Lima se destacou no aroma/sabor caramelo, laranja, torrado, gosto ácido e amargo e textura aguada, aveludada e encorpada. A laranja Bahia se destacou no aroma/sabor camomila, cidreira, cítrico e floral, gosto amargo e doce e textura aguada. A laranja Valência se destacou no aroma/sabor de caramelo, chocolate, camomila, ervas, laranja, gosto amargo e doce e textura aguada.

Tabela V.15 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas

ATRIBUTO	Frequência de citações – Grupo 2 - Torra média-clara #65					
	Controle	**Limão Siciliano**	**Kinkan limão**	**Laranja Lima**	**Laranja Bahia**	**Laranja Valência**
Aroma/Sabor						
Amendoim	10	2	9	3	2	3
Caramelo	8	8	9	14	10	12
Camomila	5	9	5	7	11	15
Chocolate	5	3	8	4	7	8
Cidreira	9	15	9	11	13	7
Cítrico	14	25	18	18	19	16
Cravo	10	4	8	1	2	2
Ervas	12	20	12	14	11	16
Eucalipto	3	16	8	8	10	7
Floral	6	12	6	8	14	6
Fumo	9	6	11	2	8	3
Limão	6	15	9	4	10	6
Laranja	1	17	5	19	13	24
Madeira	21	9	14	14	9	7
Queimado	25	12	17	9	13	10
Torrado	38	21	30	35	21	20
Verde	5	14	7	8	6	9
Gosto						
Ácido	12	18	17	19	14	26
Amargo	61	45	50	45	45	29
Azedo	15	15	18	12	14	15
Doce	17	31	26	32	35	28
Textura						
Adstringente	18	13	14	17	15	18
Aguado	30	37	18	28	43	47
Aveludado	26	35	26	28	25	14
Encorpado	32	16	44	28	29	13

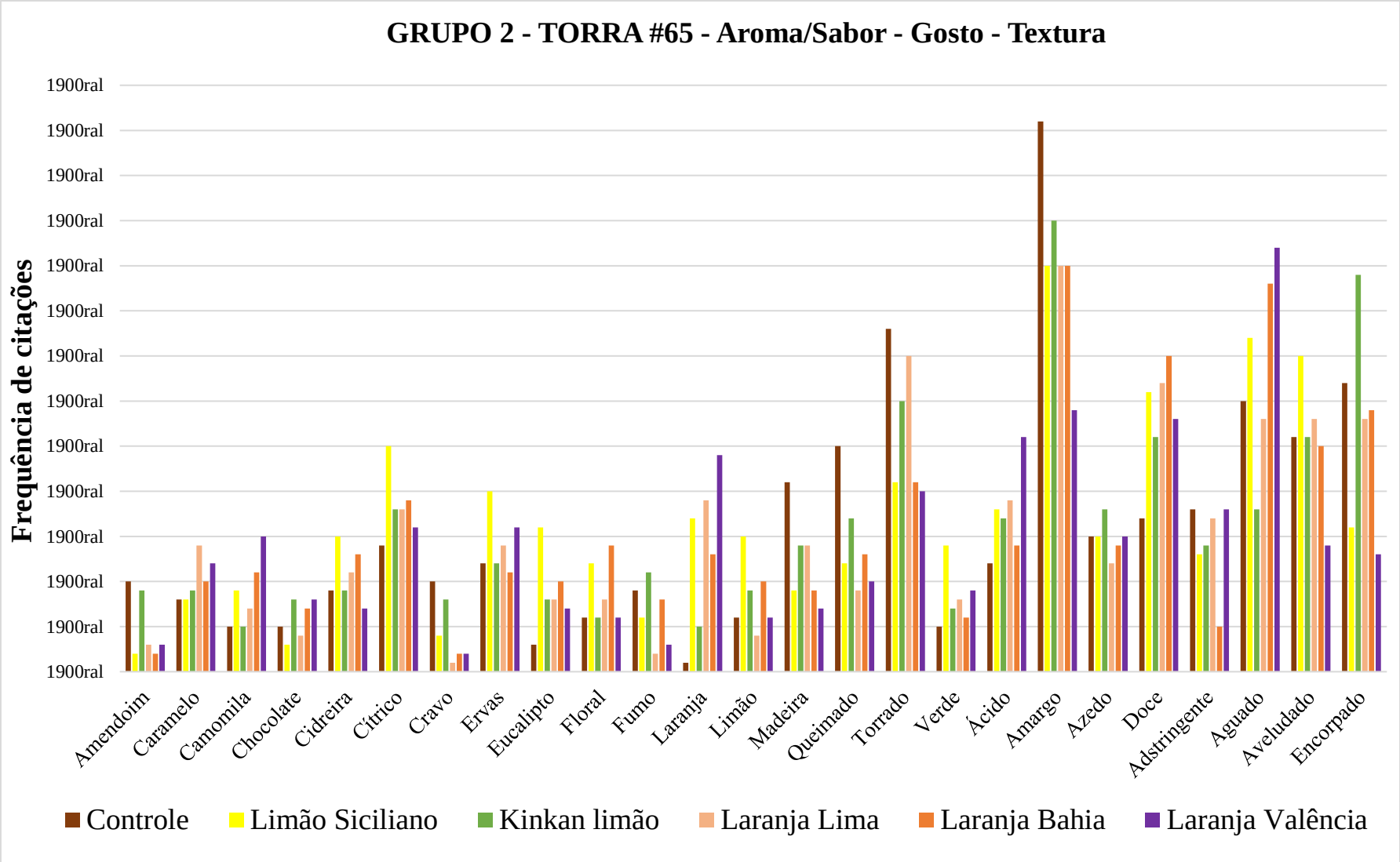


Figura V.11 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial do Grupo 2 #65.

Grupo 2 #65: A Figura V.12 indica que as duas primeiras dimensões foram capazes de explicar 69% das variações, sendo PC1 responsável por 44,3% da variação e PC2 por 24,7%. Ao posicionar o vetor de aceitação, podemos observar que a aceitação dos avaliadores ficou mais próxima à amostra de café com laranja Lima (LL) e laranja Bahia (LB), sendo associadas ao aroma/sabor de caramelo. Outro ponto importante que podemos observar, é que a amostra com limão Siciliano foi associada ao aroma de cidreira e cítrico para esses consumidores, aromas naturalmente característicos desta fruta, podendo ser associados aos compostos de impacto presentes na farinha da casca como limoneno, α-felandreno e γ-terpineno (BURDOCK, 2016, CANO-LAMADRID et al., 2018). Já o café controle, foi associado ao aroma/sabor de amendoim, característico de compostos voláteis de impacto como 2-etilpirazina, 2,3-dimetilpirazina e 2-etenilpirazina pertencentes à classe das Pirazinas (Capítulo III – Tabela III.3).

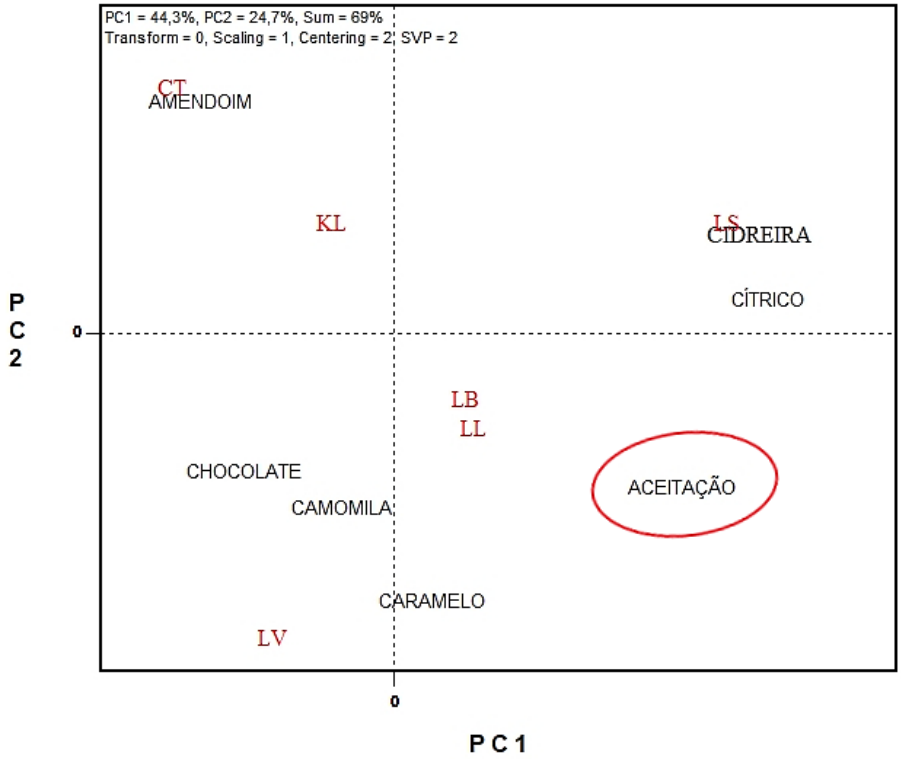


Figura V.12 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 2 #65** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100). CT: controle; LS: limão Siciliano; KL: kinkan limão; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; LB: laranja Bahia.

V.3.2.3.2 *Perfil de torra médio #55*

Grupo 1 #55: A frequência da menção dos atributos de caracterização (aroma/sabor, gosto e textura) pelo teste sensorial CATA, está descrita na Tabela V.16 e representada na

Figura V.13. A amostra controle se destacou nas características de aroma/sabor de caramelo, camomila, chocolate, madeira, queimado, torrado, verde, gosto amargo e textura aguada, aveludada e encorpada. A amostra com lima ácida Tahiti se destacou nas características de aroma/sabor de camomila, cidreira, cítrico, floral, limão e queimado, gosto ácido, amargo e doce e textura aguada. A amostra com kinkan doce apresentou aroma/sabor de caramelo, cítrico, cravo, madeira, torrado, gosto amargo e doce e textura aguada. A laranja Sanguínea se destacou no aroma/sabor cítrico, ervas, floral, laranja, limão, verde, gosto ácido, amargo e azedo e textura adstringente e aguada. A lima da Pérsia se destacou no aroma/sabor cidreira, ervas, fumo e torrado, gosto amargo e azedo e textura aguada. A tangerina se destacou no aroma/sabor de caramelo, cítrico, ervas, torrado, gosto ácido, amargo e textura aguada, aveludada e encorpada.

Tabela V.16 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas

	Frequência de citações – Grupo 1 - Torra média #55					
ATRIBUTO	**Controle**	**Lima ácida Tahiti**	**Kinkan Doce**	**Laranja Sanguínea**	**Lima da Pérsia**	**Tangerina**
Aroma/Sabor						
Amendoim	3	7	4	7	6	7
Caramelo	9	7	13	2	3	15
Camomila	12	9	7	9	4	2
Chocolate	10	6	6	2	8	6
Cidreira	6	11	3	9	13	8
Cítrico	14	30	21	23	12	22
Cravo	4	4	7	5	6	6
Ervas	9	9	6	17	16	13
Eucalipto	2	5	4	6	2	4
Floral	6	10	8	10	4	8
Fumo	3	6	7	4	10	6
Limão	5	13	4	12	4	6
Laranja	4	10	7	24	3	10
Madeira	20	13	18	9	15	16
Queimado	20	21	18	18	19	14
Torrado	27	23	30	21	31	29
Verde	8	2	5	9	5	6
Gosto						
Ácido	17	21	13	21	14	18
Amargo	54	52	59	54	52	55
Azedo	18	17	13	21	28	16
Doce	17	26	24	16	18	17
Textura						
Adstringente	15	16	11	22	13	16
Aguado	40	38	46	34	37	30
Aveludado	25	28	24	22	26	29
Encorpado	27	23	26	25	28	28

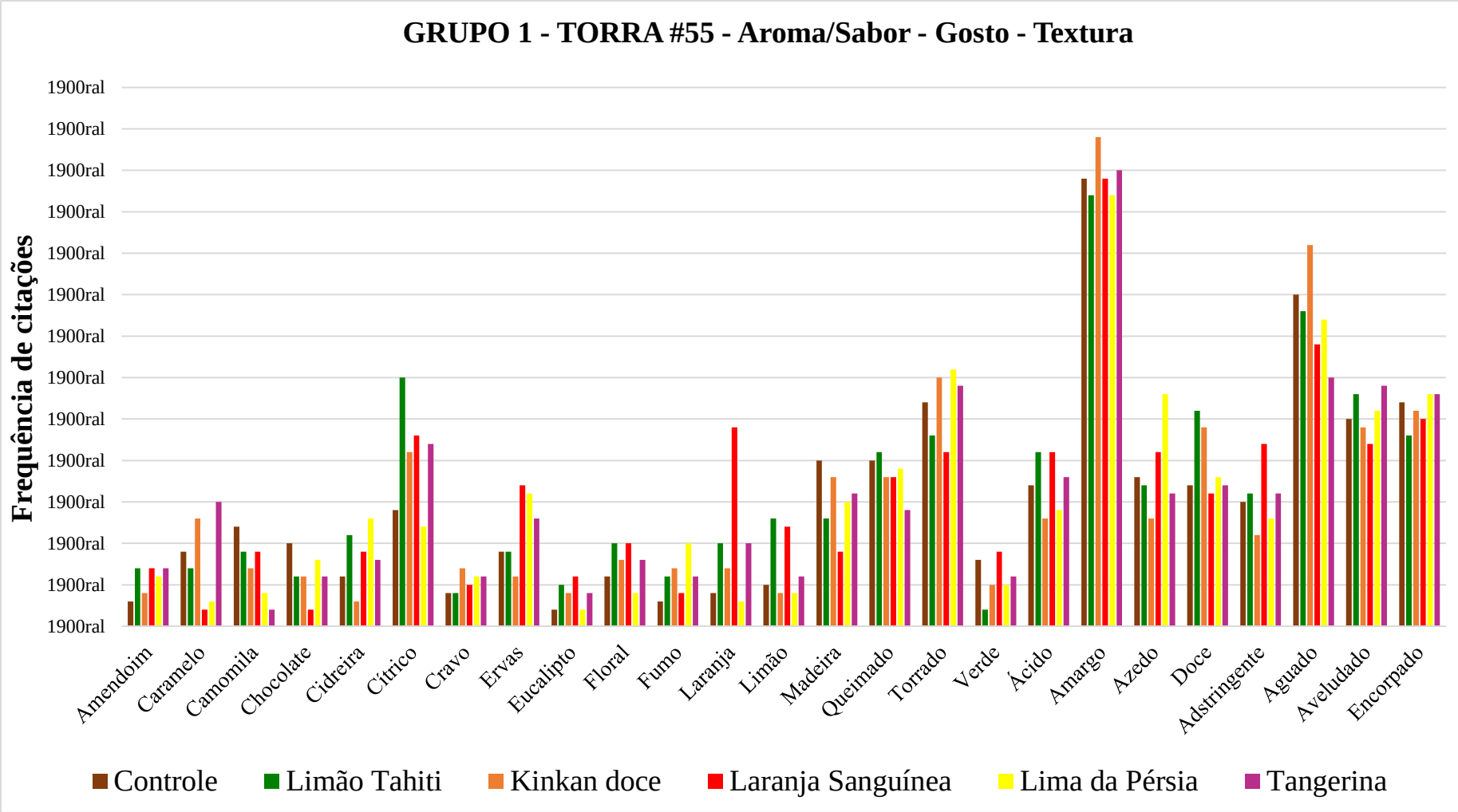


Figura V.13 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial Grupo 1 #55.

A Figura V.14 indica que no **Grupo 1 #55** as duas primeiras dimensões foram capazes de explicar 74,8% das variações, sendo PC1 responsável por 46,1% da variação e PC2 por 28,7%. Ao posicionar o vetor de aceitação, podemos observar que os avaliadores mostraram maior aceitação pela amostra de café com kinkan doce (KD), sendo associada ao aroma/sabor de caramelo. Na composição volátil da farinha de KD, alguns compostos de impacto estão associados ao aroma doce como limoneno, terpinoleno, α-farneseno, linalol, decanal, dodecanal e acetato de geranila (BURDOCK, 2016, CANO-LAMADRID et al., 2018 - Capítulo II – Tabela II.2), que misturado ao café pode contribuir para a sensação de sabor/aroma de caramelo.

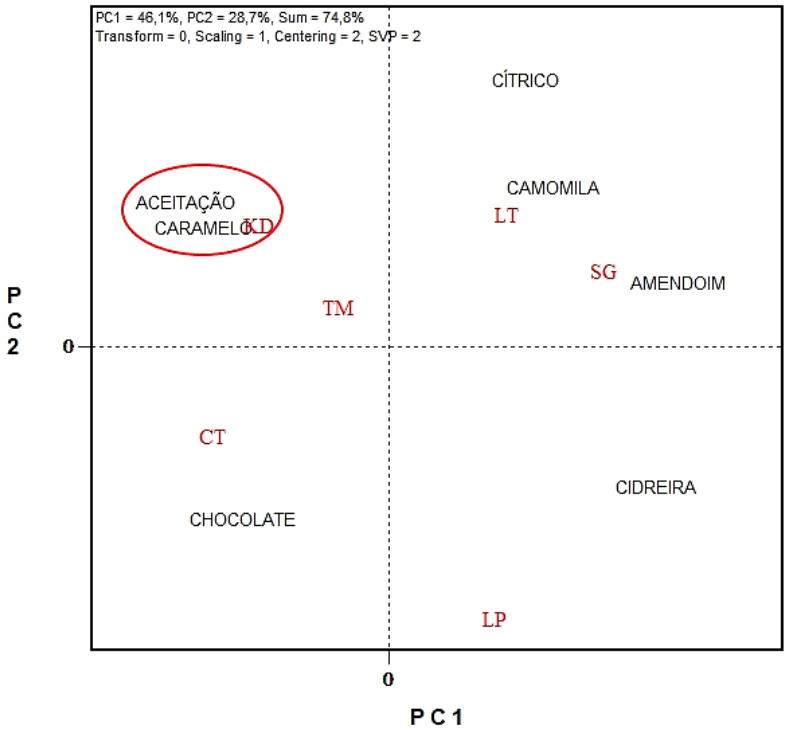


Figura V.14 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 1 #55** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100). CT: controle; LT: lima ácida Tahiti; KD: kinkan doce; LP: lima da Pérsia; SG: laranja Sanguínea; TM: tangerina.

Grupo 2 #55: A frequência da menção dos atributos de caracterização (aroma/sabor, gosto e textura) pelo teste sensorial CATA, está descrita na Tabela V.17 e representada na Figura V.15. A amostra controle se destacou nas características de aroma/sabor de caramelo, chocolate, floral, madeira e torrado, gosto amargo e doce, textura adstringente e aguada. Segundo Bressani et al (2021) chocolate é o sabor que o consumidor mais espera encontrar em cafés especiais, seguido de caramelo, frutas e nozes. Na amostra com limão Siciliano o aroma/sabor de cidreira, cítrico, ervas, limão e queimado, gosto ácido, azedo e doce, textura aguada e aveludada se destacaram. Na amostra com kinkan limão se destacou o aroma/sabor

amendoim, camomila, cravo, eucalipto, queimado e torrado, gosto amargo e doce, textura aguada se destacaram. Na laranja Lima, se o aroma/sabor de chocolate, madeira e queimado, gosto amargo e textura aguada e encorpada se destacaram. Na laranja Bahia o aroma/sabor de caramelo, cítrico e torrado, gosto ácido e doce, textura aguada, aveludada e encorpada se destacaram. Na laranja Valência o aroma/sabor cítrico, ervas, floral, laranja, limão, queimado e verde, gosto ácido e amargo, textura adstringente e encorpada se destacaram.

Tabela V.17 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas

ATRIBUTO	Frequência de citações – Grupo 2 - Torra média #55					
	Controle	**Limão Siciliano**	**Kinkan limão**	**Laranja Lima**	**Laranja Bahia**	**Laranja Valência**
Aroma/Sabor						
Amendoim	8	8	9	4	6	6
Caramelo	18	11	12	8	17	6
Camomila	7	4	12	7	10	5
Chocolate	14	4	7	11	9	10
Cidreira	1	12	5	8	8	6
Cítrico	8	17	14	14	18	25
Cravo	6	5	10	6	3	5
Ervas	8	14	8	13	12	14
Eucalipto	1	2	6	4	3	4
Floral	7	3	5	3	6	9
Fumo	5	7	5	4	5	5
Limão	6	13	6	3	8	17
Laranja	5	5	6	6	8	16
Madeira	17	12	11	16	14	15
Queimado	16	21	19	18	16	21
Torrado	36	18	40	32	37	27
Verde	4	5	2	3	4	9
Gosto						
Ácido	14	18	12	11	16	20
Amargo	57	52	53	64	50	60
Azedo	13	15	14	14	14	15
Doce	37	28	29	20	26	13
Textura						
Adstringente	13	6	10	10	9	17
Aguado	43	40	43	42	40	30
Aveludado	29	35	24	19	30	17
Encorpado	19	19	25	29	28	35

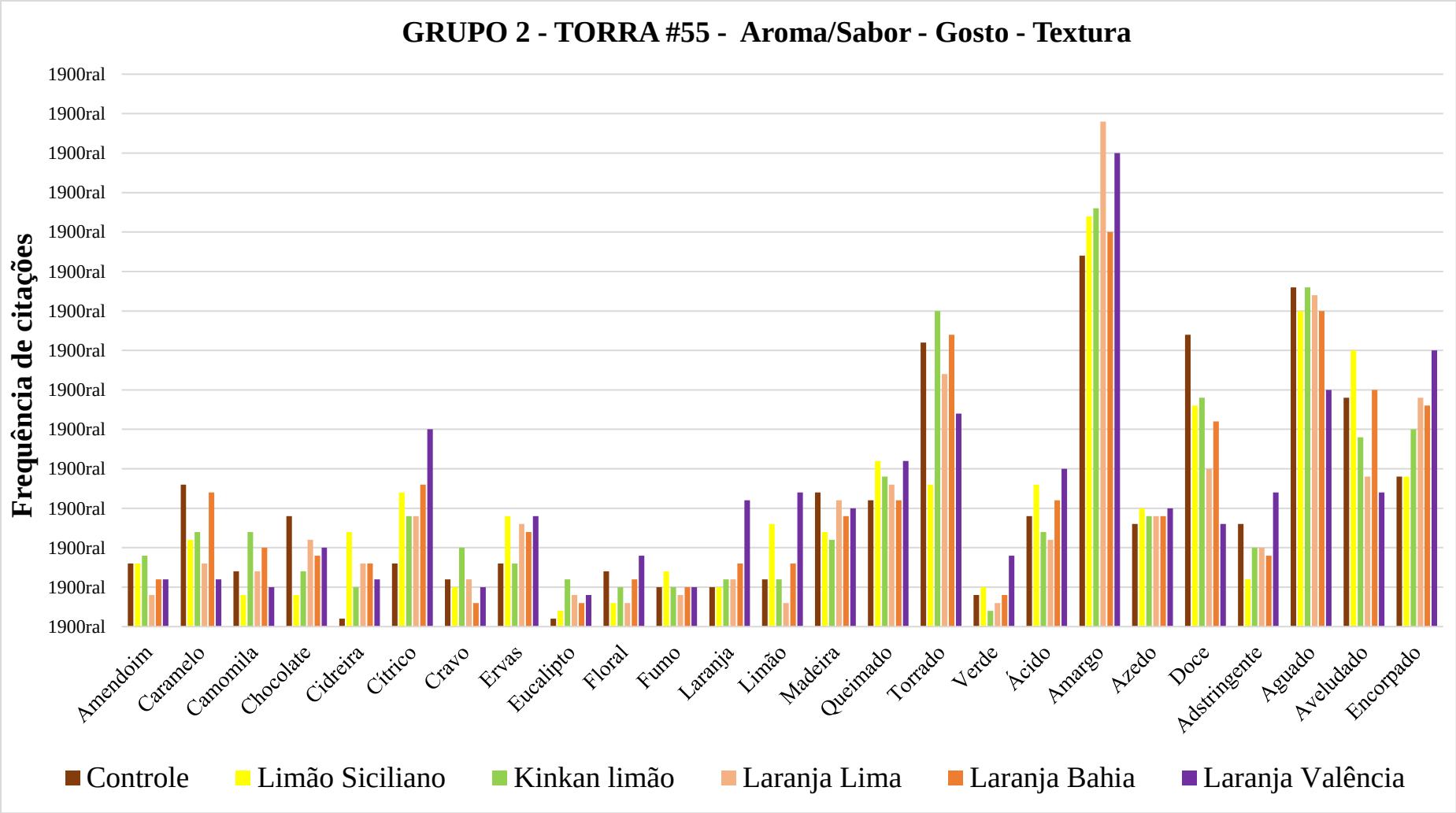


Figura V.15 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial Grupo 2 #55.

Grupo 2 #55: A Figura V.16 indica que o as duas primeiras dimensões foram capazes de explicar 68,5% das variações, sendo PC1 responsável por 40,8% da variação e PC2 por 27,7%. Ao posicionar o vetor de aceitação, podemos observar que os avaliadores mostraram maior aceitação pela amostra de café com laranja Bahia (LB) e kinkan limão (KL), associadas aos aromas/sabores de amendoim, camomila e caramelo.

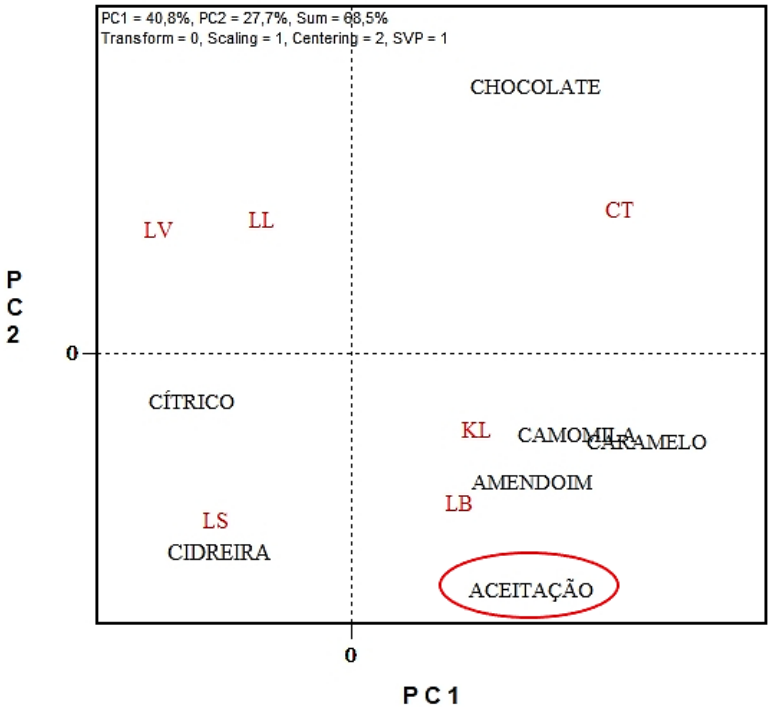


Figura V.16 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 2 #55** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100). CT: controle; LS: limão Siciliano; KL: kinkan limão; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; LB: laranja Bahia.

