

## COMPOSIÇÃO EM ÁCIDOS GRAXOS DE ÓLEO DE CAFÉ: COMPARAÇÃO DE MÉTODOS DE ESTERIFICAÇÃO\*

L. E. GUTIERREZ\*\*

### RESUMO

Óleo de grãos de café verde (*Coffea arabica* L.) variedade Mundo Novo, foi extraído com éter de petróleo e analisado quanto a composição em ácidos graxos. Foram utilizados três métodos de esterificação e os resultados analisados estatisticamente. Não foram observadas diferenças significativas entre os métodos de LUDDY et alii (1969) e da A.O.A.C. (1965). O método que utilizou a saponificação prévia apresentou diferença significativa no teor de linoléico em relação ao método A.O.A.C. (1965).

### INTRODUÇÃO

Com o desenvolvimento da técnica de cromatografia em fase gasosa, a análise de ácidos graxos presentes em extratos de plantas e de animais por este processo, é considerada rápida e eficiente. Entretanto, a aplicação da cromatografia em fase gasosa para análise de ácidos graxos provocou a necessidade de um método rápido e quantitativo de esterificação dos ácidos graxos a fim de obter os ésteres metílicos.

Vários métodos foram citados para esterificação de ácidos graxos. Assim, LUDDY et alii (1960) citaram o método que utiliza a solução metanólica de metóxido de sódio. VORBECK et alii (1961) descreveram a utilização de diazometano, solução metanólica de ácido clorídico e solução de trifluoreto de boro.

Contudo, pouco tem sido estudado sobre a comparação de métodos de esterificação na determinação de ácidos graxos de óleo de café.

FONSECA e GUTIERREZ (1971) e FONSECA et alii (1975) utilizaram o método de LUDDY et alii (1960) em análises de ácidos graxos de óleo de café.

---

\* Entregue para publicação em 26/4/1976.

\*\* Departamento de Química, E.S.A. "Luiz de Queiroz".

O objetivo do presente trabalho é o de comparar três processos de obtenção de ésteres metílicos de ácidos graxos de óleo de café.

## MATERIAL E MÉTODOS

O óleo foi extraído de grãos de café verde (*coffea arabica* L.), colhidos em julho de 1974 e eram de café de terreiro, variedade Mundo Novo.

A extração foi realizada em aparelho de Soxhlet utilizando éter de petróleo 30-60° como solvente em extração contínua de 20 horas. Os grãos foram previamente triturados até textura de 20-30 "Mesh".

Os seguintes métodos de esterificação foram empregados:

*Método 1:* descrito por LUDDY et alii (1960) que emprega metóxido de sódio.

*Método 2:* descrito pela A.O.A.C. (1965) que emprega ácido sulfúrico e metanol em refluxo por 2 horas.

*Método 3:* o óleo foi saponificado segundo ELOVSON (1964) e ácidos graxos totais foram obtidos e esterificados segundo procedimento da A.O.A.C. (1965) para ácidos graxos livres.

Para análise estatística o delineamento inteiramente casualizado PIMENTEL GOMES, 1970), com 5 repetições, foi utilizado. Para comparação das médias, os testes F e Tukey foram adotados e ao nível de 5% de probabilidade.

A cromatografia em fase gasosa foi utilizada na análise dos ácidos graxos e as condições da análise foram as seguintes:

- cromatógrafo CG-17, com detetor de ionização de chama.
- coluna com 2 metros de comprimento e diâmetro interno de 3/16" dietileno glico succinato a 18% como fase estacionário sobre Gas Chrom P A/W DMCS.
- temperatura da coluna: 190°C.
- temperatura do detetor: 240°C.
- temperatura do vaporizador: 230°C.
- fluxo de gás de arraste, nitrogênio, 55 ml/min.
- os ácidos graxos foram identificados por comparação com padrões de ácidos graxos puros.
- as áreas dos picos foram calculados por triangulação e para análise estatística, os resultados foram transformados e marcoseno  $\sqrt{\%}$  FISHER e JATES, 1971).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores obtidos na análise cromatográfica dos ácidos graxos, utilizando três métodos de esterificação, são apresentados no Quadro 1.

Cada valor representa a média de 5 repetições.

Como pode ser visto no Quadro 1, as composições em ácidos graxos de óleo de café segundo os métodos de LUDDY et alii (1960) e da A.O.A.C. (1965) não diferiram significativamente. O método que emprega a saponificação do material lipídico apresentou diferença significativa para o ácido linolêico apenas em relação ao método da A.O.A.C. (1965).

QUADRO 1 — Ácidos graxos de óleo de café utilizando três métodos de esterificação. (Expressos em % em peso sobre o total de ácidos graxos).