V.3.2.3.3 *Perfil de torra moderadamente escuro #45*

Grupo 1 #45: A frequência da menção dos atributos de caracterização (aroma/sabor, gosto e textura) pelo teste sensorial CATA, está descrita na Tabela V.18 e representada Figura V.17. Na amostra controle se destacaram as características aroma/sabor de caramelo, chocolate, ervas, madeira e torrado, gosto doce e amargo, textura aguada e encorpada. Na lima ácida Tahiti se destacaram aroma/sabor de amendoim, cítrico, floral, queimado e verde, gosto amargo e azedo, textura adstringente, aguada e aveludada. Na kinkan doce se destacaram aroma/sabor de chocolate, laranja, madeira, torrado, gosto amargo e doce, textura aveludada. Na laranja Sanguínea se destacaram aroma/sabor de caramelo, cítrico, laranja, madeira, queimado, gosto ácido, amargo e azedo, textura aguada, aveludada e encorpada. Na lima da Pérsia se destacaram aroma/sabor de cítrico, ervas, torrado e verde, gosto ácido, azedo e doce, textura aguada. Na

tangerina se destacaram aroma/sabor de chocolate, cidreira, fumo, queimado, gosto amargo e azedo, textura adstringente e encorpada. É possível observar que a frequência de citação dos atributos de sabor/aroma “amargo” e “torrado” aumentaram na torra #45 e de textura “aguado” diminuiu, o que consequentemente causou aumento na sensação de encorpado. A textura em bebidas de café é um elemento fundamental para avaliar a qualidade, pois está relacionada com a densidade, viscosidade e sensação tátil sentida na boca (NAVARINI et al., 2005).

Tabela V.18 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas

	Frequência de citações – Grupo 1 - Torra moderadamente escura #45					
ATRIBUTO	**Controle**	**Lima ácida Tahiti**	**Kinkan Doce**	**Laranja Sanguínea**	**Lima da Pérsia**	**Tangerina**
Aroma/Sabor						
Amendoim	3	8	3	3	4	5
Caramelo	14	11	9	12	10	7
Camomila	5	3	2	3	3	4
Chocolate	11	7	10	8	5	17
Cidreira	5	6	2	4	4	9
Cítrico	15	14	7	15	25	13
Cravo	2	3	5	4	5	4
Ervas	17	8	5	5	13	10
Eucalipto	2	4	2	4	6	1
Floral	6	11	3	8	2	6
Fumo	5	3	3	5	6	8
Limão	8	8	3	4	4	5
Laranja	8	5	9	10	6	4
Madeira	17	15	17	18	13	13
Queimado	17	18	17	21	17	22
Torrado	41	33	58	47	39	36
Verde	4	7	1	1	9	3
Gosto						
Ácido	16	13	9	19	27	15
Amargo	48	60	71	55	48	57
Azedo	14	19	6	16	17	16
Doce	33	21	28	22	22	22
Textura						
Adstringente	10	15	14	12	14	15
Aguado	32	28	27	30	36	30
Aveludado	23	33	35	30	24	25
Encorpado	38	30	33	33	34	38

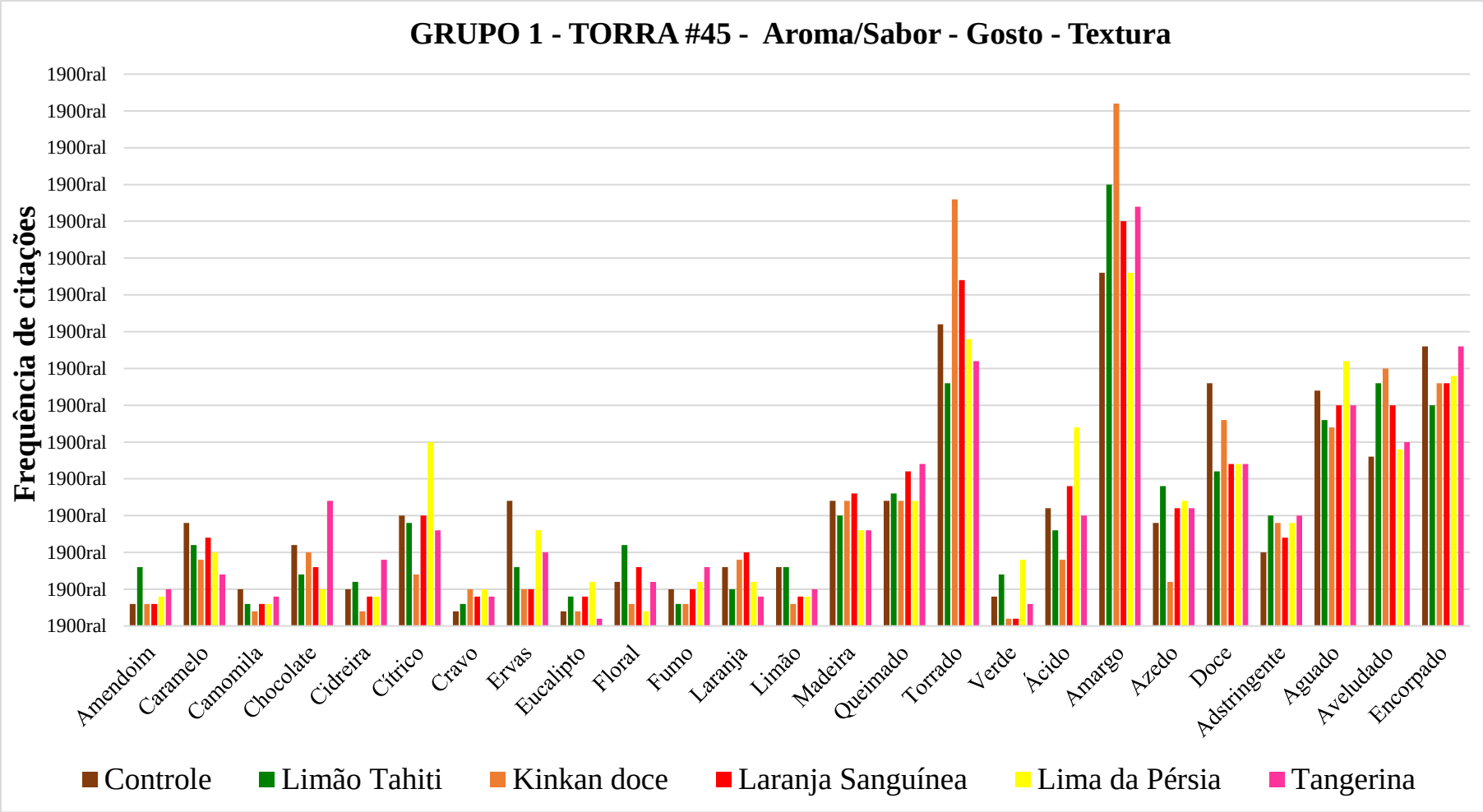


Figura V.17 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial Grupo 1 #45.

A Figura V.18 indica que no **Grupo 1 #45** as duas primeiras dimensões foram capazes de explicar 85,6% das variações, sendo PC1 responsável por 61,4% da variação e PC2 por 24,2%. Ao posicionar o vetor de aceitação, amostra de café com kinkan doce (KD) foi a mais próxima, associada ao aroma/sabor de chocolate.

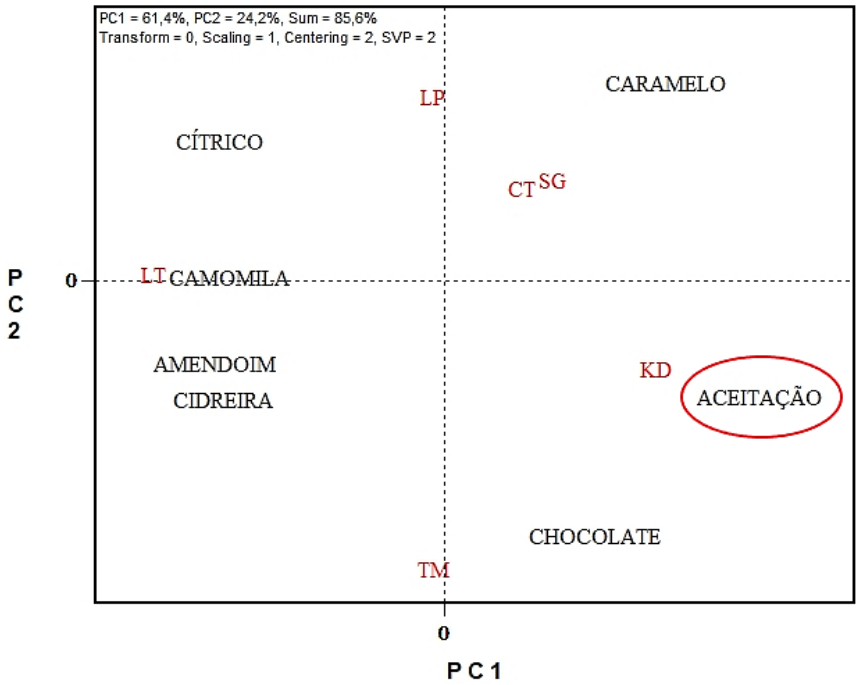


Figura V.18 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 1 #45** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100). CT: controle; LT: lima ácida Tahiti; KD: kinkan doce; LP: lima da Pérsia; SG: laranja Sanguínea; TM: tangerina.

Grupo 2 #45: A frequência da menção dos atributos de caracterização (aroma/sabor, gosto e textura) pelo teste sensorial CATA, está descrita na Tabela V.19 e representada na Figura V.19. Na amostra controle se destacaram as características de aroma/sabor de amendoim, caramelo, camomila, ervas, fumo, madeira, gosto ácido, azedo e doce, textura aveludada. No limão Siciliano se destacaram aroma/sabor de cidreira, cítrico, cravo, laranja, gosto ácido, amargo e textura adstringente. Na kinkan limão se destacaram aroma/sabor de caramelo, ervas, floral, madeira e torra, gosto amargo e doce, textura aguada e encorpada. Na laranja Lima se destacaram aroma/sabor de eucalipto, fumo, queimado, torrado, gosto amargo e textura aguada e aveludada. Na laranja Bahia se destacaram aroma/sabor de caramelo, chocolate, cítrico, floral laranja e torrado, gosto ácido, azedo e doce, textura aguada e aveludada. Na laranja Valência se destacaram aroma/sabor de camomila, ervas, laranja, limão, madeira, queimado e verde.

Tabela V.19 Atributos de aroma/sabor, gosto e textura mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de cafés saborizados ou não com farinha de frutas cítricas

ATRIBUTO	Frequência de citações – Grupo 2 - Torra moderadamente escura #65					
	Controle	**Limão Siciliano**	**Kinkan limão**	**Laranja Lima**	**Laranja Bahia**	**Laranja Valência**
Aroma/Sabor						
Amendoim	7	4	5	5	3	5
Caramelo	14	12	15	10	12	5
Camomila	8	4	8	2	4	8
Chocolate	5	10	8	4	11	12
Cidreira	4	7	3	3	6	5
Cítrico	14	24	12	14	22	12
Cravo	2	7	7	4	4	6
Ervas	15	8	14	10	4	14
Eucalipto	5	4	4	6	5	5
Floral	3	7	10	1	8	5
Fumo	9	4	5	11	6	8
Limão	5	5	4	4	5	8
Laranja	2	8	4	2	8	10
Madeira	16	8	17	17	14	17
Queimado	16	20	15	23	19	22
Torrado	32	38	46	47	44	34
Verde	6	11	6	2	4	8
Gosto						
Ácido	22	24	17	14	19	10
Amargo	46	54	56	62	49	54
Azedo	22	15	8	16	19	19
Doce	24	19	27	22	25	26
Textura						
Adstringente	10	21	11	11	11	16
Aguado	30	30	32	35	31	34
Aveludado	37	28	25	30	27	29
Encorpado	31	29	31	25	41	28

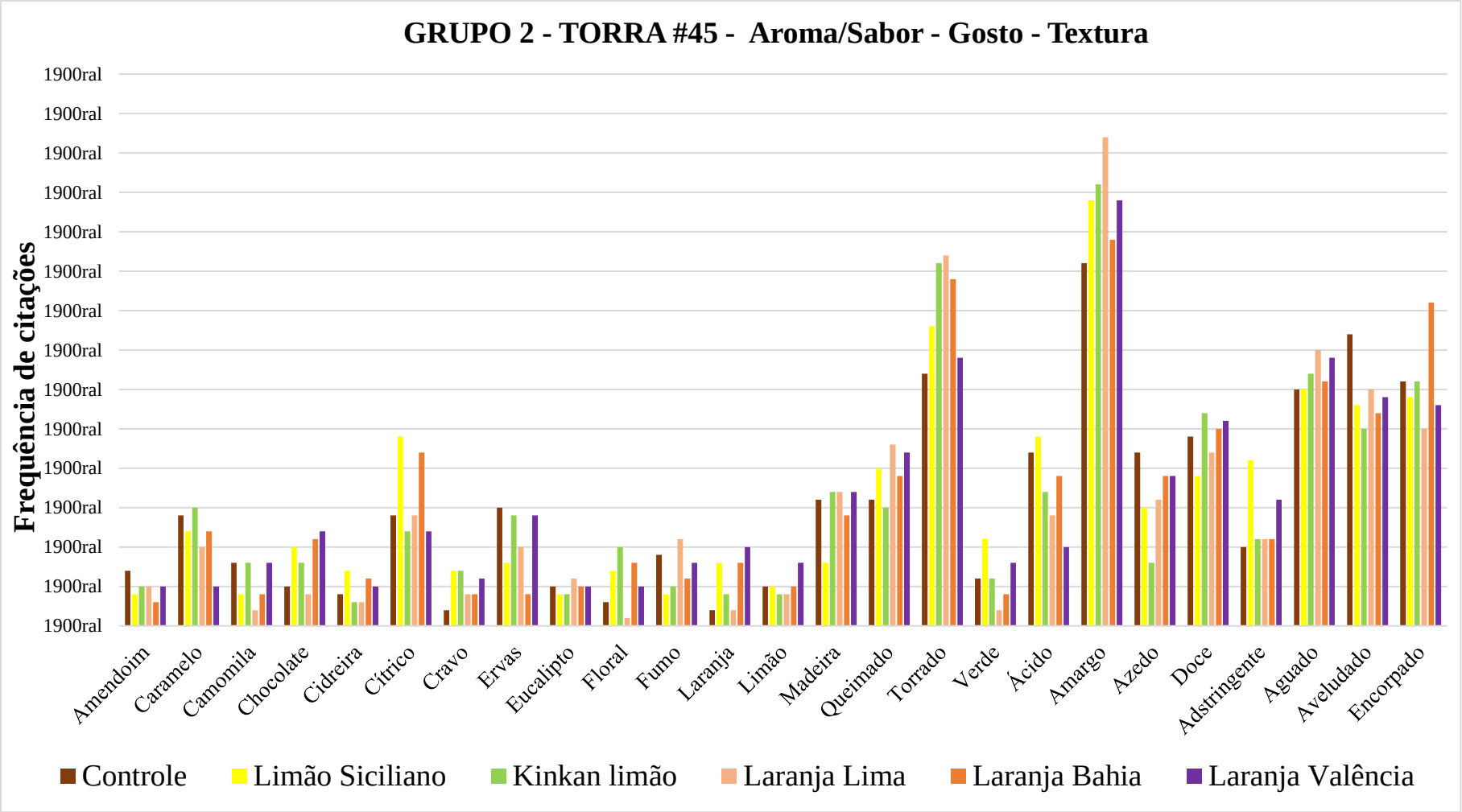


Figura V.19 Atributos de cor, textura e gosto mencionados pelos avaliadores (*N* = 100) para bebidas de café saborizadas ou não com farinha de frutas cítricas na análise sensorial Grupo 2 #45.

A Figura V.20 indica que no **Grupo 2 #45** as duas primeiras dimensões foram capazes de explicar 77,2% das variações, sendo PC1 responsável por 46,5% da variação e PC2 por 30,7%. A amostra de café com laranja Bahia ficou mais próxima do vetor de aceitação, sendo associada ao aroma/sabor cítrico.

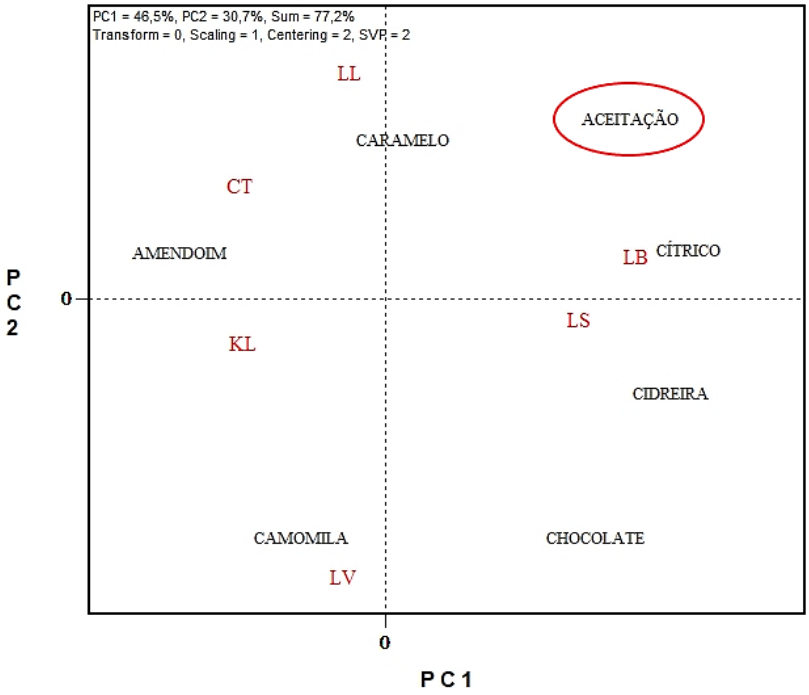


Figura V.20 Representação da frequência da citação dos tributos do CATA versus a aceitação entre as amostras do **Grupo 2 #45** (*N* = 6), para os avaliadores (*N* = 100). CT: controle; LS: limão Siciliano; KL: kinkan limão; LL: laranja Lima; LV: laranja Valência; LB: laranja Bahia.

V.4 Conclusões

De maneira geral, os achados sugerem que saborizar naturalmente cafés especiais com farinha da casca de cítricos, na proporção de 1% do peso do pó de café apresenta potencial de comercialização e aceitabilidade por consumidores de café, considerando que o tipo adequado de cítrico seja utilizado para cada grau de torrefação. Em todos os grupos, os cafés saborizados obtiveram as maiores notas de aceitação, quando comparados com a amostra de café controle, sem a farinha da casca de cítricos, especialmente dentro de nichos específicos de consumidores.

As laranjas foram melhor aceitas nas torras mais escuras, enquanto os limões pareceram mais apropriados para a torra clara. Os cafés saborizados na torra moderadamente escura obtiveram a melhor aceitação entre consumidores que participaram do estudo, dando destaque para a farinha de kinkan doce, que apresentou maior potencial de comercialização.

Características dos avaliadores como o grau de escolaridade de pós-graduação e o nível de renda familiar mais alto estiveram sempre associados com as maiores notas de aceitação nos perfis de torra #45 e #55. Já na torra #65 as maiores notas não foram associadas com esses dados. Além disso, consumidoras mulheres, com nível de ensino de pós-graduação, possuindo renda familiar mais elevada e que não adoçam sua bebida, podem ser um nicho de mercado com maior potencial para adquirirem cafés especiais saborizados, por possuírem notas mais complexas e exóticas, se diferenciando de cafés tradicionais.

Em relação aos atributos de aroma/sabor, gosto e textura, a maioria dos avaliadores conseguiram identificar e caracterizar as amostras, percebendo a modificação no paladar e no olfato com a adição das farinhas cítricas. Dentre todas as torras e as amostras saborizadas, a amostra com maior aceitação geral foi a kinkan doce na torra #45 (80%) apresentando notas de chocolate, laranja, madeira, torrado, gosto amargo, doce e textura aveludada, seguida da laranja Bahia na torra #55 (73,3%) com notas de caramelo, cítrico, torrado, gosto ácido e doce, textura aguada, aveludada e encorpada e do café controle na torra #45 (73,3%) com notas de amendoim, caramelo, camomila, ervas, fumo, madeira, gosto ácido, azedo e doce, textura aveludada. Outras farinhas cítricas também obtiveram índice de aceitação acima de 70% como a laranja Lima e laranja Bahia na torra #45 e limão Siciliano e kinkan limão na torra #55, sendo consideradas bem aceitas pelos avaliadores.

Pesquisas futuras devem ser realizadas comparando as bebidas de café com as farinhas cítricas de maior aceitação. Outro ponto a se destacar é verificar a possibilidade de analisar outros grupos de consumidores de café, pois como vimos, existe uma grande flexibilidade para a preferência pessoal de cada indivíduo, sendo impossível agradar a todos. Mas, devido à alta demanda dos consumidores por cafés diferenciados e de alta qualidade, a pesquisa representa uma oportunidade de valorização dos produtos da indústria citrícola, proporcionando benefícios econômicos e ambientais com potencial aplicabilidade.

5. CONCLUSÕES FINAIS

- Todas as amostras apresentaram qualidade microbiológica, estando aptas ao consumo na alimentação humana. O teor de umidade variou de 7,2% a 13,3%, os valores de pH variaram de 3,6 a 5,2 e ATT de 1,1 a 2,5 g/100 g. As farinhas apresentaram teores apreciáveis de lipídeos de 1,2% a 3,4%, proteína de 4,1% a 6,6%, fibra bruta de 5,3% a 13,6%. A kinkan doce apresentou a maior concentração de açucares redutores (34,6 g/100 g) e a lima ácida Tahiti a menor (11,8 g/100 g). A kinkan limão apresentou o maior teor de compostos fenólicos totais em base seca (1117,1 mg EAG/100 g) e a laranja Valência o menor (596,8 mg EAG/100 g). As farinhas podem ser produzidas facilmente em residências, sem necessidade de equipamentos profissionais e esse aproveitamento pode ajudar a minimizar o impacto ambiental e promoção de saúde para o consumidor.

- As farinhas cítricas apresentaram uma grande variedade de compostos voláteis, sendo predominantes os terpênicos com notas frutadas, florais e frescas. Vinte e seis compostos majoritários representaram 93-99% da área total dos cromatogramas, sendo que alguns compostos como limoneno, β-miriceno, linalool e α-pineno foram detectados em todos os cítricos. Entretanto, os perfis de compostos voláteis nas amostras seguiram padrões específicos sendo possível caracterizar e distinguir cada cítrico, principalmente entre laranjas e limões. Diante da variedade de frutas cítricas produzidas no Brasil as assinaturas volatolômicas específicas devem ser melhor exploradas, bem como a combinação dos voláteis de cada cítrico para diferentes finalidades, como realçar o sabor e aroma de produtos, preservação de alimentos e possivelmente contribuir para promoção da saúde.

- O grau de torrefação foi inversamente proporcional aos teores de ácidos clorogênicos, trigonelina, açúcares redutores e acidez titulável total. Foi possível identificar 70 compostos voláteis no café em pó e nas bebidas, representados principalmente pelos furanos, pirazinas, aldeídos. Os compostos furano-2-carbaldeído e acetato 2-furanometanol, considerados de impacto para o aroma do café, ácido acético e 1-hidroxipropan-2-ona foram os mais discriminantes nas amostras no pó. Na bebida, foram os compostos acetato 2-furanometanol, furano 2-carbaldeído e limoneno, todos considerados de impacto para o aroma da bebida. A torrefação produziu bebidas com diferentes perfis aromáticos, variando

de notas frutadas, adocicadas e frescas, até notas amadeiradas, torradas e terrosas, perfis estes, relacionados com compostos voláteis.

- Segundo os avaliadores profissionais, a qualidade sensorial do café básico, de baixa acidez, foi melhorada com a adição de farinha da casca de cítricos ao pó de café, na proporção de 1%, de acordo com o protocolo de *Cupping* da SCA. As farinhas utilizadas nas bebidas de café que mais se destacaram nesse sentido foram as da lima ácida Tahiti (nota média 83,9 em 100), kinkan doce (nota média 83,3) e laranja Bahia (nota média 83,0). Alguns compostos aromáticos das farinhas cítricas como o limoneno, γ-terpineno, α-bergamoteno, valenceno, β-pineno, linalol e β-mirceno tiveram suas características de odor, de acordo com a literatura, facilmente identificados pelos avaliadores, contribuindo para melhorar sua avaliação final.

- Em relação aos testes sensoriais com consumidores, os cafés saborizados apresentaram boa aceitabilidade e potencial para comercialização. As amostras que se destacaram obtendo as maiores notas de aceitação foram aquelas contendo farinha de kinkan doce (nota média 7,2 em 9,0) na torra moderadamente escura (#45) sendo relacionada com aroma/sabor de chocolate, laranja, madeira, torrado, gosto amargo e doce e textura aveludada. A laranja Bahia obteve a maior média (6,6) na torra média (#55) sendo relacionada com aroma/sabor de caramelo, cítrico e torrado, gosto ácido e doce, textura aguada, aveludada e encorpada. Na torra média-clara (#65) o limão Siciliano obteve a maior média (6,2) com aroma/sabor de cidreira, cítrico, ervas, eucalipto, laranja, limão e verde, gosto amargo e doce e textura aguada e aveludada. Consumidoras mulheres, com nível de ensino de pós-graduação, possuindo renda familiar mais elevada e que não adoçam sua bebida, podem ser um nicho de mercado com maior potencial para adquirirem esses tipos de cafés, por possuírem notas aromáticas mais complexas e exóticas, se diferenciando de cafés tradicionais.

6. PERSPECTIVAS

Ao observarmos a abundância de nutrientes e substancias bioativas existentes na composição das frutas cítricas e a vasta possibilidade de aplicações na gastronomia e na indústria alimentícia, diversas análises ainda podem ser realizadas para demonstrar todo potencial de utilização dessas farinhas.

- Para dar mais suporte e valorização ao artigo de caracterização das farinhas cítricas, análises de ácido ascórbico, compostos carotenoides, flavonoides, atividade antioxidante e atividade antimicrobiana serão realizadas.

- Além disso, iremos estudar a possibilidade do uso das farinhas cítricas em novas formulações de bebidas e preparações culinárias, principalmente as que obtiveram maior aceitação e pontuação nos testes sensoriais.

- Será realizada análise da composição dos macronutrientes, bem como a correlação entre os compostos voláteis com o teor dos compostos não voláteis das amostras de café nos três perfis de torra, relacionando estes resultados também com resultados dos testes sensoriais

- Os dados estatísticos dos capítulos ainda não publicados, serão tratados de maneira mais aprofundada para a escrita dos artigos.

- Será realizada a avaliação da estabilidade e tempo de prateleira dos produtos e aplicação de testes sensoriais com metodologias avançadas, pois é de suma importância para produtos com potencial de comercialização.

7. REFERÊNCIAS

ABIC. Associação Brasileira da Indústria do Café. 2019. Programa de Qualidade do Café - PQC. Disponível em: <http://abic.com.br/certificacao/qualidade/> Acesso em: 19 mar. 2019.

_____. Recomendações Técnicas da ABIC. 2021. Disponível em: <https://www.abic.com.br/institucional/recomendacoes-tecnicas-da-abic/> Acesso em: 07 set. 2021.

_____. Consumo de café cresceu quase 5% no país no ano passado. 2019a. Disponível em: <http://abic.com.br/consumo-de-cafe-cresceu-quase-5-no-pais-no-ano-passado-diz-abic/> Acesso em: 12 abr. 2019.

_____. Sumário Executivo do Café. 2021. Disponível em: <http://estatisticas.abic.com.br/estatisticas/sumario-executivo-do-cafe/> Acesso em: 09 set. 2021.

ABNT. Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 10204: **Determinação do número de bactérias coliformes: contagem de coliformes em placas**. Rio de Janeiro, 1988.

ABREU, G. F. D. **Indicadores químicos do envelhecimento de café arábica durante o armazenamento**. Lavras/MG, 2018. 154 f. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Lavras. Disponível em: <http://www.sbicafe.ufv.br/handle/123456789/11275> Acesso em: 10 abr. 2019.

ADAMS, J.; et al. Advantages and uses of check all-that-apply response compared to traditional scaling of attributes for salty snacks. **7th Pangborn Sensory Science Symposium**, 12-16 Ago. 2007. Minneapolis, USA.

ADHIKARI, J.; CHAMBERS, IV E.; KOPPEL K. Impact of consumption temperature on sensory properties of hot brewed coffee. Food Research International 115, 95-104, 2018.

AHMAD, R. et al. Integrated use of recycled organic waste and chemical fertilizers for improving maize yield. **International Journal of Agriculture and Biology** (Pakistan), v. 8, n. 6, p. 840-843, set, 2006.

ALAM, MD.; KAUTER, K.; BROWN, L. Naringin Improves Diet-Induced Cardiovascular Dysfunction and Obesity in High Carbohydrate, High Fat Diet-Fed Rats. **Nutrients**, v. 5, n. 3, p. 637–650, 27 fev. 2013.

ALCANTARA, M. DE; FREITAS-SÁ, D. D. G. C. Metodologias sensoriais descritivas mais rápidas e versáteis – uma atualidade na ciência sensorial. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, n. 0, 22 jan. 2018.

AL-QASSABI, J. S. A.; WELI, A. M.; HOSSAIN, M. A. Comparison of total phenols content and antioxidant potential of peel extracts of local and imported lemons samples. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, v. 8, p. 71–75, jun. 2018.

ALQUÉZAR, B. Caracterización Bioquímica y Molecular de la Carotenogénesis en Frutos Cítricos. Universitat de València. 2007.

ALVES, B. H. P. Análise química do aroma e da bebida de cafés de Minas Gerais e Espírito Santo em diferentes graus de torra. 28 fev. 2012.

ALVES, P. R. B. & Melo, B. **Cultura dos citros**. 2003. Disponível em: <http://www.fruticultura.iciag.ufu.br/citros2.htm>. Acesso em: 15 jun., 2021.

AMARAL, S. M. B. et al. Resíduos da laranja na elaboração de produtos alimentícios: Uma revisão. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 6, p. e0910615373, 18 maio 2021.

ANDRADE, R. S. G. DE et al. Determinação e distribuição de ácido ascórbico em três frutos tropicais. **Eclética Química**, v. 27, n. spe, p. 393–401, 2002.

ANGELONI, G. et al. What kind of coffee do you drink? An investigation on effects of eight different extraction methods. **Food Research International**, v. 116, p. 1327–1335, fev. 2019.

ANI, P. N.; ABEL, H. C. Nutrient, phytochemical, and antinutrient composition of Citrus maxima fruit juice and peel extract. **Food Science & Nutrition**, v. 6, n. 3, p. 653–658, 2018.

ANZALDÚA-MORALES, A. **La evaluación sensorial de los alimentos en la teoría y la prática**. Zaragoza: Acribia SA, 1994. 198p.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis**. 18ª ed., Gaitherburg: Published by AOAC International. Washington DC, 2005.

ARES, G. et al. Further investigations into the reproducibility of check-all-that-apply (CATA) questions for sensory product characterization elicited by consumers. **Food Quality and Preference**, v. 36, p. 111–121, set. 2014.

ARES, G. et al. Comparison of sensory product profiles generated by trained assessors and consumers using CATA questions: Four case studies with complex and/or similar samples. **Food Quality and Preference**, v. 45, p. 75–86, out. 2015.

ASHIHARA, E.; TAKADA, T.; MAEKAWA, T. Targeting the canonical Wnt/β-catenin pathway in hematological malignancies. **Cancer Science**, v. 106, n. 6, p. 665–671, jun. 2015.

ASHRAF, H. et al. Citrus peel extract and powder attenuate hypercholesterolemia and hyperglycemia using rodent experimental modeling. **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine**, v. 7, n. 10, p. 870–880, out. 2017.

ASSEFA, A. D.; SAINI, R. K.; KEUM, Y.-S. Fatty acids, tocopherols, phenolic and antioxidant properties of six citrus fruit species: a comparative study. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 11, n. 4, p. 1665–1675, dez. 2017.

ASTM. American Society for Testing and Materials. Standard recommended practice for establishing conditions for laboratory sensory evaluation of foods and beverages.Spec. Tech Pub, 480, p.73. Philadelphia, 1973.

BAE, J.-H. et al. Coffee and health. **Integrative Medicine Research**, v. 3, n. 4, p. 189–191, dez. 2014.

OBAFAYE, R. O.; OMOBA, O. S. Orange peel flour: A potential source of antioxidant and dietary fiber in pearl-millet biscuit. **Journal of Food Biochemistry**, v. 42, n. 4, p. e12523, set. 2018.

BAGGENSTOSS, J. et al. Coffee Roasting and Aroma Formation: Application of Different Time−Temperature Conditions. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 14, p. 5836–5846, jul. 2008.

BARBOSA, J. R. et al. Avaliação da composição e dos parâmetros tecnológicos de farinhas produzidas a partir de subprodutos agroindustriais. **Revista Tecnológica**, p. 21–28, 2011.

BARROS, H. R. DE M.; FERREIRA, T. A. P. DE C.; GENOVESE, M. I. Antioxidant capacity and mineral content of pulp and peel from commercial cultivars of citrus from Brazil. **Food Chemistry**, v. 134, n. 4, p. 1892–1898, out. 2012.

BEKEDAM, E. K. et al. Roasting Effects on Formation Mechanisms of Coffee Brew Melanoidins. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 16, p. 7138–7145, ago. 2008.

BITTERS, W. P. Physical characters and chemical composition as affected by scions and rootstocks. In: Sinclair, W. B. (Ed.). **The Orange: its biochemistry and physiology.** University of California. Division of Agriculture and Science, Berkeley. p. 56-95, 1961.

BOAVENTURA, P. S. M. et al. Cocriação de valor na cadeia do café especial: o movimento da terceira onda do café. **Revista de Administração de Empresas**, v. 58, p. 254–266, jun. 2018.

BOFF, C. C. E et al. Desenvolvimento de sorvete de chocolate utilizando fibra de casca de laranja como substituto de gordura. **Ciência Rural**, v. 43, p. 1892–1897, out. 2013.

BORA, H. et al. Citrus Essential Oils (CEOs) and Their Applications in Food: An Overview. **Plants**, v. 9, n. 3, p. 357, 11 mar. 2020.

BORÉM, F. M. et al. Avaliação sensorial do café cereja descascado, armazenado sob atmosfera artificial e convencional. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 32, n. 6, p. 1724–1729, dez. 2008.

BOROTA, D. et al. Post-study caffeine administration enhances memory consolidation in humans. **Nature Neuroscience**, v. 17, n. 2, p. 201–203, fev. 2014.

BÖR, A.; et al. Neohesperidin dihydrochalcone: properties and applications. **Lebensmittel-Wissenschaft + Technologie**. v. 23, n. 5, p. 371-376, 1990.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução n° 263, de 22 de setembro de 2005. Aprova o regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos. Diário Oficial da União, 22 de setembro de 2005. Disponível em: <https://www.bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0263_22_09_2005.html> Acesso em: 10 Set., 2020.

_____.Resolução RDC nº 331, de 23/12/2019. **Regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos**. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 26 dez. 2019.

_____. Instrução Normativa IN n°60, de 23 de dezembro de 2019. **Estabelece as listas de padrões microbiológicos para alimentos.** Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 26 dez. 2019.

_____. Resolução RDC nº 54, de 12 de novembro de 2012. **Dispõe sobre o Regulamento Técnico sobre Informação Nutricional Complementar**. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 12 nov. 2012.

BRESSANI, A. P. P. et al. Into the minds of coffee consumers: perception, preference, and impact of information in the sensory analysis of specialty coffee. **Food Science and Technology**, 22 fev. 2021.

BSCA, Associação Brasileira de Cafés Especiais. Disponível em: <https://www.bsca.com.br>. Acesso em: 18 jun. 2021.

BURDOCK, G. A. Fenaroli's Handbook of Flavor Ingredients. [s.l.] CRC Press, 2016.

BURNETT, C. L. et al. Safety Assessment of Citrus-Derived Peel Oils as Used in Cosmetics. **International Journal of Toxicology**, v. 38, n. 2_suppl, p. 33S-59S, 1 set. 2019.

CÂMARA, P. F.; ZUNIGA, A. D. G.; RODRIGUES, E. B. S. Farinha obtida dos resíduos de limão Tahiti para enriquecimento de biscoitos. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, p. 8, ago. 2017.

CANNON, R. J. et al. Identification, Synthesis, and Characterization of Novel Sulfur-Containing Volatile Compounds from the In-Depth Analysis of Lisbon Lemon Peels (*Citrus limon* L. Burm. f. cv. Lisbon). J**ournal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 63, n. 7, p. 1915–1931, 25 fev. 2015.

CANO-LAMADRID, M. et al. Quality Parameters, Volatile Composition, and Sensory Profiles of Highly Endangered Spanish Citrus Fruits. **Journal of Food Quality**, v. 2018, p. 1–13, nov. 2018.

CAPORASO, N. et al. Variability of single bean coffee volatile compounds of Arabica and robusta roasted coffees analysed by SPME-GC-MS. **Food Research International**, v. 108, p. 628–640, jun. 2018.

CASSINI, J. Utilização de enzimas para a obtenção de óleos essenciais e cumarinas da casca de Citrus latifolia Tanaka. 21 set. 2015.

CEAGESP - Companhia de Entrepostos e Armazéns Gerais do Estado de São Paulo. (2011). *Normas de Classificação de Cítroc de Mesa.* Programa Brasileiro para Modernização da Horticultura - CEAGESP, São Paulo, 12 p. Disponível em: <http://www.ceagesp.gov.br/entrepostos/servicos/produtos/classificacao/>. Acesso em 15 de Jun. 2021.

CHAVAN, P.; SINGH, A. K.; KAUR, G. Recent progress in the utilization of industrial waste and by-products of citrus fruits: A review. **Journal of Food Process Engineering**, v. 41, n. 8, p. e12895, dez. 2018

CHAVES, J. B. P.; SPROESSER, R. L. **Práticas de laboratório de análise sensorial de alimentos e bebidas**. Viçosa, Brasil. Editora UFV, 1993, 81p.

CHAVES, J. B. P. **Métodos de diferença em avaliação sensorial de alimentos e bebidas**. Viçosa: Editora UFV, 2001. 91p. (caderno 33).

CHARRIER, A.; BERTHAUD, J. Botanical classification of coffee. In: Clifford, M. N. (Ed) **Coffee: Botany, Biochemestry and Production of Beans and Beverage**. Springer, Boston, MA, cap. 2, p. 13-47, 1985.

CHEN, Y. et al. Effect of Second Cooling on the Chemical Components of Essential Oils from Orange Peel (*Citrus sinensis*). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 62, n. 35, p. 8786–8790, 3 set. 2014.

CHU, Y.-F. et al. Roasted Coffees High in Lipophilic Antioxidants and Chlorogenic Acid Lactones Are More Neuroprotective than Green Coffees. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 57, n. 20, p. 9801–9808, 28 out. 2009.

CHUTIA, M. et al. Antifungal activity and chemical composition of Citrus reticulata Blanco essential oil against phytopathogens from North East India. **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, n. 3, p. 777–780, abr. 2009.

CIARAMELLI, C.; PALMIOLI, A.; AIROLDI, C. Coffee variety, origin and extraction procedure: Implications for coffee beneficial effects on human health. **Food Chemistry**, v. 278, p. 47–55, abr. 2019.

CLIFFORD, M. N. Coffee: Botany, Biochemistry and Production of Beans and Beverage. [s.l.] Springer Science & Business Media, 2012.

COFFEE RESEARCH ORGANIZATION, 2006. **Defective Coffee Beans**. Disponível em: <http://www.coffeeresearch.org/coffee/defects.htm> Acesso em: 15 mai. 2019.

CONAB. Companhia Nacional de Abastecimento. **Acompanhamento da safra brasileira: café**, v. 8, n. 3 - Safra 2021, Brasília, set. 2021. ISSN: 2318-7913. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/safras/cafe> Acesso em: 16 set. 2021.

CORAZZA-NUNES, M. J.; et al. Aurantioideae: uma revisão da taxonomia e filogenia, com as contribuições da sistemática molecular. Laranja, **Cordeirópolis**, v. 26, n. 2, p. 359-374, 2005.

CORDOBA, N. et al. Coffee extraction: A review of parameters and their influence on the physicochemical characteristics and flavour of coffee brews. **Trends in Food Science & Technology**, v. 96, p. 45–60, fev. 2020.

CRIZEL, T. DE M. et al. Orange fiber as a novel fat replacer in lemon ice cream. **Food Science and Technology**, v. 34, p. 332–340, jun. 2014.

CUEVAS, F. J.; MORENO-ROJAS, J. M.; RUIZ-MORENO, M. J. Assessing a traceability technique in fresh oranges (Citrus sinensis L. Osbeck) with an HS-SPME-GC-MS method. Towards a volatile characterisation of organic oranges. **Food Chemistry**, v. 221, p. 1930–1938, abr. 2017.

DALLAS, C. et al. Lipolytic effect of a polyphenolic citrus dry extract of red orange, grapefruit, orange (SINETROL) in human body fat adipocytes. Mechanism of action by inhibition of cAMP-phosphodiesterase (PDE). **Phytomedicine**, v. 15, n. 10, p. 783–792, out. 2008.

DALLAS, C. et al. Clinical Study to Assess the Efficacy and Safety of a Citrus Polyphenolic Extract of Red Orange, Grapefruit, and Orange (Sinetrol-XPur) on Weight Management and Metabolic Parameters in Healthy Overweight Individuals: Clinical study, citrus extract, polyphenols, overweight, inflammation. **Phytotherapy Research,** v. 28, n. 2, p. 212–218, fev. 2014.

DELLA LUCIA, S. M.; et al. Expectativa gerada pela embalagem sobre a aceitabilidade de iogurte sabor morango. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, v. 61, n. 351, p. 148-151, abr. 2006.

DELLA LUCIA, S. M.; MINIM, V. P. R; CARNEIRO, J. D. S. Análise Sensorial de Alimentos. In: MINIM, V. P. R. **Análise Sensorial: Estudo com Consumidores**. 3 ed. Viçosa, M.G. Editora UFV, p. 13-48, 2013.

DE LA TORRE, I. et al. Utilisation/upgrading of orange peel waste from a biological biorefinery perspective. **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 103, n. 15, p. 5975–5991, ago. 2019.

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

DA ROSA, J. S. et al. Roasting effects on nutritional and antinutritional compounds in coffee. In: **Food Processing Technologies**. CRC Press, 2016. p. 61-90.

DELIZA, R. Coffee: sensory aspects and consumer perception. In: **Coffee: Production, Quality and Chemistry**. Piccadilly, London: The Royal Society of Chemistry, 2019.

DESGRAUPES, Bernard. Clustering indices. **University of Paris Ouest-Lab Modal'X**, v. 1, p. 34, 2013.

DIAZ-RUBIO, M. E.; F. SAURA-CALIXTO. Dietary fiber in brewed coffee. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 55, p. 1999–2003, 2007.

DO NASCIMENTO, E. A. et al. Constituintes voláteis e odorantes potentes do café conilon em diferentes graus de torração. **Cienc. y Eng. Sci. Eng. J.**, v. 16, p. 23–30, mar. 2007.

DOOLEY, L.; LEE, Y.; MEULLENET, J.-F. The application of check-all-that-apply (CATA) consumer profiling to preference mapping of vanilla ice cream and its comparison to classical external preference mapping. **Food Quality and Preference**, v. 21, n. 4, p. 394–401, jun. 2010.

DUARTE, G. S.; PEREIRA, A. A.; FARAH, A. Chlorogenic acids and other relevant compounds in Brazilian coffees processed by semi-dry and wet post-harvesting methods. **Food Chemistry**, v. 118, n. 3, p. 851–855, fev. 2010.

DUDAREVA, N. et al. Plant Volatiles: Recent Advances and Future Perspectives. **Critical Reviews in Plant Sciences**, v. 25, n. 5, p. 417–440, out. 2006.

DULSAT-SERRA, N.; QUINTANILLA-CASAS, B.; VICHI, S. Volatile thiols in coffee: A review on their formation, degradation, assessment and influence on coffee sensory quality. **Food Research International**, v. 89, p. 982–988, nov. 2016.

DUTCOSKY, S. D. Análise sensorial de alimentos. 5° ed. Curitiba, PUCPRess - Editora Universitária Champagnat, 2019, 540p.

EASTO, J.; WILLHOFF, A. Craft coffee: a manual: brewing a better cup at home. First edition ed. Chicago: Surrey Books, an Agate Imprint, 2017.

EL HADI, M. et al. Advances in Fruit Aroma Volatile Research. **Molecules**, v. 18, n. 7, p. 8200–8229, 11 jul. 2013.

ELLEUCH, M. et al. Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterisation, technological functionality and commercial applications: A review. **Food Chemistry**, v. 124, n. 2, p. 411–421, jan. 2011.

EL-OTMANI, M.; AIT-OUBAHOU, A.; ZACARÍAS, L. Citrus spp.: orange, mandarin, tangerine, clementine, grapefruit, pomelo, lemon and lime. In: **Postharvest Biology and Technology of Tropical and Subtropical Fruits**. [s.l.] Elsevier, 2011. p. 437–516e.

ESMERINO, E. A. et al. Consumer-based product characterization using Pivot Profile, Projective Mapping and Check-all-that-apply (CATA): A comparative case with Greek yogurt samples. **Food Research International**, v. 99, p. 375–384, set. 2017.

ESPINOSA-GARZA, G.; ANTONYAN, N.; LOERA-HERNÁNDEZ, I. Orange Peel Dehydration and Creation of New Edible Products. **ETP International Journal of Food Engineering**, p. 327–331, nov. 2018.

EUROMONITOR INTERNATIONAL. Health, Sustentability and New Priorities Drive Organic Food Sales. 2021. Disponível em: <https://www.euromonitor.com/article/health-sustainability-and-new-priorities-drive-organic-food-sales>. Acesso em: 30 Ago. 2021.

FANG, C. et al. Gallotannin derivatives from mango (Mangifera indica L.) suppress adipogenesis and increase thermogenesis in 3T3-L1 adipocytes in part through the AMPK pathway. **Journal of Functional Foods**, v. 46, p. 101–109, jul. 2018.

FAO/WHO (Food and Drug Administration/World Health Organization). Health implications of acrylamide in food. In: **Report of a Joint FAO/WHO Consultation**. Geneva, Switzerland,.p. 1-39. 2002. Disponível em: <http://www.who.int/fsf/acrylamide/SummaryReportFinal.pdf> Acesso em: jun. 2020.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION. **Microbiological hazards in fresh leafy vegetables and herbs**, Microbiological Risk Assessment Series, World Health Organization, 2008. Disponível em: <https://www.who.int/foodsafety/publications/micro/MRA_14_JEMRA.pdf>. Acesso em 3 Mar. 2021.

FARAH, A. et al. Effect of Roasting on the Formation of Chlorogenic Acid Lactones in Coffee. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, n. 5, p. 1505–1513, 1 mar. 2005.

FARAH, A. et al. Correlation between cup quality and chemical attributes of Brazilian coffee. **Food Chemistry**, v. 98, n. 2, p. 373–380, jan. 2006.

FARAH, A.; DONANGELO, C. M. Phenolic compounds in coffee. **Brazilian Journal of Plant Physiology**, v. 18, n. 1, p. 23–36, mar. 2006.

FARAH, A. Coffee as a speciality and functional beverage. In: **Functional and Speciality Beverage Technology**. [s.l.] Elsevier, 2009. p. 370–395.

FARAH, A. Coffee Constituents. In: CHU, Y.-F. (Ed.). **Coffee: emerging health effects and disease prevention**. Oxford, UK: Wiley-Blackwell, 2012. p. 21–58.

FARAH, A.; DUARTE, G. Bioavailability and metabolism of chlorogenic acids from coffee. In: PREEDY, V. R. (Ed). **Coffee and health disease prevention**. Cambridge: Elsevier, 2015. 1080 p., cap.87, p.789-801.

FARAH, A. Nutritional and Health effects of coffee. In: ***Achieving sustainable cultivation of coffee***, ed. P. Lashermes. Burleigh Doods Science Publishing, Cambridge, UK. 2017, 259-289.

FARAH, A. Flavor Development during Roasting. In: **Drying and Roasting of Cocoa and Coffee**. CRC Press, p. 267-309. 2019a.

FARAH, A.; DEPAULA LIMA, J. Consumption of Chlorogenic Acids through Coffee and Health Implications. **Beverages**, v. 5, n. 1, p. 11, 1 fev. 2019.

FARAH, A.; FERREIRA, T.; VIEIRA, A. C. Trigonelline and Derivatives. In: **Coffee: Production, Quality and Chemistry.** FARAH, A. (Ed.). Cambridge: Royal Society of Chemistry, Cap. 27, 2019. p. 627–640.

FARAHMANDFAR, R. et al. Changes in chemical composition and biological activity of essential oil from Thomson navel orange (*Citrus sinensis* L. Osbeck) peel under freezing, convective, vacuum, and microwave drying methods. **Food Science & Nutrition**, v. 8, n. 1, p. 124–138, jan. 2020.

FEDERICI, C. T. et al. Phylogenetic relationships within the genus Citrus (Rutaceae) and related genera as revealed by RFLP and RAPD analysis. **Theoretical and Applied Genetics**, v. 96, n. 6–7, p. 812–822, maio 1998.

FERINI, J. L. et al. Consumers' perception of different brewed coffee extractions using the sorting technique. **Journal of Sensory Studies**, v. 36, n. 2, abr. 2021.

FERREIRA, L. T.; DINIZ, A. (2019) Consórcio Pesquisa Café. In: Consum. dos cafés especiais cresce 12% ao ano em nível Mund. Disponível em: <http://www.consorciopesquisacafe.com.br/index.php/imprensa/noticias/880-2018-08-03-15-41-55> Acesso em: 18 abr. 2021.

FIGUEIREDO, J. O. DE et al. Comportamento de 16 porta-enxertos para o tangor Murcott na região de Itirapina-SP. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 28, n. 1, p. 76–78, abr. 2006.

FISHER, K.; PHILLIPS, C. Potential antimicrobial uses of essential oils in food: is citrus the answer? **Trends in Food Science & Technology**, v. 19, n. 3, p. 156–164, mar. 2008.

FISK, I. D. et al. Discrimination of roast and ground coffee aroma. **Flavour**, v. 1, n. 1, p. 14, dez. 2012.

FLAMENT, I. Coffee Flavor Chemistry. [s.l.] John Wiley & Sons, 2001.

FLAMENT, I.; BESSIÈRE-THOMAS, Y. Coffee flavor chemistry. Chichester ; New York: Wiley, 2002.

FLEMING, E. E.; ZIEGLER, G. R.; HAYES, J. E. Check-all-that-apply (CATA), sorting, and polarized sensory positioning (PSP) with astringent stimuli. **Food quality and preference**, v. 45, p. 41-49, out. 2015.

FOLMER, B. How can science help to create new value in coffee? **Food Research International**, v. 63, p. 477–482, set. 2014.

FRANZON, R. C.; et al. Araçás do gênero psidium: principais espécies, ocorrência, descrição e usos. **Embrapa Cerrados-Documentos (INFOTECA-E)**, 2009. ISSN online 2176-5081.

GALILI, T. dendextend: an R package for visualizing, adjusting and comparing trees of hierarchical clustering. **Bioinformatics**, v. 31, n. 22, p. 3718–3720, 15 nov. 2015.

GAMA, J. J. T.; SYLOS, C. M. Major carotenoid composition of Brazilian Valencia orange juice: Identification and quantification by HPLC. **Food Research International**, v. 38, n. 8–9, p. 899–903, out. 2005.

GARAU, M. C. et al. Effect of air-drying temperature on physico-chemical properties of dietary fibre and antioxidant capacity of orange (Citrus aurantium v. Canoneta) by-products. **Food Chemistry**, v. 104, n. 3, p. 1014–1024, 1 jan. 2007.

GBIF (2021). *Global Biodiversity information Facility.* Disponível em: <http://www.gbif.org> Accesso em: 15 Jun. 2021.

GETACHEW, M. et al. Formulation of Substantial Natural Flavors from Plant Materials for Food and Beverage Industries. **Journal of Food Process Technology**, v. 10, p. 805, Jul. 2019.