Ácidos graxos (2)	Métodos de Esterificação			C.V.
	1	2	3	
14:0	0,15	0,17	0,11	33,33
16:0	32,22	31,85	34,71	4,48
18:0	8,75	9,18	9,77	4,03
20:0	4,28	3,91	4,19	5,51
18:1	10,58	10,00	10,89	4,60
18:2	41,56ab	42,80b	38,67a	3,07
18:3	2,36	2,09	1,62	16,98

(1) Detalhes dos métodos estão citados na secção Material e Métodos.

(2) Número de átomos de carbono: número de duplas ligações.

a, b — Dentro da linha, médias seguidas de letras iguais não diferem significativamente ao nível de 5% de probabilidade.

Possivelmente a saponificação empregada causou perda de ácido linolêico e linolênico e conseqüentemente aumento nas percentagens dos demais ácidos graxos.

No quadro 2, observamos a composição em ácidos graxos de óleo de café segundo alguns autores, entretanto, nesses trabalhos os autores não fizeram referências ao método de esterificação empregados, porém,

QUADRO 2 — Composição em ácidos graxos de óleo de café segundo alguns autores.

Ácidos graxos	ECKEY (1964)	HARTMAN et alii (1968)	TANGO (1971)
14:0	3,10	0,06 — 0,14	0,14
16:0	28,20	35,44 — 41,35	35,47
18:0	12,70	7,53 — 10,60	8,37
20:0	2,90	4,28 — 6,43	3,04
22:0	—	—	0,17
18:1	17,30	8,07 — 9,58	9,35
18:2	35,80	36,64 — 43,08	41,88
18:3	—	—	1,64

os resultados estão citados em % sobre o total de ácidos graxos. Os valores citados no presente trabalho estão de acordo com os dados apresentados por HARTMAN et alii (1968) e TANGO (1971).

Os dados apresentados nos Quadros 1 e 2 mostram a alta percentagem de ácidos graxos saturados do óleo de café, variando de 45 a 50%, valores superiores aos dos óleos comestíveis determinados por FONSECA e GUTIERREZ (1975).

#### SUMMARY

#### FATTY ACID COMPOSITION OF COFFEE OIL: COMPARISON OF METHYL ESTERS PREPARATION

Green bean coffee (*Coffea arabica* L., cv. Mundo Novo) was treated with petroleum and oil was analysed in relation to fatty acid composition. Three methods of esterification were used and the results statistically analysed. Significant differences were not observed between methods of LUDDY et alii (1960) and A.O.A.C. (1965). The method with previous saponification showed significant difference only to linoleic acid when was compared with A.O.A.C. method.

#### LITERATURA CITADA

A.O.A.C. 1965. ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS' — Official methods of analysis. 10<sup>th</sup> ed. Washington, D.C.

- ECKEY, E.W. 1964 — *Vegetables Fats and Oils*: Reinhold Publishing Co. New York. 1<sup>st</sup> ed.
- ELOVSON, J. 1964 — Metabolism of some monohydroxys stearic acids in the intact rat. *Biochim. Biophys. Acta.* **84**: 275-284.
- FISHER, R.A. and F. YATES. 1971 — *Tabelas Estatísticas para Biologia, Medicina e Agricultura*. Editora Universidade de São Paulo.
- FONSECA, H. e L.E. GUTIERREZ. 1971 — Estudo do teor e composição do óleo de algumas variedades de café (*Coffea arabica* L.) *Anais da ESALQ*, **28**: 313-322.
- FONSECA, H., L.E. GUTIERREZ e A.A. TEIXEIRA. 1974 — Composição e propriedades da fração lipídica de grãos de cafés de bebidas Mole, Dura, Riada e Rio. *Anais da ESALQ*, **31**: 495-507.
- FONSECA, H. e L.E. GUTIERREZ. 1974 — Composição em ácidos graxos de óleos vegetais e gorduras animais. *Anais da ESALQ*, **31**: 485-490.
- HARTMANN, L.; R.C.A. LAGO; J.S. TANGO e C.G. TEIXEIRA. 1968 — O efeito da matéria insaponificável no comportamento do óleo de café. *Coletânea do Instituto de Tecnologia de Alimentos*, **2**: 61-71.
- LUDDY, F.E.; R.A. BARFORD and R.W. RIEMENSCHNEIDER. 1960 — Direct conversion of lipid components to their methyl esters. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **37**: 447-451.
- PIMENTEL GOMES, F. 1970 — *Curso de Estatística Experimental*. 4.<sup>a</sup> ed. E.S.A. "Luiz de Queiroz. Piracicaba.
- TANGO, J.S. 1971 — Utilização industrial do café e dos seus subprodutos. *Boletim do Instituto de Tecnologia de Alimentos*, **28**: 49-73.
- VORBECK, M.L.; L.R. MATTICK; F.A. LEE and C.S. PEDERSON — Preparation of methyl esters of fatty acids gas-liquid chromatography. *Anal. Chem.* **33**: 1512-1514.