GINZ, M. et al. Formation of aliphatic acids by carbohydrate degradation during roasting of coffee. **European Food Research and Technology**, v. 211, n. 6, p. 404–410, 3 nov. 2000.

GIOFFRÈ, G. et al. The peel essential oil composition of bergamot fruit (*Citrus bergamia, Risso*) of Reggio Calabria (Italy): a review. **Emirates Journal of Food and Agriculture**, v. 32, n. 11, p. 835, 8 nov. 2020.

GIUFFRÉ A.M., e NOBILE R. Citrus bergamia, Risso: the peel, the juice and the seed oil of the bergamot fruit of Reggio Calabria (South Italy). **Emirates Journal of Food and Agriculture**. v. 32 n. 7, p. 522-532, set. 2020.

GIOMO, G. S.; BORÉM, F. M. Cafés especiais no Brasil: opção pela qualidade. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v. 32, n. 261, p. 7-16, mar. 2011.

GLOESS, A. N. et al. Comparison of nine common coffee extraction methods: instrumental and sensory analysis. **European Food Research and Technology**, v. 236, n. 4, p. 607–627, abr. 2013.

GOFF, S. A. Plant Volatile Compounds: Sensory Cues for Health and Nutritional Value? **Science**, v. 311, n. 5762, p. 815–819, 10 fev. 2006.

GONÇALVES, D. et al. Fractionation of orange essential oil using liquid–liquid extraction: Equilibrium data for model and real systems at 298.2K. **Fluid Phase Equilibria**, v. 399, p. 87–97, ago. 2015.

GONÇALVES, D. et al. Fractionation of acid lime essential oil using ethanol/water mixtures: Effect of the process on the aroma profile. **The Journal of Chemical Thermodynamics**, v. 108, p. 118–126, maio 2017.

GONZÁLEZ-MAS, M. C. et al. Comparative Analysis of the Volatile Fraction of Fruit Juice from Different Citrus Species. **PLoS ONE**, v. 6, n. 7, p. e22016, 19 jul. 2011.

GONZÁLEZ-MAS, M. C. et al. Volatile Compounds in Citrus Essential Oils: A Comprehensive Review. **Frontiers in Plant Science**, v. 10, p. 12, 5 fev. 2019.

GONZÁLEZ-MOLINA, E.; MORENO, D. A.; GARCÍA-VIGUERA, C. Genotype and Harvest Time Influence the Phytochemical Quality of Fino Lemon Juice (*Citrus limon* (L.) Burm. F.) for Industrial Use. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 5, p. 1669–1675, mar. 2008.

GONZALEZ-RIOS, O. et al. Impact of "ecological" post-harvest processing on coffee aroma: II. Roasted coffee. **Journal of Food Composition and Analysis,** v. 20, n. 3–4, p. 297–307, maio 2007.

GORINSTEIN, S. et al. Comparison of some biochemical characteristics of different citrus fruits. **Food Chemistry**, v. 74, n. 3, p. 309–315, ago. 2001.

GUIMARAES, E. R. Terceira onda do café: base conceitual e aplicações. 26 fev. 2016.

GUIMARAES, E. R. et al. The brand new Brazilian specialty coffee market. **Journal of Food Products Marketing**, v. 25, n. 1, p. 49–71, 2 jan. 2019.

GUIMARAES, E. R.; DE CASTRO, L. G.; DE ANDRADE, H. C. C. (Eds.). A Terceira onda do café em minas gerais. Organizações Rurais e Agroindustriais/Rural and Agro-Industrial Organizations, 2016.

GÜNEY, M.; OZ, A. T.; KAFKAS, E. Comparison of lipids, fatty acids and volatile compounds of various kumquat species using HS/GC/MS/FID techniques. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 95, n. 6, p. 1268-1273, Jul. 2015.

HABIBI, F.; RAMEZANIAN, A. Vacuum infiltration of putrescine enhances bioactive compounds and maintains quality of blood orange during cold storage. **Food Chemistry**, v. 227, p. 1–8, jul. 2017.

HENRIQUE, F. H. Caracterização de laranjas de polpa vermelha. Tese (Doutorado em Agricultura Tropical e Subtropical) Instituto Agronômico. Campinas/SP, 2017. 80 fls.

HO, S.-C.; KUO, C.-T. Hesperidin, nobiletin, and tangeretin are collectively responsible for the anti-neuroinflammatory capacity of tangerine peel (Citri reticulatae pericarpium). **Food and Chemical Toxicology**, v. 71, p. 176–182, set. 2014.

HORŽIĆ, D. et al. The composition of polyphenols and methylxanthines in teas and herbal infusions. **Food Chemistry**, v. 115, n. 2, p. 441–448, jul. 2009.

HUANG, R. et al. Antioxidant and pancreatic lipase inhibitory effects of flavonoids from different citrus peel extracts: An in vitro study. **Food Chemistry**, v. 326, p. 126785, 1 out. 2020.

IARC - International Agency for Research on Cancer. Acrylamide - Monographs on the evaluation of carcinogenic risks to humans: Some industrial chemicals. v. 60, p. 389-433, 1994. ISSN: 0250-9555.

_____. Coffee, mate and very hot beverages. IARC Working Group. Lyon, France; 24-31 May, 2016. International Agency for Research on Cancer. IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, 2018.

INTERNATIONAL COFFEE ORGANIZATION – ICO. World coffee consumption in thousand 60kg bags. Disponível em: <http://www.ico.org/prices/new-consumption-table.pdf>. Acesso em: 7 dez. 2020.

ILLY, A.; VIANI, R. (Eds.). Espresso coffee: the science of quality. 2nd ed. Amsterdam; Boston: Elsevier Academic, 2005.

IUPAC-IUB COMMISSION ON BIOCHEMICAL NOMENCLATURE. The nomenclature of lipids: Recommendations (1976). Lipids, v. 12, n. 6, p. 455–468, jun. 1977.

JAEGER, S. R. et al. Check-all-that-apply (CATA) responses elicited by consumers: Within-assessor reproducibility and stability of sensory product characterizations. F**ood Quality and Preference**, v. 30, n. 1, p. 56–67, out. 2013.

JELEŃ, H.; GRACKA, A. Characterization of aroma compounds: structure, physico-chemical and sensory properties. In: GUICHARD, E. et al. (Eds.). Flavour. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2016. p. 126–153.

JIANG, Y.; SONG, J. 2010. Fruits and Fruit Flavor: Classification and Biological Characterization. In: Hui, Y. H. (Ed.) **Handbook of Fruits and Vegetables Flavors**, cap. 1, p. 1117, John Wiley & Sons. ISBN-13: 978-0-8138-0894-9.

JING, L. et al. Metabolite profiles of essential oils in citrus peels and their taxonomic implications. **Metabolomics**, v. 11, n. 4, p. 952–963, ago. 2015.

KANG, S.-I. et al. Immature Citrus sunki Peel Extract Exhibits Antiobesity Effects by β-Oxidation and Lipolysis in High-Fat Diet-Induced Obese Mice. **Biological & Pharmaceutical Bulletin**, v. 35, n. 2, p. 223–230, 2012.

KELEBEK, H.; CANBAS, A.; SELLI, S. Determination of phenolic composition and antioxidant capacity of blood orange juices obtained from cvs. Moro and Sanguinello (Citrus sinensis (L.) Osbeck) grown in Turkey. **Food Chemistry**, v. 107, n. 4, p. 1710–1716, abr. 2008.

KHAN, M. K. et al. Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (Citrus sinensis L.) peel. **Food Chemistry**, v. 119, n. 2, p. 851–858, 15 mar. 2010.

KIM, G.-S. et al. Citrus aurantium flavonoids inhibit adipogenesis through the Akt signaling pathway in 3T3-L1 cells. **BMC Complementary and Alternative Medicine**, v. 12, n. 1, p. 520, dez. 2012.

KIM, C. et al. Influence of growth temperature on thermal tolerance of leading foodborne pathogens. Food Science & Nutrition, v.7, n.12, p.4027-4036, dez., 2019.

KIST, B. B.; et al. Anuário brasileiro da fruticultura. Santa Cruz do Sul-RS: Editora Gazeta Santa Cruz, p. 88. 2018. ISSN 1808-4931.

KITZBERGER, C. S. G.; et al. Diversity of Organic Acids Content in Green and Roasted Coffea arabica Cultivars. In: Vargas, C. (Ed.), ***Organic Acids***, cap. 3, p. 73-90, Nova Science Publishers, Inc. 2017. ISBN: 978-1-63485-931-8.

KOTLER, P.; KELLER, K. L. Administração de marketing. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2007.

LATADO, R. R. et al. Acúmulo de antocianinas e características físicas e químicas de frutos de laranjas sanguíneas durante o armazenamento a frio. **Revista Brasileira de Fruticultura**, v. 30, n. 3, p. 604–610, set. 2008.

LAUKALĒJA, I.; KRUMA, Z. Influence of the roasting process on bioactive compounds and aroma profile in specialty coffee: a review. In: **Conference Proceedings. FOODBALT 2019. 13th Baltic Conference on Food Science and Technology" Food, Nutrition, Well-Being",** Jelgava, Latvia, 2-3 May 2019. Latvia University of Life Sciences and Technologies, 2019. p. 7-12.

LEE, S.-J. et al. Identification of volatile components in basil (Ocimum basilicum L.) and thyme leaves (Thymus vulgaris L.) and their antioxidant properties. **Food Chemistry**, v. 91, n. 1, p. 131–137, jun. 2005.

LENNE, R. L.; MANN, T. Reducing sugar use in coffee while maintaining enjoyment: A randomized controlled trial. **Journal of health psychology**, v. 25, n. 5, p. 586-597, 2020.

LINGLE, T. R.; MENON, S. N. Cupping and Grading—Discovering Character and Quality. In: **The Craft and Science of Coffee**. Academic Press, Elsevier, 2017. p. 181–203.

LINGLE, T. R. The coffee brewing handbook. A systematic guide to coffee preparation. Specialty Coffee Association of America, California, EUA. 2011.

LIU, M.; ZHANG, Y. Discursive constructions of scientific (Un)certainty about the health risks of China’s air pollution: A corpus-assisted discourse study. **Language & Communication**, v. 60, p. 1–10, maio 2018.

LIU, Q. et al. A novel bud mutation that confers abnormal patterns of lycopene accumulation in sweet orange fruit (Citrus sinensis L. Osbeck). **Journal of Experimental Botany**, v. 58, n. 15–16, p. 4161–4171, 26 nov. 2007.

LIU, X. et al. The accumulation and composition of essential oil in kumquat peel. **Scientia Horticulturae**, v. 252, p. 121–129, jun. 2019.

LOU, S.-N. et al. Phenolic content, antioxidant activity and effective compounds of kumquat extracted by different solvents. **Food Chemistry**, v. 197, p. 1–6, abr. 2016.

LUDWIG, I. A. et al. Coffee: biochemistry and potential impact on health. **Food Funct**., v. 5, n. 8, p. 1695–1717, 2014.

MAGDA, R. A., AWAD, A. M., & SELIM, K. A. Evaluation of mandarin and navel orange peels as natural sources of antioxidant in biscuits. **Journal of Food Science and Technology**. Special Volume Conference. 75-82, mar. 2008.

MAHATO, N. et al. Citrus waste derived nutra-/pharmaceuticals for health benefits: Current trends and future perspectives. **Journal of Functional Foods**, v. 40, p. 307–316, jan. 2018.

MAHMOUD, M. H.; ABOU-ARAB, A. A.; ABU-SALEM, F. M. Quality Characteristics of Beef Burger as Influenced by Different Levels of Orange Peel Powder. **American Journal of Food Technology**, v. 12, n. 4, p. 262–270, 15 jun. 2017.

MANZOCCO, L.; LAGAZIO, C. Coffee brew shelf life modelling by integration of acceptability and quality data. **Food Quality and Preferenc**e, v. 20, n. 1, p. 24–29, jan. 2009.

MANZOOR, A. et al. Flavonoids: Health Benefits and Their Potential Use in Food Systems. In: AHMAD, S.; AL-SHABIB, N. A. (Eds.). **Functional Food Products and Sustainable Health**. Singapore: Springer Singapore, 2020. p. 235–256.

MAREY, S.; SHOUGHY, M. Effect of Temperature on the Drying Behavior and Quality of Citrus Peels. **International Journal of Food Engineering**, v. 12, n. 7, p. 661–671, 1 set. 2016.

MARIN, K. et al. A New Aroma Index to Determine the Aroma Quality of Roasted and Ground Coffee During Storage. **Food Technology and Biotechnology**, v. 46, n. 4, p. 442–447, 17 nov. 2008.

MARTINS, Z. E. et al. Fibre fortification of wheat bread: impact on mineral composition and bioaccessibility. **Food & Function**, v. 8, n. 5, p. 1979–1987, 24 maio 2017.

MAURO, A. K.; SILVA, V. L. M. DA; FREITAS, M. C. J. Caracterização física, química e sensorial de cookies confeccionados com farinha de talo de couve (FTC) e farinha de talo de espinafre (FTE) ricas em fibra alimentar. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n. 3, p. 719–728, set. 2010.

MAYER, F.; CZERNY, M.; GROSCH, W. Sensory study of the character impact aroma compounds of a coffee beverage. **European Food Research and Technology**, v. 211, n. 4, p. 272–276, 5 set. 2000.

MAYER, F.; GROSCH, W. Aroma simulation on the basis of the odourant composition of roasted coffee headspace. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 16, n. 3, p. 180–190, maio 2001.

MEILGAARD, M. C. Testing for Sensory Threshold of Added Substances. **Journal of the American Society of Brewing Chemists**, v. 49, n. 3, p. 128–135, jun. 1991.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G. V.; CARR, B. T. Sensory evaluation techniques. 4th ed ed. Boca Raton: Taylor & Francis, 2007.

MESÍAS, M.; DELGADO-ANDRADE, C. Melanoidins as a potential functional food ingredient. **Current Opinion in Food Science**, v. 14, p. 37–42, abr. 2017.

MEYNERS, M.; CASTURA, J. C. Randomization of CATA attributes: Should attribute lists be allocated to assessors or to samples? **Food Quality and Preference**, v. 48, p. 210–215, mar. 2016.

MILLER, G. L. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. **Analytical Chemistry**, v. 31, n. 3, p. 426–428, 1 mar. 1959.

MILLER, P., et al. SugarSweetened Beverage Consumption in the U.S.: Novel Assessment Methodology. **American Journal of Preventive Medicine**, v. 45, n. 4, p. 416-421. 2013.

MIRAN, W. et al. Sustainable electricity generation by biodegradation of low-cost lemon peel biomass in a dual chamber microbial fuel cell. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 106, p. 75–79, jan. 2016.

MIYAZAKI, T. et al. Aroma characterization of tangerine hybrids by gas-chromatography-olfactometry and sensory evaluation. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 92, n. 4, p. 727–735, 15 mar. 2012.

MIRANDA, A. F. M. Determinação dos teores de flavonas e flavanonas em cascas de frutas cítricas cultivadas no Brasil. Rio de Janeiro/RJ, UFRJ/IQ, 2013. 136f.: il.

MOJENA, R. Hierarchical grouping methods and stopping rules: an evaluation. **The Computer Journal**, v. 20, n. 4, p. 359-363, 1977.

MONTEIRO, C. L. B. **Técnicas de Avaliação sensorial**. 2. ed. Curitiba: Universidade Federal do Paraná, CEPPA, 1984. 101p.

MOON, J.-K.; SHIBAMOTO, T. Role of Roasting Conditions in the Profile of Volatile Flavor Chemicals Formed from Coffee Beans. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 57, n. 13, p. 5823–5831, 8 jul. 2009.

MORAIS, H. et al. Sombreamento de cafeeiros durante o desenvolvimento das gemas florais e seus efeitos sobre a frutificação e produção. **Ciência Rural**, v. 39, p. 400-406, mar-abr. 2009.

MORALES, F. J.; SOMOZA, V.; FOGLIANO, V. Physiological relevance of dietary melanoidins. **Amino Acids**, v. 42, n. 4, p. 1097–1109, abr. 2012.

MOREIRA, D. P. et al. Contribution of Chlorogenic Acids to the Iron-Reducing Activity of Coffee Beverages. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, n. 5, p. 1399–1402, mar. 2005.

MORONEY, K. M. et al. Coffee extraction kinetics in a well mixed system. **Journal of Mathematics in Industry**, v. 7, n. 1, p. 3, dez. 2016.

MORTON, J. F. & DOWLING C. F. Sweet lime. In: **Fruits of warm climates**. Miami, FL, Creative Resources Systems, 1987. ISBN: 0961018410.

MOURA-NUNES, N. et al. The increase in human plasma antioxidant capacity after acute coffee intake is not associated with endogenous non-enzymatic antioxidant components. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 60, n. sup6, p. 173–181, jan. 2009.

MOURA, S. C. S. R. et al. Influência dos Parâmetros de Torração nas Características Físicas, Químicas e Sensoriais do Café Arábica Puro. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v.10, n.1, p.17-25, jan./mar. 2007.

NAIR S, A. et al. Citrus peels prevent cancer. **Phytomedicine**, v. 50, p. 231–237, nov. 2018.

NAKAJIMA, V. M.; MACEDO, G. A.; MACEDO, J. A. Citrus bioactive phenolics: Role in the obesity treatment. LWT - Food Science and Technology, 10th **SLACA - Food Science Impact on Nutrition and Health**. v. 59, n. 2, Part 2, p. 1205–1212, 1 dez. 2014.

NASCIMENTO, E. A. DO; MORAIS, S. A. L. DE; ROCHA, R. S. Constituintes voláteis de cafés “gourmet” e mole do cerrado do triângulo mineiro em função da torra. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 2, p. 282–284, ago. 2003.

NASSAR, A. G.; ABDEL-HAMIED, A. A.; EL-NAGGAR, E. A. Effect of Citrus by-Products Flour Incorporation on Chemical, Rheological and Organolepic Characteristics of Biscuits. **World Journal of Agricultural Sciences**. v. 4, n. 5, p. 612-616, 2008.

NATIONAL COFFEE ASSOCIATION OF USA. **National Coffee Data Trends Specialty Coffee Report.** Disponível em: <https://www.ncausa.org/> Acesso em: 19 Set. 2021.

NAVARINI, L. et al. The body of the espresso coffee: the elusive importance. In: **ASIC 2004. 20th International Conference on Coffee Science, Bangalore, India, 11-15 October 2004**. Association Scientifique Internationale du Café (ASIC), 2005. p. 193-203.

NEVES, M. F.; et al. O Retrato da Citricultura Brasileira. **Centro de pesquisa e projetos em marketing e estratégia**. FEA/USP. Ribeirão Preto, SP. 2011.

NGUYEN, H. et al. Effect of oxidative deterioration on flavour and aroma components of lemon oil. **Food Chemistry**, v. 112, n. 2, p. 388–393, jan. 2009.

NIPORNRAM, S. et al. Optimization of low power ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from mandarin (Citrus reticulata Blanco cv. Sainampueng) peel. **Food Chemistry**, v. 241, p. 338–345, 15 fev. 2018.

NOGATA, Y. et al. Flavonoid Composition of Fruit Tissues of Citrus Species. **Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry**, v. 70, n. 1, p. 178–192, jan. 2006.

OBAFAYE, R. O.; OMOBA, O. S. Orange peel flour: A potential source of antioxidant and dietary fiber in pearl-millet biscuit. **Journal of Food Biochemistry**, v. 42, n. 4, p. e12523, ago. 2018.

OJHA, P.; THAPA, S. Quality evaluation of biscuit incorporated with mandarin peel powder. **Scientific Study & Research. Chemistry & Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry**, v. 18, n. 1, p. 19, 2017.

OLIVEIRA, N. A. DE S.; WINKELMANN, D. O. V.; TOBAL, T. M. Farinhas e subprodutos da laranja sanguínea-de-mombuca: caracterização química e aplicação em sorvete. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 22, 13 jun. 2019.

OKUNOWVO, W.O., et al. Essential oil of grape fruit (Citrus paradisi) peels and its antimicrobial activities. **American Journal of Plant Sciences**, v. 04, n. 07, p. 1–9. 18 jun. 2013.

O'MAHONY, M.; GOLDSTEIN, L. R. Effectiveness of Sensory Difference Tests: Sequential Sensitivity Analysis for Liquid Food Stimuli. **Journal of Food Science**, v. 51, n. 6, p. 1550–1553, nov. 1986.

ÖZCAN, M. M. et al. Influence of drying techniques on bioactive properties, phenolic compounds and fatty acid compositions of dried lemon and orange peel powders. **Journal of Food Science and Technology**, v. 58, n. 1, p. 147–158, jan. 2021.

PAIVA, E. F. F. Análise sensorial dos cafés especiais do Estado de Minas Gerais. 8 ago. 2005.

PALAZZOLO, E.; LAUDICINA, V. A.; GERMANÀ, M. A. Current and Potential Use of Citrus Essential Oils. **Current Organic Chemistry**, v. 17, n. 24, p. 3042–3049, 31 dez. 2013.

PALMA, A.; D'AQUINO, S. Kumquat— Fortunella japonica. In: **Exotic Fruits**. [s.l.] Elsevier, 2018. p. 271–278.

PANUSA, A. et al. Recovery of Natural Antioxidants from Spent Coffee Grounds. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, n. 17, p. 4162–4168, maio 2013.

PARENTE, M. E.; MANZONI, A. V.; ARES, G. External Preference Mapping of commercial antiaging creams based on consumers' responses to a check-all-that-apply question. **Journal of Sensory Studies**, v. 26, n. 2, p. 158–166, abr. 2011.

PAWEŁCZYK, A.; ŻWAWIAK, J.; ZAPRUTKO, L. Kumquat Fruits as an Important Source of Food Ingredients and Utility Compounds. **Food Reviews International**, p. 1–21, 19 maio 2021.

PENG, L. et al. Effect of heat treatments on the essential oils of kumquat (*Fortunella margarita* Swingle). **Food Chemistry**, v. 136, n. 2, p. 532-537, Jan. 2013.

PEREIRA, V. DA F. et al. Riscos e Retornos da Cafeicultura em Minas Gerais: uma análise de custos e diferenciação. **Revista de Economia e Sociologia Rural**, v. 48, n. 3, p. 657–678, set. 2010.

PEREZ-CACHO, P. R.; ROUSEFF, R. L. Fresh Squeezed Orange Juice Odor: A Review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 48, n. 7, p. 681–695, 10 jul. 2008.

PERRONE, D. et al. Comprehensive analysis of major and minor chlorogenic acids and lactones in economically relevant Brazilian coffee cultivars. **Food Chemistry**, v. 106, n. 2, p. 859–867, jan. 2008.

PETEK, M. R.; SERA, T.; FONSECA, I. C. DE B. Exigências climáticas para o desenvolvimento e maturação dos frutos de cultivares de Coffea arabica. **Bragantia**, v. 68, n. 1, p. 169–181, 2009.

PETRACCO, M. Technology IV: Beverage Preparation: Brewing Trends for the New Millennium. In: CLARKE, R. J.; VITZTHUM, O. G. (Eds.) **Coffee Recent Developments**. Oxford, UK: Blackwell Science Ltd, 2001. p. 140–164.

PEZZOPANE, J. R. M. et al. Escala para avaliação de estádios fenológicos do cafeeiro arábica. **Bragantia**, v. 62, n. 3, p. 499–505, 2003.

PICCINO, S. et al. Aromatic composition and potent odorants of the "specialty coffee" brew "Bourbon Pointu" correlated to its three trade classifications. **Food Research International**, v. 61, p. 264–271, jul. 2014.

PORTO, A. C. V. **Uso da enzima asparaginase em cafés especiais para redução da formação de acrilamida durante o processo de torrefação: efeito sobre aspectos químicos e sensoriais**. Rio de Janeiro/RJ, 2020. 164 f. Tese (Doutorado em Ciências Nutricionais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro.

PUCCIARELLI, M. G.; GARCÍA-DEL PORTILLO, F. *Salmonella* intracellular lifestyles and their impact on host-to-host transmission. **Microbiology Spectrum**, v.5, n.4, jul., 2017.

RAFIQ, S. et al. Citrus peel as a source of functional ingredient: A review. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 17, n. 4, p. 351–358, out. 2018.

RENDÓN, M. Y.; DE JESUS, G. S. T.; BRAGAGNOLO, N. Impact of chemical changes on the sensory characteristics of coffee beans during storage. **Food Chemistry**, v. 147, p. 279–286, mar. 2014.

REVI, I. Coffee Cupping: evaluation of green coffee quality. In: **Coffee: production, quality and chemistry**. Piccadilly, London: The Royal Society of Chemistry, 2019. p. 337–360.

RIBEIRO, B. B. et al. Avaliação química e sensorial de blends de *Coffea canephora* Pierre e *Coffea arabica* L. **Coffee Science** - ISSN 1984-3909, v. 9, n. 2, p. 178–186, 13 maio 2014.

RIBEIRO, J. S. et al. Simultaneous optimization of the microextraction of coffee volatiles using response surface methodology and principal component analysis. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, v. 102, n. 1, p. 45–52, maio 2010.

RODARTE, M. P. **Análise sensorial, química e perfil de constituintes voláteis de cafés especiais**. Lavras/MG, dez. 2008. 147 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Lavras.

ROGERS, W. J. et al. Biochemical and molecular characterization and expression of the 11S-type storage protein from *Coffea arabica* endosperm. **Plant Physiology and Biochemistry**, v. 37, n. 4, p. 261–272, abr. 1999.

ROSS, C. F.; PECKA, K.; WELLER, K. Effect of storage conditions on the sensory quality of ground arabica coffee. **Journal of Food Quality**, v. 29, n. 6, p. 596–606, dez. 2006.

ROSOLEN, M. D. et al. Biscoitos tipo cookies desenvolvidos a partir de farinha de casca de laranja. **Revista Destaques Acadêmicos**, v. 10, n. 4, 2018.

ROUSEFF, R.; PEREZ-CACHO, P. R. Citrus Flavour. In: BERGER, R. G. (Ed.). **Flavours and Fragrances**. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007. p. 117–134.

ROUSEFF, R. L.; RUIZ PEREZ-CACHO, P.; JABALPURWALA, F. Historical Review of Citrus Flavor Research during the Past 100 Years. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 57, n. 18, p. 8115–8124, 23 set. 2009.

ROWSHAN, V.; NAJAFIAN, S. Changes of Peel Essential Oil Composition of *Citrus aurantium* L. During Fruit Maturation in Iran. **Journal of Essential Oil Bearing Plants**, v. 18, n. 4, p. 1006–1012, 4 jul. 2015.

ROY, J. et al. Effect of Drying Temperature on Physiochemical Properties of Powder from Blanched and Unblanched Lemon Peel and Sensory Quality Evaluation of the Powder Fortified Biscuits. **Journal of Food Engineering and Technology**, v. 10, n. 1, p. 9–18, 15 jun. 2021.

RUBACK, K. **Beitrag zur Analytik der dihidroxyzimtsaureester des Kaffees**. Dissertation. Technische Universitat, Berlin, 1969.

RYAN, D. et al. The significance of low impact odorants in global odour perception. **Trends in Food Science & Technology**, v. 19, n. 7, p. 383–389, jul. 2008.

SABANCI, S., ÇEVIK, M., & GÖKSU, A. Investigation of time effect on pectin production from citrus wastes with ohmic heating assisted extraction process. **Journal of Food Process Engineering**, v. 44, n. 6. 2021.

SAMADI, L. et al. Qualitative and quantitative variations of the essential oils of *Dracocephalum kotschyi* Boiss. as affected by different drying methods. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 42, n. 11, p. e13816, nov. 2018.

SARMA, R., KHANIKOR, B. e MAHANTA, S. Essential oil from *Citrus grandis* (Sapindales: Rutaceae) as insecticide against Aedes aegypti (L) (Diptera: Culicidae). **International Journal of Mosquito Research**, v. 4, n. 3, p. 88-92. 2017. ISSN: 2348-5906.

SAMOGGIA, A.; RIEDEL, B. Coffee consumption and purchasing behavior review: Insights for further research. **Appetite**, v. 129, p. 70–81, out. 2018.

SAMOGGIA, A.; RIEDEL, B. Consumers' Perceptions of Coffee Health Benefits and Motives for Coffee Consumption and Purchasing. **Nutrients**, v. 11, n. 3, p. 653, 18 mar. 2019.

SATARI, B.; KARIMI, K. Citrus processing wastes: Environmental impacts, recent advances, and future perspectives in total valorization. Resources, **Conservation and Recycling**, v. 129, p. 153–167, fev. 2018.

SAWALHA, S. M. S. et al. Quantification of main phenolic compounds in sweet and bitter orange peel using CE–MS/MS. **Food Chemistry**, v. 116, n. 2, p. 567–574, set. 2009.

SCA - Specialty Coffee Association of America. **Cupping Protocols** - Version: 07 Dec. 2015. Disponível em: <https://sca.coffee/research/protocols-best-practices> Acesso em: 03 mai. 2019.

SCA, Less Strong more sweet. 2019. Disponível em: https://sca.coffee/sca-news/25-magazine/issue-11/less-strong-more-sweet. Acesso: 29 Set. 2021.

SCA - SPECIALTY COFFEE ASSOCIATION. SCA cupping protocols. 2008.

SCHENKER, S.; ROTHGEB, T. Chapter 11 - The Roast—Creating the Beans' Signature. In: FOLMER, B. (Ed.). **The Craft and Science of Coffee**. Academic Press, 2017. p. 245–271.

SCHIASSI, M. C. E. V. et al. Fruits from the Brazilian Cerrado region: Physico-chemical characterization, bioactive compounds, antioxidant activities, and sensory evaluation. **Food Chemistry**, v. 245, p. 305–311, abr. 2018.

SCHIRRA, M. et al. Influence of Postharvest Hot Water Treatment on Nutritional and Functional Properties of Kumquat (Fortunella japonica Lour. Swingle Cv. Ovale) Fruit. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 2, p. 455–460, jan. 2008.

SCHMIDT, C. A. P.; MIGLIORANZA, É.; PRUDÊNCIO, S. H. Interação da torra e moagem do café na preferência do consumidor do oeste paranaense. **Ciência Rural**, v. 38, n. 4, p. 1111–1117, ago. 2008.

SCHWAB, W.; DAVIDOVICH-RIKANATI, R.; LEWINSOHN, E. Biosynthesis of plant-derived flavor compounds. **The Plant Journal**, v. 54, n. 4, p. 712–732, maio 2008.

SELLI, S.; KELEBEK, H. Aromatic profile and odour-activity value of blood orange juices obtained from Moro and Sanguinello (Citrus sinensis L. Osbeck). **Industrial Crops and Products**, v. 33, n. 3, p. 727–733, maio 2011.

SHARMA, K. et al. Converting citrus wastes into value-added products: Economic and environmently friendly approaches. **Nutrition**, v. 34, p. 29–46, fev. 2017.

SHARMA, K.; MAHATO, N.; LEE, Y. R. Extraction, characterization and biological activity of citrus flavonoids. **Reviews in Chemical Engineering**, v. 35, n. 2, p. 265–284, 25 fev. 2019.

SILVA, J. G. S. et al. Bioaccessibility of calcium, iron and magnesium in residues of citrus and characterization of macronutrients. **Food Research International**, v. 97, p. 162–169, jul. 2017.

SILVA-SANTOS, A. et al. The application of essential oils and terpenics/terpenoids compounds in the fields of pharmaceutic and cosmetic through the knowledge registered in patents. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 14, p. 48–50, 2004.

SINGH, B. et al. Phenolic composition, antioxidant potential and health benefits of citrus peel. **Food Research International**, v. 132, p. 109114, jun. 2020.

SOARES, C. M. D.; ALVES, R. C.; OLIVEIRA, M. B. P. P. Factors Affecting Acrylamide Levels in Coffee Beverages. In: **Coffee in Health and Disease Prevention**. Academic Press, Elsevier, 2015. p. 217–224.

SOMPORN, C. et al. Effects of roasting degree on radical scavenging activity, phenolics and volatile compounds of Arabica coffee beans (Coffea arabica L. cv. Catimor): Roasting degree on radical-scavenging activity. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 46, n. 11, p. 2287–2296, nov. 2011.

SOUSA, A. G., et al. Personal characteristics of coffee consumers and non-consumers, reasons and preferences for foods eaten with coffee among adults from the Federal District, Brazil. **Food Science and Technology**, v. 36, n. 3, p. 432-438. 2016.

SPINA, A. et al. Wholegrain Durum Wheat Bread Fortified With Citrus Fibers: Evaluation of Quality Parameters During Long Storage. **Frontiers in Nutrition**, v. 6, p. 13, 13 fev. 2019.

STOKES, C. N.; O'SULLIVAN, M. G.; KERRY, J. P. Hedonic and descriptive sensory evaluation of instant and fresh coffee products. **European Food Research and Technology**, v. 243, n. 2, p. 331–340, fev. 2017.

STONE, H.; BLEIBAUM, R.; THOMAS, H. A. Sensory evaluation practices. 5. ed. Waltham: Academic Press, Elsevier, 2020.

STORCK, C. R. et al. Qualidade microbiológica e composição de farinhas de resíduos da produção de suco de frutas em diferentes granulometrias. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 18, p. 277–284, dez. 2015.

SUÁREZ SALAZAR, J.; BURGOS, E.; DURAN-BAUTISTA, E. Efecto de las condiciones de cultivo, las características químicas del suelo y el manejo de grano en los atributos sensoriales de café (Coffea arabica L.) en taza. **Acta Agronómica**, v. 64, 29 jul. 2015.

SUN, H. et al. Investigation of Sunlight-Induced Deterioration of Aroma of Pummelo (*Citrus maxima*) Essential Oil. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 62, n. 49, p. 11818–11830, 10 dez. 2014.

SUNARHARUM, W. B.; WILLIAMS, D. J.; SMYTH, H. E. Complexity of coffee flavor: A compositional and sensory perspective. **Food Research International**, v. 62, p. 315–325, 1 ago. 2014.

TANAKA, T. A Revision of Assam Citrus: Revisio Aurantiacearum XI University of Osaka Prefecture, 31 dez. 1959. Disponível em: <https://doi.org/10.24729/00009585>. Acesso em: 27 mar. 2021.

TANAKA, T. Fundamental discussion of Citrus classification. **Studia Citrologica**, v. 14, p. 1-6, 1977.

TAO, N. G. et al. Essential oil composition and antimicrobial activity of Citrus reticulata. **Chemistry of Natural Compounds**, v. 45, n. 3, p. 437–438, maio 2009.

TEIXEIRA, E.; MEINERT, E. A.; BARBETTA, P. A. **Análise sensorial de alimentos**. Editora da Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, SC, Brasil, 1987. 180p.

TEKGÜL, Y.; BAYSAL, T. Comparative evaluation of quality properties and volatile profiles of lemon peels subjected to different drying techniques. **Journal of Food Process Engineering**, v. 41, n. 8, p. e12902, dez. 2018.

THOMAS, E. et al. Sensory Evaluation - Profiling and Preferences. In: FOLMER, B. (Ed.). **The Craft and Science of Coffee**. Academic Press, 2017. p. 419-456.

TOCI, A.; FARAH, A.; TRUGO, L. C. Efeito do processo de descafeinação com diclorometano sobre a composição química dos cafés arábica e robusta antes e após a torração. **Química Nova**, v. 29, n. 5, p. 965–971, out. 2006.

TOCI, A. T.; AZEVEDO, D. A.; FARAH, A. Effect of roasting speed on the volatile composition of coffees with different cup quality. **Food Research International**, v. 137, p. 109546, nov. 2020.

TOCI, A. T. et al. Changes in triacylglycerols and free fatty acids composition during storage of roasted coffee. **LWT - Food Science and Technology**, v. 50, n. 2, p. 581–590, mar. 2013.

TOCI, A. T.; BOLDRIN, M. V. Z. Coffee Beverages and Their Aroma Compounds. In: **Natural and Artificial Flavoring Agents and Food Dyes**. Academic Press, Elsevier, 2018. p. 397–425.

TOCI, A. T.; FARAH, A. Volatile compounds as potential defective coffee beans' markers. **Food Chemistry**, v. 108, n. 3, p. 1133–1141, jun. 2008.

TOCI, A. T.; FARAH, A. Volatile fingerprint of Brazilian defective coffee seeds: corroboration of potential marker compounds and identification of new low quality indicators. **Food Chemistry**, v. 153, p. 298–314, jun. 2014.

TOLEDO, P. R. A. B. et al. Relationship Between the Different Aspects Related to Coffee Quality and Their Volatile Compounds. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 15, n. 4, p. 705–719, jul. 2016.

TORRES, T.; FARAH, A. Coffee, maté, açaí and beans are the main contributors to the antioxidant capacity of Brazilian's diet. **European Journal of Nutrition**, v. 56, n. 4, p. 1523–1533, jun. 2017.

TOZATTI, P. et al. Utilização de Resíduo de Laranja na Elaboração de Biscoitos Tipo Cracker. **RECEN - Revista Ciências Exatas e Naturais**, v. 15, n. 1, p. 135–150, 26 dez. 2013.

TRUGO, L. C.; MACRAE, R. Chlorogenic acid composition of instant coffees. **The Analyst**, v. 109, n. 3, p. 263, 1984.

USDA - United States Departament of Agriculture. **Citrus: World Markets and Trade**, 2020. Disponível em: <https://www.fas.usda.gov/data/brazil-citrus-semi-annual-3>. Acesso em: 18 mar. 2020.

UFER, D.; LIN, W.; ORTEGA, D. L. Personality traits and preferences for specialty coffee: Results from a coffee shop field experiment. **Food Research International**, v. 125, p. 108504, nov. 2019.

VALENTIN, D. et al. Quick and dirty but still pretty good: a review of new descriptive methods in food science: New descriptive methods in food science. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 47, n. 8, p. 1563–1578, ago. 2012.

VANDERZANT, C.; SPLITTSTOESSER, D. F. Technical Committee on Microbiological Methods for Foods. In: SPECK, M, L. (Ed.) **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**, 3. Ed. Washington: American Public Health Association, p. 336-383, 1992.

VARELA, P.; ARES, G. Sensory profiling, the blurred line between sensory and consumer science. A review of novel methods for product characterization. **Food Research International**, v. 48, n. 2, p. 893–908, out. 2012.

VASUDEVA, N.; SHARMA, T. Chemical Composition and Antimicrobial Activity of Essential Oil of Citrus limettioides Tanaka. **Journal of Pharmaceutical Technology and Drug Research**, v. 1, n. 1, p. 2, 2012.

VERRUCK, S.; PRUDENCIO, E. S.; SILVEIRA, S. M. DA. Compostos bioativos com capacidade antioxidante e antimicrobiana em frutas. **Revista do Congresso Sul Brasileiro de Engenharia de Alimentos**, v. 4, n. 1, p. 111–124, 4 fev. 2019.

WANG, X. et al. Effects of capsule parameters on coffee extraction in single-serve brewer. **Food Research International**, v. 89, p. 797–805, nov. 2016.

WANG, Y. et al. Chemistry of citrus flavor. In: **The Genus Citrus**. Woodhead Publishing, Elsevier, 2020. p. 447–470.

WARNES, G. R.; et al. **Gplots: Various R programming tools for plotting data**. R Package Gplots Version 3.3.0, 2020.

WILLER, H.; et al. The world of organic agriculture 2021: Summary. In: **The World of Organic Agriculture. Statistics and Emerging Trends**. Research Institute of Organic Agriculture FiBL, Frick, and IFOAM - Organics International, Swiss. p. 20-30. 2021. ISBN 978-3-03736-393-5.

XIA, J.; WISHART, D. S. Using MetaboAnalyst 3.0 for Comprehensive Metabolomics Data Analysis. **Current Protocols in Bioinformatics**, v. 55, n. 1, set. 2016.

XIAO, Z. et al. Characterization of odour-active compounds of sweet orange essential oils of different regions by gas chromatography-mass spectrometry, gas chromatography-olfactometry and their correlation with sensory attributes: Characterization of odor-active compounds of sweet orange oils. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 31, n. 1, p. 41–50, jan. 2016.

YERETZIAN, C. et al. From the green bean to the cup of coffee: investigating coffee roasting by on-line monitoring of volatiles. **European Food Research and Technology**, v. 214, n. 2, p. 92–104, fev. 2002.

YERETZIAN, C. et al. Chapter 33 - Coffee volatile and aroma compounds: from the green bean to the cup. In: FARAH A. (Ed.) **Coffee: Production, Quality and Chemistry**, p. 726–770, 2019.

YOSHIDA, H. et al. The citrus flavonoids hesperetin and naringenin block the lipolytic actions of TNF-α in mouse adipocytes. **Biochemical and Biophysical Research Communications**, v. 394, n. 3, p. 728–732, abr. 2010.

YOSHIDA, H. et al. Citrus flavonoid naringenin inhibits TLR2 expression in adipocytes. **The Journal of Nutritional Biochemistry**, v. 24, n. 7, p. 1276–1284, jul. 2013.

ZAKER, M. A. et al. Utilization of orange (Citrus sinesis) peel powder as a source of dietary fibre and its effect on the cake quality attributes. **International Journal of Agricultural Sciences**, v. 13, n. 1, p. 56–61, 15 jan. 2017.

ZEMA, D. A. et al. Valorisation of citrus processing waste: A review. **Waste Management**, v. 80, p. 252–273, out. 2018.

ZHANG, G. et al. Survey of foodborne pathogens, aerobic plate counts, total coliform counts and *Escherichia coli* counts in leafy greens, sprouts, and melons marketed in the United States. **Journal of Food Protection**, v.81, n.3, p.400-411, mar., 2018.

ZHANG, H. et al. Comprehensive comparative analysis of volatile compounds in citrus fruits of different species. **Food Chemistry**, v. 230, p. 316–326, set. 2017.

ZHANG, H. et al. Volatile Compounds in Fruit Peels as Novel Biomarkers for the Identification of Four Citrus Species. **Molecules**, v. 24, n. 24, p. 4550, 12 dez. 2019.

ZHENG, Y. et al. Study on the Discrimination between Citri Reticulatae Pericarpium Varieties Based on HS-SPME-GC-MS Combined with Multivariate Statistical Analyses. **Molecules**, v. 23, n. 5, p. 1235, 22 maio 2018.

APÊNCIDES

APÊNDICE A - COMENTÁRIOS ATRIBUÍDOS PELOS AVALIADORES DURANTE A ANÁLISE SENSORIAL DE CAFÉS SABORIZADOS COM FARINHA DE FRUTAS CÍTRICAS

AMOSTRA	TORRA MÉDIA CLARA #65	TORRA MÉDIA #55	TORRA MODERADAMENTE ESCURA #45
Controle	**Positivas:** suave, saboroso, textura agradável. **Negativas:** finalização seca, aroma fraco, sabor amargo, parece chá;	**Positivas:** floral, cidreira, doce, muito saboroso; suave; gosto de café tradicional; equilibrado, adocicado; sabor interessante. **Negativas:** dificuldade em distinguir o aroma/sabor; aroma fraco; amargo; azedo; muito amargo, gosto forte, parece ter muita cafeína; sabor acentuado, queimado; sem gosto; moderadamente azedo. **Subjetivas:** ervas; coloração e aroma forte; aroma de cravo e torrado.	**Positivas:** bom amargor; muito saboroso, aroma/gosto/textura harmonizaram perfeitamente; sabor marcante, agradável; adocicado, mesmo sem adoçante, uma delícia; no início é amargo, depois fica mais suave com frescor; muito bom; marcante, encorpado, mas sem exagero; sabor de mel; sabor mais suave; o aroma transmite que o sabor será extraforte e amargo, porém o sabor é doce, marcante e saboroso; amei o sabor; poderoso; "tomaria em qualquer horário do dia". **Negativas:** dificuldade em distinguir o aroma/sabor; gosto azedo, toque de ervas desagradou; muito ácido e áspero; mesmo com açúcar o gosto ficou azedo; bem amargo; sem gosto; aroma e sabor fraco; parece chá. **Subjetivas:** aroma, sabor, gosto e textura mais forte do que os outros; gosto agridoce; ervas ou eucalipto;
Lima ácida Tahiti	**Positivas:** acidez residual ao final, muito bom; aroma refrescante; sabor e aroma muito bom; aromático, gostoso; sabor diferente da textura, mas gosto bom; aroma leve, diferente; **Negativas:** fraco, poderia ser mais concentrado; gosto forte, desagradável; aguado, pela nota cítrica; o gosto amargo permanece na boca; **Subjetivas:** aroma é melhor que o sabor; chá com gosto cítrico; capim limão e erva cidreira; floral; ervas; o sabor de camomila aparece quando coloca açúcar; sabor cítrico que é realçado pelo açúcar.	**Positivas:** beberia mesmo sem açúcar, o aroma é muito bom; adocicado; aroma de limão, refrescante; sabor suave; gostei do sabor diversificado. **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; parece ter alguma erva, não me agradou; gosto de queimado; aguado, pouco sabor e amargo no final; utilizando adoçante ainda preserva o amargor; poderia ser mais suave; sabor mais acentuado que o normal; **Subjetivas:** aroma de camomila, cítrico, floral, limão; finalização longa com forte sabor de limão.	**Positivas:** sabor agradável; ótima sensação; mais encorpado, toque cítrico; tem efeito relaxante, sensação de bem-estar, gosto suave; saboroso. **Negativas:** difícil identificar o sabor; levemente amargo; amargor na garganta e azedo; sabor forte; aroma de limão se sobressai ao aroma do café; muito ácido; mais forte que o convencional. **Subjetivas:** ao mesmo tempo que é aguadinho tem gosto de café torrado com aroma de limão.

Kinkan Doce	**Positivas:** gostoso; acidez sutil, suave; bom sabor; aroma muito agradável; levemente adocicado; equilibrado e aromático. **Negativas:** poderia ser mais forte; pouca acidez, aguado, sabor fraco de café; leve amargor; levemente ácido.	**Positivas:** sabor suave, agradável e aroma característico; concentrado sem ser forte; adocicado; aroma maravilhoso; mais leve que os cafés tradicionais; não senti necessidade de colocar açúcar; **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; amargo; aguado; fraco; forte; sabor ligeiramente fechado, o amargor se destaca; azedo; gosto residual e textura complexa não agradou **Subjetivas:** sabor melhorou com a adição do açúcar; lembra chá; camomila ou cidreira.	**Positivas:** diferente, valorizou o café, muito gostoso; leve; parecido com a tangerina, mas mais doce, ficou melhor; ótimo para beber sem açúcar; muito bom; adocicado; sabor marcante. **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; nota fraca de cítrico; poderia ser mais encorpado; leve amargor; forte, amargo e ácido; forte demais, muito torrado; pouco aromático; **Subjetivas:** é menos torrado que os encontrados no mercado
Lima da Pérsia	**Positivas:** suave, confortável; mais próximo ao tradicional; sabor residual doce; leve e agradável. **Negativas:** amargo e ácido; leve azedo; aroma forte e enjoativo; não parece café; **Subjetivas:** diferente.	**Positivas:** aroma maravilhoso e um gosto bom; doce no começo; leve gosto de laranja, realçando o sabor do café; sabor parecido com o tradicional; **Negativas:** o sabor ficou confuso; gosto indefinido; azedo no final; mais amargo; não agradou; mesmo com açúcar continua amargo **Subjetivas:** o uso do adoçante mascara o gosto de azedo; não achei ruim, dá para se acostumar com o gosto diferente.	**Positivas:** bom paladar com e sem adoçante; aroma suave; sabor forte e adocicado no final; sabor bom. **Negativas:** dificuldade em distinguir o aroma/sabor; sabor desagradável; ácido; aroma fraco; amargor residual; mesmo adoçando continuava amargo; **Subjetivas:** parece chá**;** com açúcar fica melhor.
Laranja Sanguínea	**Positivas:** Gosto de laranja; agradou o paladar; aroma de fruta cítrica, bem doce, ácido e amargo; diferente; maravilhoso; **Negativas:** gosto cítrico que não combina; azedo; após a adição de açúcar a acidez ainda prevaleceu; um pouco aguado, poderia ser mais encorpado; **Subjetivas:** Entre chá e café; aroma e sabor forte; difere dos cafés tradicionais; cor mais clara; chá com gosto forte; se fosse mais encorpado seria perfeito.	**Positivas:** aroma bom; a mistura é bastante agradável; aroma agradável de chocolate/cravo bem interessante; amargor bem equilibrado; sabor intenso. **Negativas:** difícil identificar o gosto diferente; sensação de ânsia/náuseas; deixa um resíduo amargo na boca, mas quando bebe é meio ácido; o gosto no início não agradou; muito azedo, gosto cítrico, não melhorou com a adição de açúcar; sabor muito diferente do real gosto de café; sabor de laranja e limão, não agradou; café extremamente forte e amargo. **Subjetivas:** se fosse mais encorpado ficaria melhor; sabor de camomila, cidreira; parece ter ervas; o sabor confunde o paladar; parece chá, gosto de limão; toque diferenciado; provoca mais salivação;	**Positivas:** sabor suave; inovador, diferente, sensação ótima; gostei do aroma cítrico; aroma ácido e refrescante; doce no final; sabor de mel; gosto de café extraforte, muito bom; aroma marcante; aroma agradável, não precisa adoçar; boa intensidade; parece café espresso; gosto real de café, ótimo para "acordar". **Negativas:** difícil identificar o aroma; gosto azedo; amargo no início; fraco/diluído com amargor no final; cheiro de fumo, muito ácido; aroma forte, deu enjoo;

Tangerina	**Positivas:** refrescante; nota frutada leve ao final; leve sabor; não alterou demais o sabor do café; encorpado. **Negativas:** sensação de "pinicamento" na língua; sabor forte; gosto amargo e azedo; aroma fraco; adstringente; faltou sabor de cítrico; acidez fraca que desaparece com a adição de açúcar; aguado; ácido; queimado.	**Positivas:** adocicado; sabor com leve amargor muito agradável; o melhor de todos; leve e bem suave. **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; sabor confunde o paladar; muito ácido e amargo; levemente amargo; não agradou; gosto forte, não melhorou com adição de açúcar, enjoativo; deixa a desejar no sabor e textura final.	**Positivas:** aroma adocicado; textura suave; muito bom; não senti necessidade de adoçar; **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; amargo; forte com gosto de ervas; muito fraco; acentuou o amargor; coloração estranha. **Subjetivas:** com açúcar ficou agradável; sabor normal, comum, nem muito amargo, nem muito doce e não estava aguado.
Limão Siciliano	**Positivas:** sabor agradável; leve gosto cítrico, parece compensar o amargor; boa mistura de doce e cítrico; suave; sabor parecido com o tradicional; refrescante; **Negativas:** um pouco aguado; azedo; parece chá; aguado; amargor e sabor forte; **Subjetivas:** melhora a acidez colocando açúcar; o açúcar deu sabor de laranja; floral; cidreira; eucalipto; limão; verde; sofisticado;	**Positivas:** adoraria comprar esse café; cítrico bem sutil e agradável; é possível beber sem açúcar. **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; amargor residual; gosto forte; parece ter muita cafeína. **Subjetivas:** muito elegante; lembra mel com limão; com adição de açúcar o gosto ficou bem melhor; minha 1° opção de compra.	**Positivas:** adocicado, leve refrescância; muito bom, deixa o gostinho de café na boca; aroma delicioso; o melhor café, tomaria mais; aroma rico, adocicado suave; encorpado e saboroso; agradável; **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; torra muito escura, sabor forte de queimado; muito ácido, sensação de "amarrar" a boca; gosto azedo residual. **Subjetivas:** o sabor lembrou café extraforte.
Kinkan Limão	**Positivas:** suave; adocicado; gostoso; saboroso; agradável no início. **Negativas:** forte; azedo; mascarou o sabor do café; desagradável; sensação de “pinicamento” na garganta; muito amargo. **Subjetivas:** aroma diferente, não identificado; parece chá de ervas.	**Positivas:** sabor característico de café torrado; agradável; **Negativas:** leve amargor; fraco; amargo e agressivo no paladar; apimentado no aroma. **Subjetivas:** não se percebe o sabor cítrico; com o adoçante ficou excelente; aroma de camomila, cidreira e muito suave de laranja.	**Positivas:** leve; suave; sabor de café; acidez na medida certa; bom aroma; textura e gosto agradáveis; adocicado; aromático; **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; forte; amargo; necessidade de adoçar um pouco mais; aroma e gosto desagradáveis; aroma fraco; **Subjetivas:** parece chá.
Laranja Valência	**Positivas:** leve aroma cítrico; equilibrado; adocicado, lembra mel; interessante; muito bom; o sabor melhora no final. **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; aroma gorduroso; sabor fraco; aguado; **Subjetivas:** lembra sabor de chá; caramelo; ervas; o açúcar realça o sabor;	**Positivas:** o gosto do café permaneceu; sabor cítrico bem marcante; aroma característico; finalização longa; suave; sabor diferenciado e agradável; **Negativas:** sabor estranho; levemente amargo; aguado; textura desagradável; sabor forte; sem adoçar é muito amargo; azedo. **Subjetivas:** Leve gosto de frutas cítricas, cidreira, laranja, limão; o sabor me lembra chá.	**Positivas:** textura perfeita; adocicado; aroma característico de café; assemelha-se ao café espresso refinado; acidez equilibrada; suave; sabor marcante agradável; **Negativas:** pouco aroma; agressivo; muito amargo; azedo; aguado; não agradou. **Subjetivas:** gosto de ervas bem forte; parece chá verde; aroma de fumo.

Laranja Lima	**Positivas:** sabor agradável; levemente ácido; **Negativas:** aroma de queimado; torrado; desagradável; sabor forte e marcante; amargo; descaracterizou um pouco sabor de café; pouco doce; fraco; parece ter suco de fruta cítrica; **Subjetivas:** gosto de chá; aroma cítrico, amadeirado; erva cidreira.	**Positivas:** muito saboroso e agradável; aroma bem leve/suave; adocicado; **Negativas:** amargo; fraco. **Subjetivas:** sem nada muito chamativo no sabor; aroma bem fraco; sabor de laranja; cidreira e floral;	**Positivas:** delicioso; inexplicável de bom; adocicado; gosto agradável de torrado; sabor maravilhoso; melhor sem açúcar; suave; sabor refrescante. **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; torra muito escura; não tem textura de café, o sabor desaparece no final; retrogosto de fumo, áspero; ácido; sabor agressivo; amargo mesmo adoçando; **Subjetivas:** sabor de laranja antes de adoçar, após esse sabor se perde.
Laranja Bahia	**Positivas:** leve refrescância; levemente cítrico; aroma suave de chocolate; adocicado ao final. **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; amargo; aguado; precisa de açúcar para tomar; não parece café fresco. Baixa acidez. **Subjetivas:** sabor realçado pela adição de açúcar; similar ao chá.	**Positivas:** aroma e sabor agradáveis; excelente; cítrico e característico de café; toques aromáticos. **Negativas:** amargo; não combinou; fraco; levemente azedo; mesmo com adoçante preserva o gosto amargo. **Subjetivas:** aroma de cidreira; leve sabor de laranja;	**Positivas:** sabor suave, adocicado; acidez e aroma agradáveis; sem necessidade de adoçar; boa textura; muito saboroso; boa intensidade de sabor; **Negativas:** difícil identificar o aroma/sabor; azedo; muito amargo; forte; maior necessidade de adoçamento;

ANEXOS

ANEXO A. PARECER DE APROVAÇÃO DO CONSELHO DE ÉTICA EM PESQUISA

UFRJ - HOSPITAL UNIVERSITÁRIO CLEMENTINO FRAGA FILHO DA

Continuação do Parecer: 3.423.593

2. Eventuais emendas (modificações) ao protocolo devem ser apresentadas de forma clara e sucinta, identificando-se, por cor, negrito ou sublinhado, a parte do documento a ser modificada, isto é, além de apresentar o resumo das alterações, juntamente com a justificativa, é necessário destacá-las no decorrer do texto (item 2.2.1.H.1, da Norma Operacional CNS nº 001 de 2013).

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_1372777.pdf	10/06/2019 12:24:48		Aceito
Outros	Folha_de_rosto_sem_ass.pdf	10/06/2019 12:24:26	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Outros	1_Carta_de_apresentacao_sem_ass.docx	10/06/2019 12:23:42	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	PB_INFORMACOES_BASICAS_DO_PROJETO.pdf	08/06/2019 11:46:41	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Cronograma	9_Cronograma.pdf	08/06/2019 11:46:07	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	8_TCLE.pdf	08/06/2019 11:45:51	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Declaração do Patrocinador	7_Declaracao_da_instituicao_coparticipante.pdf	08/06/2019 11:45:36	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Declaração de Instituição e Infraestrutura	6_Declaracao_da_Instituicao.pdf	08/06/2019 11:45:19	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Outros	5_Curriculo_dos_pesquisadores.pdf	08/06/2019 11:42:07	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Declaração do Patrocinador	4_Carta_de_Concordancia_do_Diretor.pdf	08/06/2019 11:39:30	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Declaração de Pesquisadores	3_Termo_comp_Angela_Lima.pdf	08/06/2019 11:38:18	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Declaração de Pesquisadores	2_Termo_comp_Adriana_Farah.pdf	08/06/2019 11:38:06	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Outros	1_Carta_de_apresentacao.pdf	08/06/2019 11:36:07	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_rosto.pdf	08/06/2019 11:34:02	Adriana Farah de Miranda Pereira	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:
Não

RIO DE JANEIRO, 28 de Junho de 2019

Assinado por:
Carlos Alberto Guimarães
(Coordenador(a))

Endereço: Rua Prof. Rodolpho Paulo Rocco Nº255, 7º andar, Ala E
Bairro: Cidade Universitária CEP: 21.941-913
UF: RJ Município: RIO DE JANEIRO
Telefone: (21)3938-2480 Fax: (21)3938-2481 E-mail: cep@hucff.ufrj.br

ANEXO B. TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)

Título do projeto de pesquisa: "Influência da adição de subprodutos da indústria citrícola no desenvolvimento de bebidas à base de café"

Prezado (a),

Você está sendo convidado (a) a participar como voluntário (a) de uma pesquisa cujo objetivo é o desenvolvimento, caracterização química e sensorial de bebidas funcionais a base de café utilizando casca de cítricos e grãos imaturos de café. Este estudo está sendo realizado pela professora de Gastronomia da Universidade Federal de Pelotas e doutoranda do Programa de Pós-Graduação em Nutrição (UFRJ), Ângela Galvan de Lima, sob orientação da Profª. Drª. Adriana Farah do Instituto de Nutrição Josué de Castro da UFRJ.

Sua participação consistirá em provar seis amostras de café e responder aos testes sensoriais. Essas amostras consistem em café adicionado ou não de cascas de cítricos.

Esclarecemos que o procedimento não acarretará riscos físicos ao participante, e caso ocorra qualquer desconforto o participante poderá desistir da participação na pesquisa a qualquer momento. Esclarecemos, ainda, que não há benefício direto ao participante, e que você não terá despesas relacionadas à pesquisa, nem retorno financeiro (por exemplo, para pagamento de transporte e/ou alimentação). O benefício de participar da pesquisa relaciona-se ao fato que os resultados serão incorporados ao conhecimento científico e posteriormente a situações de ensino-aprendizagem, além da elaboração de novos produtos.

A sua participação na pesquisa não é obrigatória e sua recusa não acarretará prejuízos. Além disso, você poderá se retirar da pesquisa a qualquer momento, sem constrangimentos, sem que isso lhe traga qualquer prejuízo ou penalização, sem necessidade de justificativa.

Em qualquer momento do estudo, você poderá ter acesso direto com os responsáveis pela pesquisa das seguintes formas:

Ângela Galvan de Lima – e-mail: angelasananduva@gmail.com – Contato: (21) 97932-3618. Adriana Farah – e-mail: afarah@nutricao.ufrj.br – Endereço: Av. Carlos Chagas Filho, 373, CCS, Bloco J, 2° andar, sala 016. Cidade Universitária. Rio de Janeiro. Contato: (21) 3938-6449.

Se você tiver alguma consideração ou dúvida sobre a ética da pesquisa, entre em contato com o Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) do Hospital Universitário Clementino Fraga Filho/HUCFF/UFRJ – Rua Professor Rodolpho Paulo Rocco, n° 255, sala 01D-26/1° andar.

Cidade Universitária/Ilha do Fundão. Rio de Janeiro. Telefone (21) 3938-2480, de segunda a sexta-feira, das 8:00 as 16:00 ou através do e-mail: cep@hucff.ufrj.br

O CEP é responsável pela avaliação e acompanhamento dos aspectos éticos de todas as pesquisas envolvendo seres humanos e tem como objetivo proteger os direitos e a dignidade dos participantes da pesquisa.

Todos os dados fornecidos são considerados confidenciais, sendo totalmente garantido o sigilo das informações e sua privacidade. Os dados não serão divulgados de forma a possibilitar a sua identificação e os resultados obtidos neste trabalho serão divulgados em revistas científicas da área.

Acredito ter sido suficientemente informado (a) sobre o estudo acima citado que li ou que as informações foram passadas para mim.

Li e concordo em participar da pesquisa.

Eu receberei uma via desse Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE) e a outra ficará com o pesquisador responsável por essa pesquisa. Além disso, estou ciente de que eu e o pesquisador responsável deveremos rubricar todas as folhas desse TCLE e assinar na última folha.

Rio de Janeiro,

_____
Nome do participante

_____
Assinatura do participante

_____
Nome do pesquisador

_____
Assinatura do pesquisador

ANEXO C - QUESTIONÁRIO SOCIODEMOGRÁFICO

FAVOR, PREENCHER O QUESTIONÁRIO ABAIXO

Nome: _____

Gênero: ( ) Masculino ( ) Feminino

Faixa etária: ( ) 18 a 24 anos ( ) 25 a 34 anos ( ) 35 a 44 anos

( ) 45 a 55 anos ( ) ≥ 56 anos

Grau de escolaridade: ( ) Ensino Fundamental ( ) Ensino Médio completo

( ) Superior em andamento ( ) Superior completo ( ) Pós-graduação

Renda por pessoa da família: ( ) 1 salário-mínimo ( ) 2 a 3 salários-mínimos

( ) 4 a 5 salários-mínimos ( ) > 5 salários-mínimos

Qual a marca do café que você costuma consumir? _____

Qual o tipo? ( ) Tradicional ( ) Extra forte ( ) Gourmet

( ) Orgânico ( ) Descafeinado

Quantas vezes costuma consumir café/dia?

( ) Não consumo ( ) 1 vez ( ) 2 vezes ( ) 3 vezes ( ) + 3 vezes

Qual a quantidade? ( ) 50 mL - xíc. peq. ( ) 100 mL – xíc. média

( ) 200 mL – xíc. grande/copo

Você adoça o café? ( ) Não ( ) Sim

Caso responda sim, utiliza: Açúcar ( ) quantas colheres de chá _____

Adoçante ( ) quantas gotas _____

ANEXO D - ESCALA HEDÔNICA

Você está recebendo uma amostra codificada de café. Por favor, prove e assinale a escala abaixo para descrever o quanto você gostou ou desgostou do produto e se ele estivesse disponível no mercado, você compraria? Marque a resposta que melhor reflita seu julgamento.

AMOSTRA:_____

( ) 9- Gostei extremamente

( ) 8- Gostei muito

( ) 7- Gostei moderadamente

( ) 6- Gostei ligeiramente

( ) 5- Não gostei nem desgostei

( ) 4- Desgostei ligeiramente

( ) 3- Desgostei moderadamente

( ) 2- Desgostei muito

( ) 1- Desgostei extremamente

( ) 5- Certamente compraria

( ) 4- Provavelmente compraria

( ) 3- Indiferente

( ) 2- Provavelmente não compraria

( ) 1- Certamente não compraria

_____

_____

_____

_____

_____

_____

ANEXO E - LISTA DE ATRIBUTOS PARA ANÁLISE DE CATA

Assinale as alternativas que você acha que representam melhor a amostra. Caso ache necessário, descreva outros atributos.

AMOSTRA:_____

Aroma/Sabor	**Gosto**	**Textura**
( ) Amendoim	( ) Ácido	( ) Adstringente
( ) Caramelo	( ) Amargo	( ) Aguado
( ) Camomila	( ) Azedo	( ) Aveludado
( ) Chocolate	( ) Doce	( ) Encorpado
( ) Cidreira		
( ) Cítrico		
( ) Cravo		
( ) Ervas		
( ) Eucalipto		
( ) Floral		
( ) Fumo		
( ) Laranja		
( ) Limão		
( ) Madeira		
( ) Queimado		
( ) Torrado		
( ) Verde		

Comentários:

_____

_____

_____

_____

_____

_____

ANEXO F - MANUSCRITO 1 – HEADSPACE VOLATOLOME OF PEEL FLOURS FROM CITRUS FRUITS GROWN IN BRAZIL

https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110801

Food Research International 150 (2021) 110801

Contents lists available at ScienceDirect

Food Research International

journal homepage: www.elsevier.com/locate/foodres

Headspace volatolome of peel flours from citrus fruits grown in Brazil

Ângela Galvan-Lima [a,b,c], Sara C. Cunha [c], Zita E. Martins [c], Antonio G. Soares [d], Isabel M.P.L.V. O. Ferreira [c,*], Adriana Farah [a,*]

[a] *Laboratório de Química e Bioatividade de Alimentos, Instituto de Nutrição, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Avenida Carlos Chagas Filho, 373, CCS, Bl. J, Rio de Janeiro 21941-902, Brasil*

[b] *Faculdade de Nutrição, Universidade Federal de Pelotas, Rua Gomes Carneiro, 01, 96010-610, Pelotas, Rio Grande do Sul, Brasil*

[c] *LAQV/REQUIMTE, Laboratório de Bromatologia e Hidrologia, Departamento de Ciências Químicas, Faculdade de Farmácia da Universidade do Porto, 4099-030 Porto, Portugal*

[d] *Embrapa Agroindústria de Alimentos: Av. das Américas, n° 29.501, Guaratiba/23020-470 Rio de Janeiro, RJ, Brasil*

ABSTRACT

Citrus fruit peel comprises a pleasant mix of volatile compounds together with fibers, nutrients, and bioactive compounds. Therefore, it has great potential for use as a food ingredient. Studies evaluating the volatile composition of citrus peel flours are limited for most citruses. The goal of this study was to characterize, by HS-SPME/GC-MS, the volatile profile of citrus peel flours made from fruits commonly grown in Brazil. Two composite samples of ten types of citrus peel flours from consecutive harvests were evaluated. 69 volatile compounds were assigned, 49 in Tahiti acid lime, 49 in Sicilian lemon, 37 in Persian lime, 34 in Italian tangerine and oval kumquat, 33 in Valencia orange, 32 in Baia orange and round kumquat, 28 in Blood-of-Mombuca orange and 26 in Lima orange. 26 major compounds represented 93-99% of the total chromatogram peak area. Terpenic compounds were predominant in all samples, especially monoterpenes (about 48-97% of the total chromatogram peak area), while lower proportions of aldehydes (0.2-16.1%), monoterpene alcohols (0.4-11.8%) and esters (0.0-7.7%) were observed. Even though a few compounds like limonene, β-myrcene, linalool, α-pinene and valencene were detected in all citrus, volatile compounds followed specific patterns in the different citruses, with a clear distinction among them, especially between lemon flours and the remaining flours. The variety of volatile profiles and singular specific volatolomic signatures in citrus peels can be explored for different applications related to food flavoring and preservation, and promotion of good health. These aspects should be thoroughly investigated in future studies.

Key words: Citrus fruits; Byproducts; Citrus peel flour; Volatile profile; Aroma.

1. Introduction

The consumption of fresh citrus fruits and juices is high worldwide, including in Brazil. About 98 million tons are produced yearly in more than 50 countries, with a contribution of over US$ 10 billion to the world's economy. Brazil is the largest orange producer, followed by China, the European Union, United States, and Mexico (USDA, 2021). In addition to oranges, fruits like tangerine and lime, especially Tahiti acid lime, play an important role in global production and in the Brazilian economy (Miran *et al*., 2016). Citrus fruits, depending on the varieties, contain approximately 45% juice, 26% rag and pulp, 17% albedo (inner peel), 10% flavedo (outer peel), and 2% seeds (Elleuch *et al*., 2011; Mahato *et al*., 2018). While kumquat and a few other types of citrus are eaten with albedo and flavedo, the fruit juice industry generates residues that represent almost half their weight. Approximately 8 million tons of citrus peels are generated annually in the Brazilian juice industry and homes (USDA, 2021). A challenge for the food industry is to include sustainable practices in production, using industrial waste, and adding value to new products. Currently, industrial citrus residues are partly used for animal feed and partly for the production of oils for perfumery, food flavoring, cleaning products, and pharmaceuticals (Mahato *et al*., 2018; Singh *et al*., 2020). Orange and lemon aromas are among the most esteemed throughout the world, responding for approximately 25% of the global aroma market (Sun *et al*., 2014). Despite all these uses, a large amount of residues is still discarded (Ahmad *et al*., 2006; Neves, *et al*., 2010; Zaker *et al*., 2017), partly because these by-products may be highly burdened with fungicides applied at pre- or postharvest stage, a problem that can be minimized with the increased demand for organic or pesticide-free foods, which is happening in several countries. For example, according to Euromonitor International's Voice of the Consumer Health and Nutrition Survey (Euromonitor, 2021), global sales of organic packaged foods grew by 13% in 2020 because consumers are turning to organic foods as they look more closely at personal health, wellness and nutrition (Willer *et al*., 2021).

Citrus peel oil and fresh fruits release a complex combination of more than 400 volatile compounds, considering the different citruses, which include terpenes, hydrocarbons, alcohols, aldehydes, esters, and ketones (Rouseff, Perez-Cacho & Jabalpurwala, 2009; Tao *et al*., 2009; Miyazaki *et al*., 2010; González-Mas *et al*., 2011). Although the concentration of volatile compounds in the citrus oil is diluted in the peel by the presence of the albedo, other components like soluble and insoluble dietary fibers, organic acids, vitamins, minerals, phenolic compounds, and carotenoids make it a promising material for food production (Manzoor *et al.*, 2020). The concentration of health-promoting components with antioxidant, antimicrobial, and anti-inflammatory properties is said to be generally higher in citrus peel than in the pulp (Sawalha *et al*., 2009; Barros, Ferreira & Genovese, 2012; Nair, *et al*., 2018; Assefa, Saini, & Keum, 2017; Sharma, Khanikor & Mahanta, 2017; Ashraf *et al*., 2017; Singh *et al*., 2020). The biggest challenge regarding the use of fresh citrus peels for human and animal consumption, nevertheless, is their high moisture content (75% - 90%), which makes them extremely perishable, with a very low shelf life (de la Torre *et al*., 2019). Drying at low temperatures is the most suitable method to preserve nutrients and prevent the growth and reproduction of microorganisms in peels (Farahmandfar *et al*., 2020; Samadi *et al*., 2018; Espinosa-Garza, Antonyan & Loera-Hernández, 2018). Studies have been carried out to find uses for these flours (Satari & Karimi, 2018; Bora *et al*., 2020), for example, production of edible active films, enrichment of plant-based flours for bakery purposes, and to flavor and protect meat products from oxidation and microbial contamination, improving their quality and safety without loss of sensory quality. (Mahmoud, Abou-Arab and Abu-Salem, 2017; Chavan, Singh & Kaur, 2018, Nassar *et al*., 2008, Magda, Awad & Salim, 2008; Ojha & Thapa, 2017; Obafaye & Omoba, 2018, Martins *et al*., 2017; Spina *et al*., 2019).

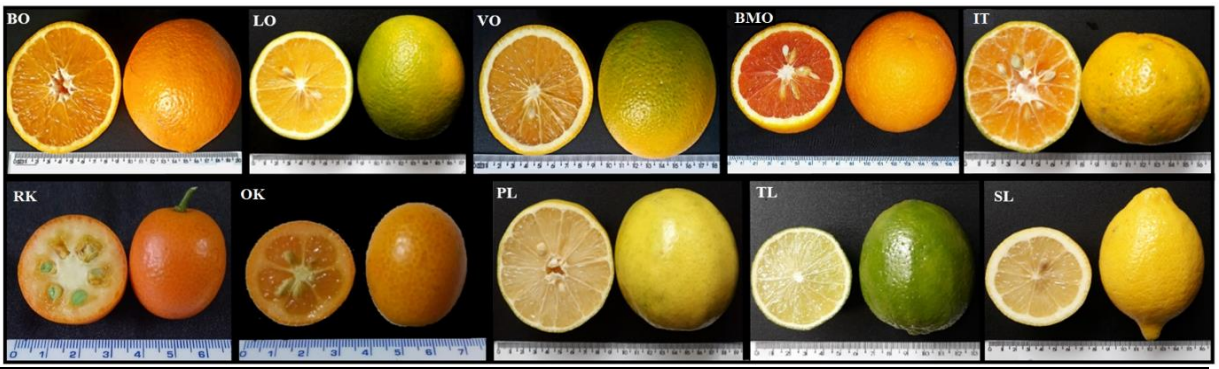
Although there are innumerous studies on the volatile profile of citrus peel oil, because of the large variety of citruses existing worldwide, several genotypes have not been studied.

Also, considering that the oil is only a fraction of the peel and that some compositional changes may occur during the drying process, studies on the flours volatile composition are needed. There seems to be only one study on this theme, reported by Tekgül & Baysal (2018), who determined the effect of different drying methods on the volatile profile of a citrus peel flour of Lamas lemon from Turkey. Knowledge on the chemical composition of these flours is also important for prevention of food allergy reactions, for food pairing, and for future studies on their bioactivity. In the present study, the volatile profiles of selected peel flours made from ten types of citrus fruits commonly grown in Brazil were characterized, using a volatolomic approach.

2. Materials and methods

2.1. *Samples: fruit selection, peeling, drying, and grinding*

Two healthy composite samples (S1 and S2) of each of the following types of citrus fruits were picked in Brazil at the commercial maturity stage (Fig.1). Kumquats (8 years old trees) and Blood-of-Mombuca oranges (10 years old trees) were from Sananduva, Rio Grande do Sul (latitude 27º56'59" S, longitude 51º48'24" W, altitude 636 m, mean annual temperature (MAT) 18 °C, average annual rainfall (AAR) 1875 mm, organic argisol soil, with no irrigation. The remaining citrus samples (average 17 years old trees) were from Barretos, São Paulo (20°33'26" S and 48°34'04"W, 530 m, MAT 23.6°C, AAR 1363 mm, NPK fertilized, yellow latosol soil irrigated only when needed). In Sananduva, plants were approximately 10 m apart. In Barretos, plants were organized in rolls (5x6 m apart). One kilogram of each type of citrus (equivalent to 6-50 fruits, depending on the type and size) was manually picked from three randomized trees in the months of May-July (winter) of 2018 (S1) and 2019 (S2).



Abbr.	[a]Scientific names	Popular name	SS °Brix	SS/TA (ratio)	Juice %
BO	*C. sinensis* (L.) Osbeck var. Baia	Baia orange	≥ 10	9.5 – 12	~ 40%
LO	*C. sinensis* (L.) Osbeck var. Lima	Lima orange	≥ 10	9.5 – 12	~ 40%
VO	*C. sinensis* (L.) Osbeck var. Valencia	Valencia orange	≥ 10	9.5 – 12	~ 40%
BMO	*C. sinensis* (L.) Osbeck var. Sanguinea (Engl.) Engl.	Blood-of-Mombuca orange	≥ 10	9.5 – 12	~ 40%
IT	*C. deliciosa* Ten.	Italian tangerine	≥ 9.0	8.5 – 12	~ 35%
RK	*F. japônica* (Thumb.) Swingle	round kumquat	≥ 18	16 – 18	-
OK	*F. margarita* (Lour.) Swingle	oval kumquat	≥ 12	12 – 14	-
PL	*C. limettioides* Tanaka	Persian lime	≥ 7.0	7 – 8	~ 35%
TL	*C. ×latifolia* (Tanaka ex Yu. Tanaka)	Tahiti acid lime	≥ 7.0	7 – 7.5	~ 30%
SL	*C. limon* (L.) Burm f)	Sicilian lemon	≥ 8.0	8 – 8.5	~ 30%

Fig. 1. Citrus fruits used for flour preparation at commercial degree of ripeness according to the citrus fruit classification standards in Brazil (CEAGESP, 2011; Alves & Melo, 2003). [a]Global Biodiversity information Facility (http://www.gbif.org). BO: Baia orange; LO: Lima orange; VO: Valencia orange; BMO: Blood-of-Mombuca orange; IT: Italian tangerine; RK: Round kumquat; OK: Oval kumquat; PL: Persian lime; TL: Tahiti acid lime; SL: Sicilian lemon.

For flour production, fruits were sanitized, with sodium hypochlorite 0.96%, and peeled to separate the flavedo and albedo from the remaining parts. Subsequently, the peels were weighed separately, placed in aluminum trays, and taken to a ventilated oven (Fabbe-Primar, Brazil), at 50-55 °C, until they achieved constant weight (about 6 hours). After dehydration, peels were ground in an electric grinder (Hamilton Beach, model: 80393BZ, USA), sifted using a 0.5 mm sieve (Rota P RX-29-10), stored in a vacuum packed and maintained at - 18 °C until analysis.

2.2. ***Water content***

In order to meet the National Health Surveillance Agency (BRASIL, 2005) requirements and to express the peak areas for all volatile compounds obtained from HS-SPME/GC-MS analysis on a dry basis, the moisture content of citrus peel flours (2 g) was determined using a SMO-01 infrared moisture analyzer (Scaltec, Goettingen, Germany) set at 103 ± 2 °C.

2.3. ***Headspace solid-phase microextraction coupled with gas-chromatography mass-spectrometry analysis (HS-SPME/GC-MS)***

The volatile compounds from citrus flour were extracted by HS-SPME technique, using a 50/30 μm divinylbenzene / carboxen / polydimethylsiloxane (DVB/CAR/PDMS) Supelco® fiber, and analyzed by a gas chromatographer (Agilent, 6890 Little Falls, DE, USA) coupled to a mass spectrometer (Agilent 5975) (GC-MS), according to the methodology described by Zheng *et al*. (2018). Prior to use, the fiber was conditioned according to the manufacturer's recommendations. 50 mg of each flour sample were placed in a 20 mL SPME vial, which was immediately sealed with silicone septa, and conditioned for 5 min at 50 °C, under continuous agitation. Then, the fiber was exposed to the vial headspace for 30 min, in agitation and heated, at 50 °C. After this period, the fiber was retracted, and inserted into the chromatographic injector, in splitless mode, for 2 min, for desorption of volatile compounds, with the aid of a carrier gas (helium) and transferred rdxz directly into the chromatographic column (SPB-5, 60 m × 0.32 mm, film thickness df = 1 μm 5% diphenyl – 95% dimethyl polysiloxane, Supelco, Bellefonte, USA) for 10 min, at 250 °C. The chromatographic separation conditions were: 40 °C for 3 min, ramped to 200 °C at 5 °C min^{-1}, subsequently ramped to 250 °C at 10 °C min^{-1} and held at final temperature for 3 min. The flow rate was 1 mL min^{-1}, using helium gas as the carrier. The temperatures of the transfer line, ion source, and MS quadrupole were 250, 230,

and 150 °C, respectively. Electron impact mass spectra were measured at acceleration energy of 70 eV. Data acquisition was performed in full-scan mode from m/z 50 to 550. Analytes were tentatively identified by the linear retention indices (LRI) and confirmed by NIST V2.2 (National Institute of Standards and Technology, USA) library database. Agilent Chem Station (Agilent Technologies, USA) was used for data collection and processing. In addition, high purity external standards, when available, were injected (β-pinene, limonene, linalool, α-citral, caryophyllene, humulene, β-myrcene, β-citral and geraniol, from Sigma-Aldrich, St. Louis, MO). The LRI of each compound was calculated using the respective retention time (RT) compared against the RTs of a series of standard n-alkanes. The compounds were identified based on their LRI, the mass spectra of the National Institute of Standards and Technology (NIST, 2017, USA) library or authentic standards measured under the same measuring conditions. To improve the accuracy of compounds' identification, only those substances that provided a match factor higher than 600 and a match factor versus reversed match factor ratio greater than 0.8 were selected for data processing. LRI available from previous publications (Xiao *et al*., 2015; Zhang *et al*., 2017; Cano-Lamadrid *et al*., 2018; González-Mas *et al*., 2019; Zhang *et al*., 2019) were also used for comparison.

2.4. *Statistical analysis*

The relative peak areas for all volatile compounds obtained from MS data, expressed on dry basis, were tested for distribution of the residuals with Shapiro-Wilk's test. The volatolome of the 10 citrus samples with 69 volatile compounds was analyzed by Agglomerative Hierarchical Clustering (AHC) analysis, using Euclidean distance and average linkage clustering method. Data pretreatment included normalization and scaling, which is a required process for data that present wide-scale differences, as is the case of volatiles. Normalization treatments are applied to each sample, using a correcting factor (e.g., total area) that adjusts the

peak intensities and reduces unwanted drifts between samples, allowing their comparison. Results were then displayed as a clustered heatmap (support data). Different methods of hierarchical clustering and distance between samples were tested to produce AHC dendrograms (tree). The dendrograms resulting from the hierarchical clustering were then used to evaluate the quality of alignment between S1 and S2 citrus samples.

All analyses were performed at 5% significance level using R version R.3.4.4 4.0.2 (R Project for Statistical Computing). Heatmap plots and AHC were carried out using the heatmap.2 function from the "gplots" package in R (version R.3.4.4) (Warnes *et al*., 2020). The comparison between dendrograms was performed using the "dendextend" package (Galili, 2015).

3. Results and discussion

3.1. *Water content*

The water contents of the citrus peel flours evaluated in this study are presented in Table 1. This is the only parameter established by the legislation of the National Health Surveillance Agency (ANVISA), Brazil, for the quality control of plant flours for human feeding purposes. The values varied from 7.2% to 13.3%, below the maximum value of 14% established by ANVISA (BRASIL, 2005). Significant differences (*t*-test, $p<0.05$) between S1and S2 samples were observed for most citrus species, which can be justified by the climatic conditions and physiological status of the different threes from which the fruits were picked. Similar values have been reported in previous studies using citrus peel flours, for example, orange (9.8%) and tangerine flours (10.2%) (Marey & Shoughy, 2016), lemon (10.8%) and orange (9.1%) (Silva *et al*., 2017), and lemon (10%) (Tekgül & Baysal, 2018).

Table 1. Water content in peel flours from citrus fruits grown in Brazil (g/100g DW)

Citrus fruit	Moisture (S1)	Moisture (S2)	CV (%)
C. sinensis (L.) Osbeck (Baia orange)	10.2 ± 0.00[a]	9.5 ± 0.21[b]	4.6
C. sinensis (L.) Osbeck (Lima orange)	12.7 ± 0.14[a]	12.7 ± 0.28[a]	1.4
C. sinensis (L.) Osbeck (Valencia orange)	13.2 ± 0.14[a]	10.9 ± 0.07[b]	11.3
C. sinensis (L.) Osbeck var Sanguinea (Blood-of-Mombuca orange)	12.3 ± 0.14[a]	9.9 ± 0.07[b]	12.8
C. deliciosa Ten. (Italian tangerine)	13.2 ± 0.14[a]	11.7 ± 0.14[b]	7.0
F. japonica (Thumb.) Swingle (round kumquat)	11.2 ± 0.07[a]	10.3 ± 0.14[b]	4.7
F. margarita (Lour.) Swingle (oval kumquat)	13.3 ± 0.14[a]	11.4 ± 0.07[b]	9.2
C. limettioides Tanaka (Persian lime)	8.0 ± 0.14[a]	9.7 ± 0.21[b]	10.9
C. ×latifolia (Tanaka ex Yu. Tanaka) (Tahiti acid lime)	9.1 ± 0.14[a]	9.5 ± 0.21[b]	2.7
C. ×limon (L.) Burm.fil. (Sicilian lemon)	7.2 ± 0.14[a]	8.4 ± 0.14[b]	9.0

Data are expressed as mean ± standard deviation for three replicate analyses; different letters on the same line indicate a significant difference using *t*-test ($p \leq 5\%$). S1: Sample 1; S2: Sample 2. CV%: coefficient of variation.

3.2. *Volatile compounds: general comments*

Considering the ten different types of citrus, a total of 69 compounds (corresponding to 98.8% to 99.6% of the total peak areas in the chromatograms) were identified in the peel flours (Table 2). It should be noted that the same compounds were not necessarily present in all samples and differences will be commented on later. Volatile compounds were grouped into six chemical classes, according to González-Mas *et al.* (2019): 13 monoterpenes, 16 monoterpene alcohols, 23 sesquiterpenes, 10 aldehydes, 6 esters, and 1 monoterpene ketone.

Table 2. Volatile compounds identified in peel flours from citrus fruits grown in Brazil and their classical odor description

	Volatile compound	Odor description	[a]CAS#	[b]ELRI	[c]LRI	BO [d]99.5	LO 99.5	VO 99.6	BMC 98.9	IT 99.6	RK 98.8	OK 99.3	PL 98.8	TL 99.3	SL 99.6
	Monoterpenes														
1	α-pinene*	Pine, herbal, wood[1,2,3]	80-56-8	937	939	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □
2	β-thujene	Woody[1]	28634-89-1	966	971	- -	- -	- -	- -	■ □	- -	- -	- -	■ □	■ □
3	sabinene*	Wood, spicy, citric, green[2,3]	3387-41-5	974	972	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	- -	■ □	■ □	■ □	■ □
4	β-pinene*	Pine, resin, dry, wood[1,2]	127-91-3	979	979◊	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □
5	β-myrcene*	Balsamic, geranium, spice, herbal, fruity[1,2]	123-35-3	991	991◊	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □
6	α-phellandrene*	Fresh, citric, spicy, minty[1]	99-83-2	1005	1005	■ -	■ -	■ -	■ -	■ -	■ □	■ -	- -	■ □	■ □
7	3-carene	Sweet, lemon, orange[1]	13466-78-9	1011	1011	■ -	■ -	■ -	■ -	■ -	■ -	■ -	- -	■ -	■ -
8	α-terpinene	Wood, lemon[1]	99-86-5	1017	1012	- -	- -	- -	- -	■ □	- -	- -	- -	■ -	■ -
9	o-cymene*	Citric, lemon[1,3]	527-84-4	1022	1022	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ -	■ -
10	limonene*	Lemon, orange, sweet[1,2,3]	138-86-3	1030	1030◊	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □
11	γ-terpinene*	Gasoline, herbal, citric[2,3]	99-85-4	1060	1062	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	- -	- □	■ □	■ □	■ □
12	trans-4-thujanol	---	546-79-2	1070	1070	- -	- -	■ -	- -	- □	- -	- -	- -	■ -	■ -
13	terpinolene*	Citric, sweet, pine[1]	586-62-9	1088	1070	■ □	■ □	■ □	- -	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □
	Sesquiterpenes														
14	δ-elemene	Woody[1,2]	20307-84-0	1338	1340	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □	- -	■ -	- -
15	α-cubebene	Herbal, wax[1,2]	17699-14-8	1351	1345	- -	■ □	- □	- □	- -	■ □	■ -	■ -	- -	- -
16	α-copaene	Woody, spice, green[1,2]	3856-25-5	1376	1376	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	- □	■ □
17	β-cubebene*	Citric, fruit[1,2]	13744-15-5	1389	1390	■ □	■ □	■ □	■ □	- □	■ □	■ □	■ □	■ -	- -
18	β-elemene*	Herbal, wax, fresh[1,2]	515-13-9	1391	1391	- -	- -	- -	- -	■ -	- -	- -	- -	■ □	- -
19	caryophyllene*	Spicy, pepper-like, woody, citric[1,3]	87-44-5	1419	1419◊	■ □	- -	■ □	- □	■ -	- -	- -	- -	- -	- □
20	α-santalene	Woody[3]	512-61-8	1420	1420	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- □	- □	- □
21	γ-elemene	Woody, fresh, green[2]	29873-99-2	1433	1433	- □	- -	- -	- -	- □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □
22	α-bergamotene*	Woody, tea[1,2,3]	17699-05-7	1435	1436	- -	- -	- □	- □	- □	- -	■ □	■ □	■ □	■ □
23	cis-β-farnesene	Woody, citric, sweet[2]	28973-97-9	1444	1451	- -	- -	- -	- -	- -	■ -	■ -	■ -	■ -	■ -
24	humulene	Woody[1]	6753-98-6	1454	1454◊	- -	- -	- □	■ □	- -	■ □	- □	- -	■ □	■ □
25	β-santalene	Woody[1]	511-59-1	1462	1476	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- □	■ □	■ □
26	cis-muurola-4(15),5-diene	---	157477-72-0	1463	1461	- -	- -	- -	- -	- -	■ -	■ -	- -	- -	- -
27	γ-muurolene	Herbal, wood, spice[2]	30021-74-0	1477	1475	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □	■ □	- -	- -
28	germacrene D*	Woody, spice[2]	23986-74-5	1481	1487	- -	- -	■ □	- □	- -	■ □	- -	- -	- -	- -
29	valencene*	Green, oil, citric[1,2,3]	4630-07-3	1492	1490	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	- -	■ □	■ □
30	cis-α-bisabolene	---	29837-07-8	1504	1504	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □
31	α-farnesene*	Lime, sweet, lavender, green[1,2,3]	502-61-4	1508	1508	■ □	- -	■ □	■ □	■ □	■ □	■ -	■ □	■ □	■ □
32	β-bisabolene*	Balsamic, woody[1,3]	495-61-4	1509	1509	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ -	■ □	■ □	■ □
33	γ-cadinene	Sweet, rose, woody[1]	39029-41-9	1513	1513	- -		- -	- -	- -	■ -	■ -	■ -	- -	- -
34	δ-cadinene	Herbal[1]	483-76-1	1524	1524	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	- -	- □
35	(-)-α-panasinsen	---	56633-28-4	1527	1527	- □	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- □	- □
36	α-cadinene	Woody[1]	24406-05-1	1538	1537	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □	- □	- -	- -
	Aldehyde														
37	octanal*	Citric, fruity, honey[2,3]	124-13-0	1003	1006	■ □	■ □	■ □	■ □	- -	- -	- -	- -	- -	■ -
38	citronellal*	Lemon, green, sweet, fat[1,3]	106-23-0	1153	1153	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	- -	- -	■ □	■ □	■ □
39	isogeranial	Rose[2]	55722-59-3	1184	1254	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- □	- □	■ □
40	safranal	Herbal, sweet[2]	116-26-7	1201	1300	- -	- -	- -	- -	- -	- □	- □	- -	- -	- -
41	decanal*	Fat, sweet, citric, floral[1,2]	112-31-2	1206	1209	■ □	■ □	■ □	■ □	- -	■ □	■ □	- -	- -	■ □
42	β-citral	Lemon, fresh, sweet[1,2]	106-26-3	1240	1240◊	- □	- □	- □	■ □	■ □	- -	■ □	■ □	■ □	■ □
43	α-citral	Lemon, fresh[1,2]	14-27-5	1270	1270◊	- □	- □	■ □	■ □	- □	- -	- -	- □	■ □	■ □
44	perilla aldehyde*	Fat, oil, green[1,2]	2111-75-3	1272	1319	- -	■ □	■ □	■ □	■ □	- □	- -	■ □	■ □	■ □

45	undecanal	Mandarin, orange, rose, greasy[1,2]	112-44-7	1307	1310	- □	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ □
46	dodecanal*	Floral, sweet, herbaceous[2,3]	112-54-9	1409	1416	■ □	- -	■ -	■ -	■ -	■ □	- -	- -	- -	- -
	Monoterpene alcohols														
47	linalool*	Floral, lavender, lemon, orange, sweet[1,2,3]	78-70-6	1099	1099◊	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □
48	limonene oxide*	Fresh, fruity, pungent[1,2]	1195-92-2	1138	1132	- □	■ □	■ □	- -	- -	- -	- -	- -	- □	- -
49	cis-verbenol	Balsamic, pine[1]	1845-30-3	1142	1142	- -	- -	- -	- -	- □	- -	- -	- □	- □	- -
50	cis-β-terpineol	Woody, lemon, lime, herbal[1]	7299-41-4	1144	1144	- □	- □	- □	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □
51	isopulegol	Minty, green, medicinal[1,3]	89-79-2	1146	1159	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	- -	- -
52	terpinen-4-ol	Citric, sweet, tropical fruits[1]	562-74-3	1177	1179	- -	- -	- -	- -	■ -	- -	- -	- □	■ □	■ □
53	α-terpineol*	Oil, anise, mint[1]	98-55-5	1189	1195	- -	- -	- -	- -	■ □	- -	- -	■ □	■ □	■ □
54	Nerol	Sweet, citric[3]	106-25-2	1228	1228	- □	- □	- □	- □	- □	- -	- -	■ □	■ □	- □
55	citronellol	Rose, lemon, citronella[1]	106-22-9	1228	1233	- -	- -	- □	- □	- -	- -	- -	- -	■ -	- □
56	p-menth-1-en-9-al	Herbacius[1,3]	29548-14-9	1229	1229	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	- -	- -
57	geraniol*	Rose, floral, citric, sweet[1,2]	106-24-1	1255	1276	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- □
58	isoascaridol	---	1619-26-7	1306	1303	- -	- -	- -	- -	- □	- -	- -	- -	■ -	- -
59	decyl alcohol	Orange, oil[1]	112-30-1	1408	1408	- -	- -	- -	- -	■ -	- □	- -	- -	- -	- -
60	aromandendrene	Woody[1]	489-39-4	1440	1475	- -	■ □	- -	- -	- -	- -	■ □	- -	- -	■ -
61	α-selinene	Orange, spicy[1,2]	473-13-2	1494	1494	- □	- -	- -	- -	- -	- □	- -	- -	- -	- -
62	α-bisabolol	Spice, flower[1,2]	55-69-5	1684	1662	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- □	■ □	- □
	Esters														
63	verbenol acetate	Herbal[1]	1203-21-0	1293	1340	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	- -
64	carvyl acetate	Green, spearmint, fruity[1,2,3]	97-42-7	1336	1337	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	- □	- -	- -	- -
65	citronellyl acetate	Rose, dust[1,2,3]	150-84-5	1354	1357	- □	- -	- -	- -	- -	- -	- □	■ □	■ □	■ □
66	nerol acetate*	Floral, rosy, soapy, fruity[1,2,3]	141-12-8	1364	1362	■ □	- □	■ □	■ □	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □
67	geranyl acetate*	Rose, fruity, sweet, citrus[1,2,3]	105-87-3	1382	1382	- □	- -	- -	- -	- □	■ □	■ □	- □	■ □	■ □
68	perillyl acetate	Mint, herbacious[1]	15111-96-3	1436	1421	- -	- -	- -	- -	- -	■ □	■ □	■ □	■ □	■ □
	Ketones														
69	(-)-carvone*	Herbal, spice, spearmint[1,2,3]	6485-40-1	1242	1242	- □	- □	- □	- -	- □	- □	- □	- □	- □	- □

Note: BO: Baia orange; LO: Lima orange; VO: Valencia orange; BMO: Blood-of-Mombuca orange; IT: Italian tangerine; RK: Round kumquat; OK: Oval kumquat; PL: Persian lime; TL: Tahiti acid lime; SL: Sicilian lemon. "■" presence in Sample 1; "□" : presence in Sample 2; "-": absence in sample. [1]Burdock, 2016, [2]http://www.flavornet.org; [3]Cano-Lamadrid *et al*., 2018. [a]CAS# (Chemical Abstracts Service) Registry Number, available in the NIST database, and www.flavornet.org. [b]ELRI: Experimental Linear Retention Index; [c]LRI: Linear Retention Index based on literature and NIST database, http://webbook.nist.gov/chemistry/nameser.html. *Impact compounds by González-Mas *et al*. 2019; Zhang *et al*., 2019; Cano-Lamadrid *et al*., 2018; Zhang *et al*., 2017, Xiao *et al*., 2015; [d](%) Percentage of peaks identified in chromatograms. ◊External standard.

The present results confirm literature data which report that terpenes comprise usually over 90% of the volatiles present in citrus peel oil (Zhang *et al*., 2017; González-Mas, *et al*., 2019; Zhang *et al*., 2019). Monoterpenes and sesquiterpenes represented, on average, 96.7-47.8% and 0.9-24.8%, respectively, of the total peak area of the volatile fraction of different citrus peel flours (Fig. 2). Although terpenoids are characterized by poor aroma contribution, they still contribute with citrus, fruity, woody, and herbal aroma characteristics (Wang *et al.*,

2020). However, they are susceptible to degradation reactions when exposed to air (oxygen), light, and heat, which has been associated with the conversion to terpenic alcohols or oxides (Wang *et al*., 2020). Such molecular changes generate unpleasant wax, resin, woody, medicinal and other off-flavors that can negatively affect the sensory quality of derivative products, like oil and flour. Therefore, care must be taken when producing and storing these products (Nguyen *et al*., 2009; Gonçalves *et al.,* 2015; Gonçalves *et al.,* 2017).

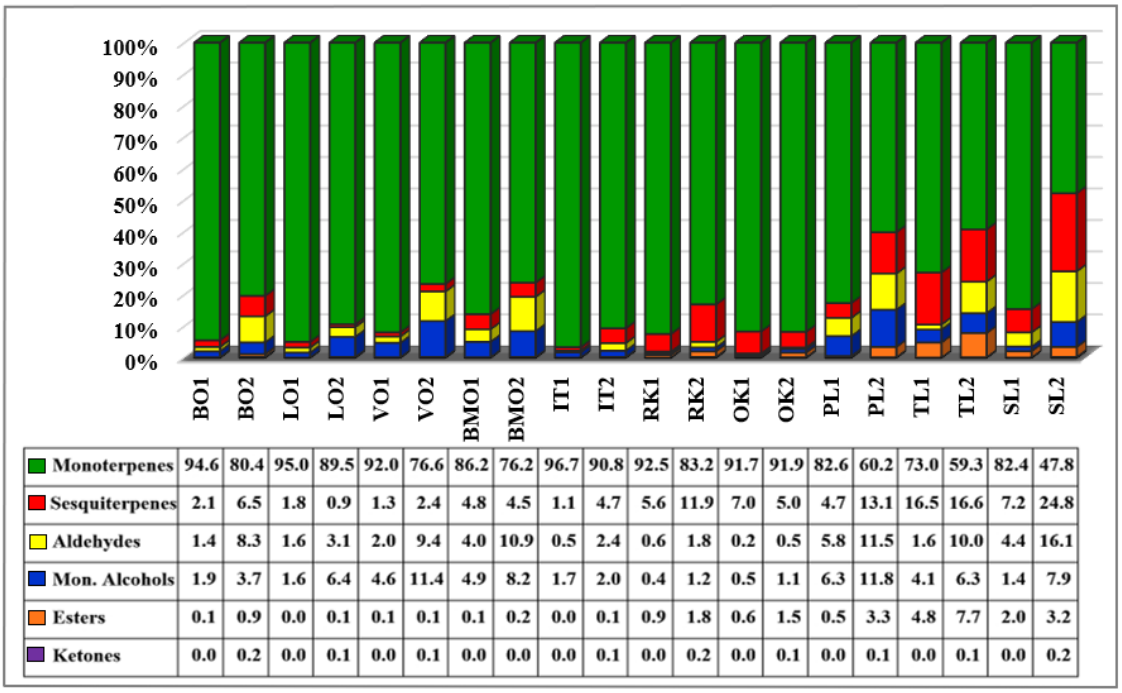
Aldehydes represented 0.2-16.1% of the total peak area of the volatile fraction of different citrus peel flours, with higher percentages in Sicilian lemon. Their concentration increases during ripening and play a major role in citrus fruit flavor (Perez-Cacho and Rouseff, 2008). Aldehydes contribute remarkably to lemon, herbaceous, fruity, and fat notes (Wang *et al.,* 2020). Some of these compounds, such as octanal, citronellal, decanal, and dodecanal, identified in this study mainly in oranges and lemons, have been listed as impact compounds. They have attractive organoleptic qualities, especially in oranges, according to aroma and flavor assessments (Xiao *et al.,* 2015; González-Mas, *et al.,* 2019). Because of their high chemical reactivity, the concentration of aldehydes is significantly altered after thermal processing (Schwab *et al*., 2008).

Monoterpenes alcohols accounted for 0.4-11.8% of the total peak area of the volatile fraction of different citrus peel flours, depending on the species or variety, the highest proportion found in Persian lime. They play a significant role in the odor activity of citrus fruits (Cuevas, Moreno-Rojas & Ruiz-Moreno, 2017). They are formed by the oxidation of unsaturated fatty acid, producing homologous aldehydes and their subsequent reduction (Wang *et al*., 2020).

Esters comprised 0.0-7.7% of the total peak area of the flours volatile fraction, with the highest proportion found in Tahiti acid lime. Esters are important volatile components in many

fruits, and most of them have a strong fruity and floral odor and contribute to mature flavor (Rouseff & Perez-Cacho, 2007; Selli & Helebek, 2011).

Ketones such as -(-)carvone were found in Blood-of-Mombuca orange, round kumquat, and Sicilian lemon, representing below 0.02% of total peak area of the volatile fraction of those citrus peel flours. Biogenetically, ketone components are derived from alcohol through oxidation reactions catalyzed by different enzymes, which exert dehydrogenase activity, and have a relevant contribution to the taste and fragrance of the essential citrus fruit oils (Wang *et al*., 2020).



	BO1	BO2	LO1	LO2	VO1	VO2	BMO1	BMO2	IT1	IT2	RK1	RK2	OK1	OK2	PL1	PL2	TL1	TL2	SL1	SL2
Monoterpenes	94.6	80.4	95.0	89.5	92.0	76.6	86.2	76.2	96.7	90.8	92.5	83.2	91.7	91.9	82.6	60.2	73.0	59.3	82.4	47.8
Sesquiterpenes	2.1	6.5	1.8	0.9	1.3	2.4	4.8	4.5	1.1	4.7	5.6	11.9	7.0	5.0	4.7	13.1	16.5	16.6	7.2	24.8
Aldehydes	1.4	8.3	1.6	3.1	2.0	9.4	4.0	10.9	0.5	2.4	0.6	1.8	0.2	0.5	5.8	11.5	1.6	10.0	4.4	16.1
Mon. Alcohols	1.9	3.7	1.6	6.4	4.6	11.4	4.9	8.2	1.7	2.0	0.4	1.2	0.5	1.1	6.3	11.8	4.1	6.3	1.4	7.9
Esters	0.1	0.9	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2	0.0	0.1	0.9	1.8	0.6	1.5	0.5	3.3	4.8	7.7	2.0	3.2
Ketones	0.0	0.2	0.0	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0	0.1	0.0	0.2	0.0	0.1	0.0	0.1	0.0	0.1	0.0	0.2

Fig. 2. Relative peak area (%) of volatile compounds in Brazilian citrus fruit peel flours, grouped into chemical classes. BO: Baia orange; LO: Lima orange; VO: Valencia orange; BMO: Blood-of-Mombuca orange; IT: Italian tangerine; RK: Round kumquat; OK: Oval kumquat; PL: Persian lime; TL: Tahiti acid lime; SL: Sicilian lemon. 1: Sample 1; 2: Sample 2.

Heat maps were built based on the presence/absence and the relative percentages of peak area of each compound identified (they are presented as supplementary material). To verify the similarity between S1 and S2 volatolomic profiles, the Baker gamma correlation coefficient, which is a measure of association (similarity) between two hierarchical cluster trees

(dendrograms), was applied. The higher the correlation coefficient (or entanglement value) between 0 and 1, the greater is the alignment of the samples. Considering the volatolomic approach of each sample, the Baker correlation coefficient of 0.883 was observed (Fig. 3), indicating high similarity. Although S1 and S2 of some fruits were not placed in parallel like Sicilian and Tahiti, they were always in close positions given the similarity in their volatile profiles. This was the case with Blood-of-Mombuca orange and kumquats. Although samples were picked from the same trees, qualitative and quantitative variations commonly occur with volatile compounds, and other secondary metabolites (Zhang *et al*., 2017). To give a more specific example, in Blood-of-Mombuca orange, three compounds were exclusively detected in S1, 3-carene, α-phellandrene, and dodecanal, the latter two considered to be impact compounds, while in S2, six compounds were exclusive, among them caryophyllene, α-bergamotene, and germacrene D, also considered to be impact compounds. In round kumquat, four compounds were detected exclusively in S1: 3-carene, cis-β-farnesene, cis-muurola-4(15),5-diene and γ-cadinene, and five compounds were exclusive in S2: decyl alcohol, α-selinene, safranal, perilla aldehyde, and -(-)carvone, the two latest being considered as impactful for the aroma. In oval kumquat, eight compounds were exclusively present in S1 and six in S2, like y-terpinene, citronellyl acetate, and -(-)carvone, for example, all impact compounds (Zhang *et al*., 2017; Cano-Lamadrid *et al*., 2018; González-Mas *et al*., 2019). All remaining compounds were detected in both S1 and S2. Several factors may be responsible for such variation which is normal, such as age of plant, fertilization and other agronomic techniques, season of fruit harvest, microclimate, and storage time (Giuffré & Nobile, 2020). Differences have also been reported in other studies when analyzing citrus oil (Zhang *et al*., 2017; Giuffré & Nobile, 2020). In the present study, variations were mainly caused by climatic, physiological, and microclimate reasons, especially in São Paulo, where the fruits were not necessarily from the same trees as in Rio Grande do Sul.

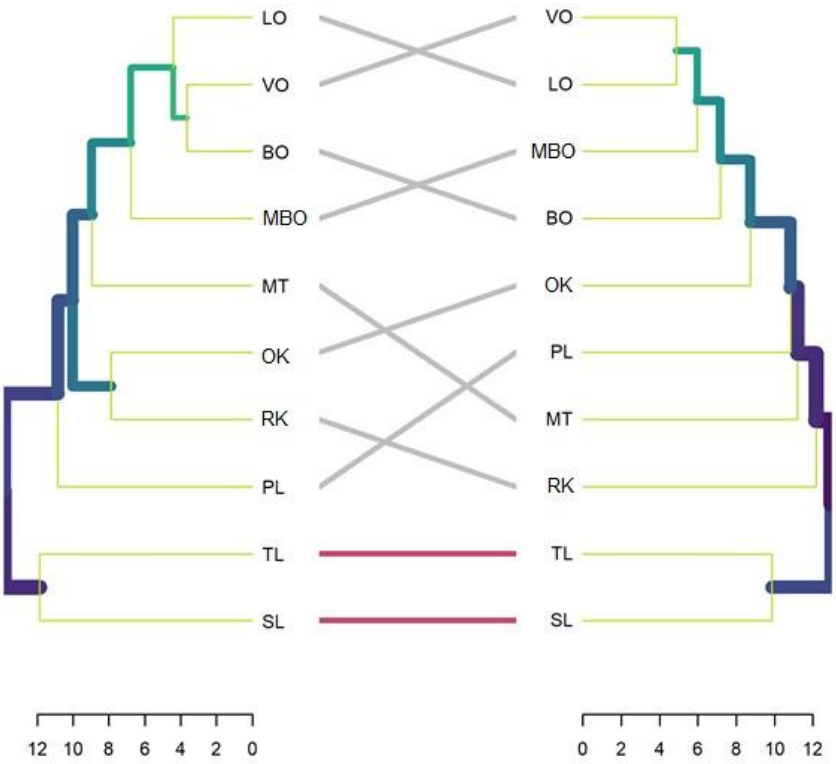


Fig. 3. Entanglement between the dendrograms resulting from the hierarchical clustering (AHC) based on the volatile compositions of peel flours from ten different citrus for S1 (left) and S2 (right), with lines connecting the same observations in the two dendrograms. VO: Valencia orange; BO: Baia orange; LO: Lima orange; BMO: Blood-of-Mombuca orange; OK: Oval kumquat; RK: Round kumquat; PL: Persian lime; IT: Italian tangerine; TL: Tahiti acid lime; SL: Sicilian lemon.

Fig. 4 shows the cluster plots grouping compounds per type of fruit, considering both S1 and S2. First, the dissimilarity values were computed with the two available distances ("euclidean" and "manhattan") and then values were compared for the clustering method tested. Calculations of several descriptive measures for dendrograms were carried out, such as agglomerative coefficient, normalized tree balance, cophenetic correlation coefficient, normalized mean absolute error, and space distortion ratio. Considering the results obtained for Euclidean distance, and the average linkage clustering method, the ideal number of clusters was established through the Hubert index. More than 30 indices have been published in the literature (Desgraupes, 2017) for finding the right number of clusters in a dataset. In the present study, considering the data characteristics, 18 indices were used and the optimum number of clusters was determined. According to the majority rule, the best number of clusters for the types of

citrus was 2 (Fig. 4A) and, for the volatile compounds, 10 (Fig. 4B). In Fig. 4A the cluster plots demonstrate the distance between volatile compounds in the samples. In S1, the first dimension (Dim1) explained 36.4% of the variation, and the second (Dim2), 17.7%. A similar pattern was observed in S2, with comparable samples distribution. Although the first two dimensions explained only 54.1% and 48.7% of the variance in S1 and S2, respectively, the different types of citrus could be clearly distinguished. Sicilian lemon (SL) and Tahiti acid lime (TL) (green cluster) showed very similar volatile profiles, and therefore they were clustered together, with great distance from other citrus flours (pink cluster). In the pink cluster, oranges were grouped together; also, a clear distinction was established among oranges, kumquats, Persian lime, and tangerines. The distribution of volatile compounds in the analyzed samples represented by the ideal number of projected clusters is shown in Fig. 4B. The first two dimensions explained only 49.1% and 45.8% of the variance in S1 and S2, respectively.

Results indicate that although citrus aromas are similar as they share many impact compounds (Xiao *et al*., 2015; Zhang *et al*., 2017; Cano-Lamadrid *et al*., 2018; Zhang *et al*., 2019), volatile profiles were often species/cultivar specific. Therefore, each species or cultivar has unique aromatic traits, making it possible to differentiate their aroma even though differences are sometimes subtle and difficult to be identified by the human nose. Studies have previously shown that classification based on the volatile profile of citrus oil is indeed reliable and can be used to help distinguishing citrus fruit species (Jing *et al*., 2015; Zhang *et al*., 2017).

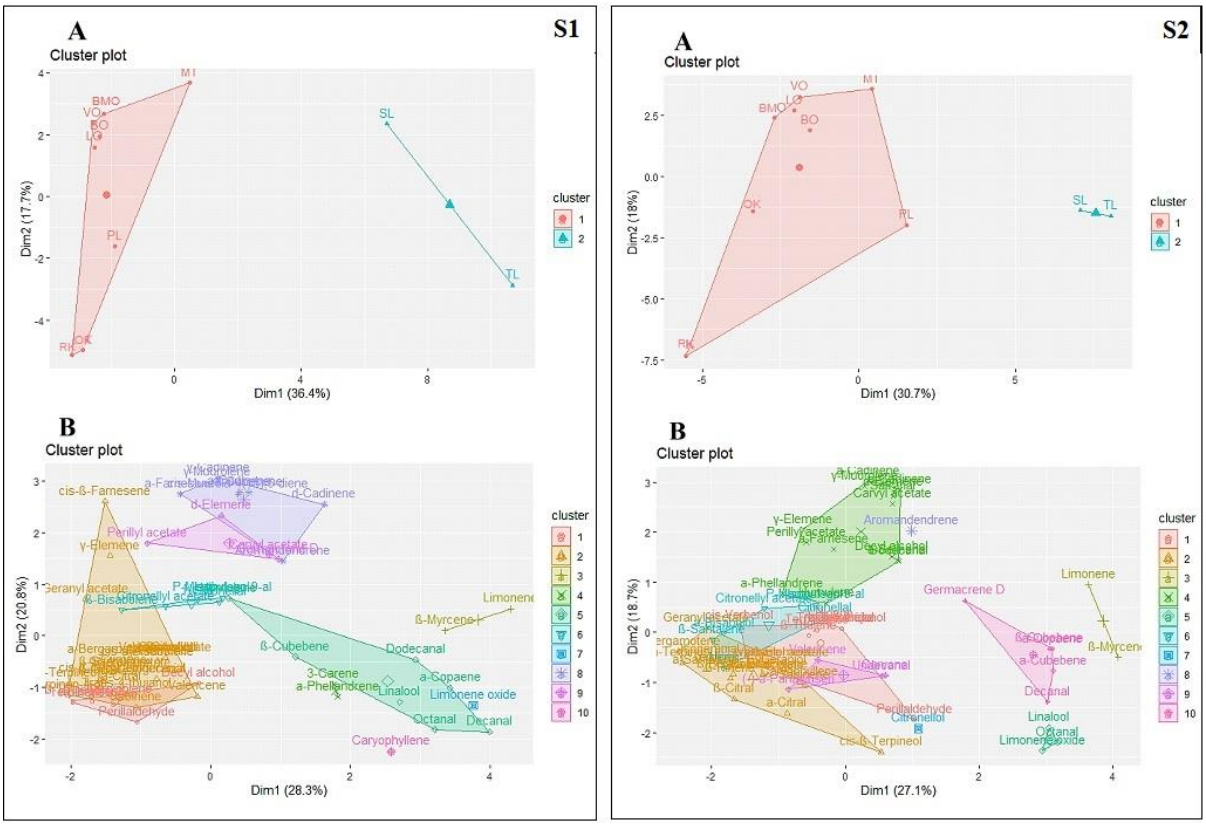


Fig. 4. Cluster plots (A) grouping of ten citrus peel flours by volatile profile similarity. BO: Baia orange; LO: Lima orange; VO: Valencia orange; BMO: Blood-of-Mombuca orange; IT: Italian tangerine; RK: Round kumquat; OK: Oval kumquat; PL: Persian lime; TL: Tahiti acid lime; SL: Sicilian lemon. Cluster plots (B) grouping considering characteristic volatile profile of ten citrus flour. List of compounds clustered for S1 and S2 For S1, Cluster 1: decyl alcohol, terpinolene, α-pinene, perillaldeyde, terpinene, β-thujene, γ-terpinene; Cluster 2: terpinen-4-ol, α-terpineol, cis-β-terpineol, β-citral, β-pinene, α-citral, trans-4-thujanol, β-santalene, nerol acetate, o-cymene, α-bergamotene, undecanal, isogeranial, β-elemene, cis-α-bisabolene, geranyl acetate, sabinene, γ-elemene, cis-β-farnesene, verbenol acetate,valencene; Cluster 3: limonene, β-myrcene; Cluster 4: 3-carene, α-phellandrene; Cluster 5: decanal, octanal, α-copaene, linalol, dodecanal, β-cubebene, humulene; Cluster 6: p-menth-1-en-9-al, isopulegol, citronellal, nerol, citronellyl acetate, β-bisabolene; Cluster 7: limonene oxide; Cluster 8: γ-cadinene, γ-muurolene, α-farnesene, α-cadinene, δ-cadinene, cis-muurola-4(15),5-diene, aromadrendene; Cluster 9: δ-elemene, perillyl acetate, carvyl acetate, germancrene D; Cluster 10: caryophyllene. For S2: Cluster 1: cis-verbenol, isoascaridiol, trans-4-thujanol, terpinolene, α-pinene, perillaldeyde, β-thujene, γ-terpinene; Cluster 2: caryophyllene, sabinene, verbenol acetate, geraniol, β-bisabolene, cis-β-terpineol, terpinen-4-ol, α-terpineol, cis-β-terpineol, β-citral, β-pinene, α-citral, nerol acetate, α-bergamotene, isogeranial, β-elemene, cis-α-bisabolene, geranyl acetate, α-santalene; Cluster 3: limonene, β-myrcene; Cluster 4: humulene, γ-elemene, perillyl acetate, α-cadinene, α-farnesene, carvyl acetate, safranal, γ-muurolene, δ-elemene, δ-cadinene, α-selinene, decyl alcohol, dodecanal, α-phellandrene; Cluster 5: octanal, linalol, limonene oxide; Cluster 6: p-menth-1-en-9-al, isopulegol, citronellal, citronellyl acetate, α-bisabolol, β-santalene, nerol; Cluster 7: citronellol; Cluster 8: aromadrendene; Cluster 9: undecanal, (-)-carvone, valencene, (-)-α-panasinsen; Cluster 10: germancrene D, α-cubebene, decanal, α-copaene, β-cubebene.

3.3 *Specific volatile compounds and their contribution to total volatile profile*

Despite the fact that a total of 69 compounds were detected in the different citrus peel flours, 26 compounds represented about 93.9-99.3% of the total areas of chromatograms (Table 3). Limonene, β-myrcene, linalool, α-pinene, and valencene are impact compounds and their

aroma attributes are listed in Table 2. These compounds were detected in all citrus flours, except for valencene, which was not identified in Persian lime, agreeing with Zhang *et al*., 2017 and Zhang *et al*., 2019 when evaluating volatile compounds in Persian Lime peel oil.

Limonene was the most relevant terpenic compound, especially in oranges, accounting in Baia oranges for 75 and 91% of the total chromatogram peak area in S1 and S2, respectively; 79 and 92% in Lima oranges; 70 and 88% in Valencia oranges; 70 and 79% in Blood-of-Mombuca oranges; 89 and 78% in round kumquats; 87 and 85% in oval kumquat; 57 and 80% in Persian lime, and 58 and 68% in Italian tangerine. However, it was less relevant in Sicilian lemon, with 51 and 28% of total peak area and in Tahiti acid lime, with 42-38% (Table 3). These results are in accordance with reports for different citrus fruits oil in which limonene was responsible for 31-95% of total peak area of volatile fraction (Jing *et al*., 2015; Chen *et al*., 2014, Palazzolo *et al*., 2013, Gioffrè *et al*., 2020). According to Rowshan & Najafian (2015), one of the factors that influence the variation of limonene percentage in citrus species is the ripening stage, which alters the volatile composition in general. In the case of oranges, the percentage increases with maturation.

It is noteworthy mentioning that, in citrus peel flours, the concentration of volatiles present in the oil is diluted by the presence of the albedo and that a high proportion or concentration of a compound is not always related to a high contribution to the aroma, as compounds with extremely low odor thresholds can be the main odorants, playing a significant role in the overall aroma of the product even when present in very low concentrations (Jelén & Gracka, 2016). Moreover, given the occurrence of interaction between the compounds, there is a limited understanding of how these factors interrelate to determine the actual resulting flavor (Ryan *et al*., 2008; El Hadi *et al*., 2013).

Table 3. Relative (percent) area of the main volatile compounds in peel flours from citrus fruits grown in Brazil

SAMPLES	BO		LO		VO		BMO		IT		RK		OK		PL		TL		SL	
	S1	S2	S1	S2	S1	S2	S1	S2	S1	S2	S1	S2	S1	S2	S1	S2	S1	S2	S1	S2
Compounds	% área																			
limonene*	91.13	75.24	91.59	79.33	88.54	70.12	79.45	69.58	68.14	58.09	88.80	78.19	88.71	85.48	79.95	57.24	42.21	38.29	50.82	27.72
β-myrcene*	2.37	4.22	2.53	8.87	2.28	5.26	2.62	3.13	2.75	3.08	2.88	3.81	2.20	5.33	1.77	1.89	0.99	0.51	1.17	0.92
α-pinene*	0.25	0.24	0.35	0.49	0.30	0.26	0.37	0.36	1.01	4.74	0.25	0.54	0.33	0.61	0.18	0.12	0.64	1.27	0.67	0.20
linalool*	1.86	2.88	1.33	5.63	4.45	9.85	4.85	7.65	0.42	0.28	0.39	0.84	0.21	0.27	4.77	7.04	0.88	0.46	0.74	0.32
sabinene*	0.25	0.36	0.23	0.24	0.26	0.29	0.51	0.50	0.16	0.13	-	-	0.16	0.32	0.44	0.20	0.75	1.54	1.05	0.41
terpinolene*	0.20	0.32	0.08	0.25	0.07	0.44	-	-	1.33	5.36	0.14	0.53	0.09	0.13	0.09	0.68	0.32	0.22	0.93	1.05
valencene*	1.28	3.28	1.24	0.14	0.26	0.25	2.60	0.43	0.15	0.07	0.31	1.11	0.52	0.58	-	-	4.88	2.28	2.16	1.84
d-cadinene	0.16	0.21	0.16	0.11	0.28	0.30	0.22	0.35	0.06	0.76	0.75	1.61	0.64	1.53	0.26	0.72	-	-	-	0.07
citronellal*	0.08	0.66	0.07	0.43	0.08	0.88	0.09	0.85	0.07	0.33	-	-	-	-	5.56	10.74	0.10	0.32	0.24	0.53
γ-terpinene*	0.07	0.07	0.05	0.26	0.05	0.16	3.02	2.73	22.41	18.08	-	-	-	-	0.18	0.13	20.67	9.23	18.16	11.47
β-citral	-	0.30	-	0.12	-	1.49	0.25	1.76	0.13	1.37	-	-	0.09	0.12	0.14	0.24	0.52	5.32	1.35	5.90
decanal*	0.97	6.46	1.24	1.86	1.36	2.40	2.35	7.17	-	-	0.29	1.02	0.12	0.26	-	-	-	-	0.34	0.14
α-farnesene*	0.10	0.21	-	-	0.07	0.16	0.17	0.38	0.57	0.78	0.97	3.34	-	-	1.03	1.72	-	-	-	-
α-citral	-	0.35	-	0.23	0.07	3.58	0.15	1.44	-	0.07	-	-	-	-	-	0.36	0.82	3.83	2.11	9.17
γ-elemene	-	0.08	-	-	-	-	-	-	-	0.38	0.23	1.63	0.14	0.31	0.09	0.45	0.36	0.41	0.09	0.33
nerol acetate*	0.06	0.47	-	0.07	0.13	0.12	0.13	0.16	-	-	-	-	-	-	-	-	3.27	5.24	1.09	1.11
geranyl acetate*	-	0.24	-	-	-	-	-	-	-	0.11	0.30	0.26	0.53	0.58	-	-	1.01	2.07	0.67	1.01
nerol	-	0.55	-	0.31	-	0.60	-	0.53	-	0.15	-	-	-	-	0.66	2.99	0.14	2.28	-	2.20
α-bergamotene*	-	-	-	-	-	0.17	-	-	-	-	-	-	0.16	0.32	1.24	7.93	8.33	8.66	3.12	8.58
α-terpineol*	-	-	-	-	-	-	-	-	0.76	1.44	-	-	-	-	0.41	1.10	2.37	2.87	2.83	2.20
β-bisabolene*	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.35	-	1.27	0.99	0.14	3.32	1.26	8.20
caryophyllene*	0.24	1.07	-	-	0.12	-	0.12	0.27	0.23	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4.18
β-pinene*	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	4.79	8.06	7.48	5.97
geraniol*	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2.60
Total % area	**99.02**	**97.21**	**98.87**	**98.34**	**98.32**	**96.33**	**96.78**	**96.14**	**98.23**	**95.45**	**95.34**	**92.88**	**94.25**	**95.84**	**98.04**	**94.54**	**93.19**	**96.18**	**96.28**	**96.12**

Note: BO: Baia orange; LO: Lima orange; VO: Valencia orange; BMO: Blood-of-Mombuca orange; IT: Italian tangerine; RK: Round kumquat; OK: Oval kumquat; PL: Persian lime; TL: Tahiti acid lime; SL: Sicilian lemon. *Impact compounds by González-Mas *et al*. 2019; Zhang *et al*., 2019; Cano-Lamadrid *et al*., 2018; Zhang *et al*., 2017, Xiao *et al*., 2015; (%) Percentage of peaks identified in chromatograms. S1: Sample 1; S2: Sample 2.

Linalool was by far the most relevant monoterpene alcohol, which agrees with Wang *et al.,* 2020. Its characteristic aroma can be specially noted in Valencia (4.4 and 9.8% in S1 and S2, respectively) and Blood-of-Mombuca oranges (4.9 and 7.6% respectively). β-myrcene was also important in terms of relative peak area, especially in Lima orange (2.5 and 8.9%), in oval kumquat (2.2 and 5.3%) and round kumquat 3.8%. α-pinene was more relevant in Italian tangerine (1.0 and 4.7%) and in the other samples it represented less than 1% of the total chromatogram peak area.

As shown in table 3, γ-terpinene is particularly important in terms of total chromatogram peak area for Italian tangerine (22.4 and 18.1% in S1 and S2, respectively), Tahiti acid lime (20.6 and 9.2%) and Sicilian lemon (18.2 and 11.5%). It is worth noting that some compounds that have been identified only in more acidic fruit peels such as Sicilian, Tahiti, and Persian lime, seem to be specific compounds that characterize these species (Table 2), although some of them can be found sporadically in other citrus species. This is the case with β-pinene, *o*-cymene in Sicilian and Tahiti, geraniol in Sicilian, isopulegol, and *p*-menth-1-en-9-al in Persian lime and α-bisabolol, α-santalene, β-santalene, and isogeranial in Sicilian, Tahiti, and in Persian lime. These findings are in agreement with previous studies (Cannon *et al*., 2015; Zhang *et al*., 2017).

Compounds such as caryophyllene, γ-terpinene, α-phellandrene, limonene oxide, and germacrene D are also found in citrus fruits peels in general (Zhang *et al*., 2019), and they were identified in most orange samples. Non-terpenic compounds such octanal, citronellal, decanal, nerol, and geranyl acetate rarely represent more than 1% of the total volatile composition, but it has been reported that they can have a major impact on the aroma perception (Liu *et al*., 2019), which may, nevertheless, become unpleasant depending on the concentration.

4. Conclusions

In the present study, 69 volatile compounds were identified in the peel flours of 10 types of citrus fruits commonly grown and marketed in Brazil, using a volatolomic approach. Excluding some minor compounds that may or may not appear in different cultivars, it is possible to say that the variety and percentage of volatile compounds in peel flours showed singular patterns that may characterize specific cultivars and represent volatolomic signatures. Some characteristic compounds observed in the different cultivars were β-pinene, o-cymene in Sicilian and Tahiti, geraniol in Sicilian, isopulegol and *p*-menth-1-en-9-al in Persian lime, safranal, and carvyl acetate in kumquats, among others. More samples of these citruses should be evaluated in order to confirm such specificity. Given the occurrence of interaction between the compounds, how these factors interrelate to determine the actual resulting flavor should be studied.

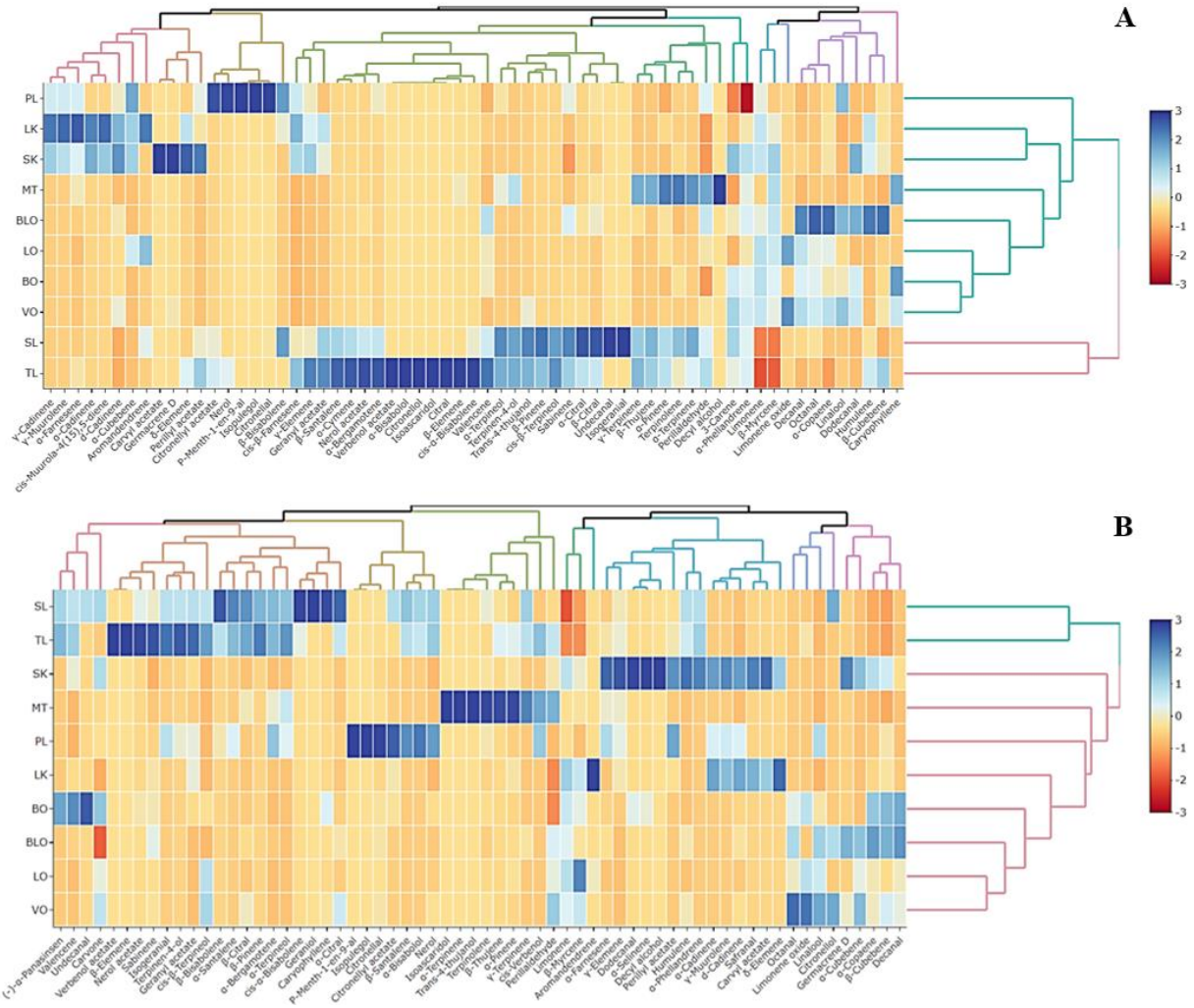
While extracting oil from plant sources is not a simple task, obtaining the flour can be done easily, with types of equipment that exist in most homes, such as a conventional oven, microwave (or sun-drying), blender, and sieve. Therefore, in warm climate countries where pesticide-free citrus fruits are produced in many homes, these flours can be homemade and applied to different food preparations. However, it is worth noting that citrus peel drying should be done carefully for all food applications to avoid microbial contamination and production of toxins. Considering that the consumption of organic foods has been increasing considerably worldwide, there is a great potential for organic citrus peel flour production in industry as well. The variety of volatile profiles and specific volatolomic signature in these peels can be explored for different applications that may contribute to food flavoring, preservation and good health. These aspects should be thoroughly investigated in future studies.

Funding: This work was supported by Carlos Chagas Filho Foundation for Research Support of the State of Rio de Janeiro - FAPERJ, Brazil (Grant number E-26/203328/2017); Mahato (NORTE-01-0145-FEDER-000041), and by European Regional Development Fund (ERDF), through the NORTE 2020 (Programa Operacional Regional do Norte 2014/2020). Zita Martins acknowledges PTDC/OCE-ETA/32567/2017 for her research contract.

Conflict of interest: The authors declare no conflict of interest.

CRediT author statement

Ângela Galvan-Lima: formal analysis, writing original draft, reviewing and editing; Sara C. Cunha: methodology, formal analysis, validation. Zita E. Martins: formal analysis; Antonio G. Soares: formal analysis; Isabel M.P.L.V.O. Ferreira: funding acquisition, supervision, reviewing and editing. Adriana Farah: conceptualization, funding acquisition, supervision, writing, reviewing and editing.



Supplementary material. Heat-map generated from hierarchical cluster analysis (HCA) based on intensity patterns of volatiles in the peels of 10 citrus analyzed. The blue color represents large percentage of the chromatogram peak areas, while the red color represents low percentage. Heat map A: Sample 1; Heat map B: Sample 2. BO: Baia orange; LO: Lima orange; VO: Valencia orange; BMO: Bloof-of-Mombuca orange; IT: Italian tangerine; RK: Round kumquat; OK: Oval kumquat; PL: Persian lime; TL: Tahiti acid lime; SL: Sicilian lemon.