



UNIVERSIDADE DO SUL DE SANTA CATARINA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS AMBIENTAIS

**KENIA ALEXANDRA COSTA HERMANN**

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO OLÉO DA BORRA DO CAFÉ UTILIZANDO A  
TECNOLOGIA DO PLASMA FRIO COMO MÉTODO DE PRÉ EXTRAÇÃO**



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
CIÊNCIAS AMBIENTAIS  
UNISUL/PPGCA

Palhoça, 2020

**KENIA ALEXANDRA COSTA HERMANN**

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO OLÉO DA BORRA DO CAFÉ UTILIZANDO A  
TECNOLOGIA DO PLASMA FRIO COMO MÉTODO DE PRÉ EXTRAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa  
de Pós-Graduação em Ciências  
Ambientais, como quesito parcial à  
obtenção do título de Mestre em  
Ciências Ambientais

Orientador: Dra. Anelise Leal Vieira Cubas

Palhoça 2020



UNIVERSIDADE DO SUL DE SANTA CATARINA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS AMBIENTAIS

**ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO OLÉO DA BORRA DO CAFÉ UTILIZANDO A  
TECNOLOGIA DO PLASMA FRIO COMO MÉTODO DE PRÉ EXTRAÇÃO**

Kênia Alexandra Costa Hermann

Aprovada pela banca avaliadora de defesa de dissertação em dia do mês de ano

Nome do Orientador (orientador) Dra. Anelise Leal Vieira Cubas

Nome Banca (Universidade do Sul de Santa Catarina) Dra. Elisa Helena Siegel

Moecke

Nome Banca (UIO) Dra. Daniela Santos Coelho



PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS AMBIENTAIS –  
MESTRADO

ATA Nº07/2020 DE DEFESA PÚBLICA DE DISSERTAÇÃO POR  
VIDEOCONFERÊNCIA

Defesa PPGCA N°21

Aos trinta dias do mês de setembro do ano de dois mil e vinte, às catorze horas, na sala online da plataforma digital Zoom: <https://zoom.us/j/95799073953?pwd=RTFidWcvRm1ocGs0WEIzcVhJRXMwZz09>, realizou-se a sessão pública de apresentação e defesa de Dissertação de Mestrado de Kênia Alexandra Costa Hermann, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciências Ambientais, de acordo com o Regimento Interno do Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais – PPGCA/UNISUL. Reuniu-se por videoconferência a comissão avaliadora composta pelos seguintes membros: Dra. Anelise Leal Vieira Cubas, orientadora e presidente da banca; Dra. Daniela Sousa Coelho, avaliadora externa da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC); Dra. Elisa Helena Siegel Moecke, avaliadora interna do PPGCA para, sob a presidência da primeira, arguírem a mestranda Kênia Alexandra Costa Hermann, sobre sua Dissertação intitulada: “ANÁLISE DAS PROPRIEDADES DO OLÉO DA BORRA DO CAFÉ UTILIZANDO A TECNOLOGIA DO PLASMA FRIO COMO MÉTODO DE PRÉ EXTRAÇÃO”, área de concentração “Tecnologia, Ambiente e Sociedade” e linha de pesquisa “Tecnologia & Sociedade”. Após a apresentação, a mestranda foi arguida pelos membros da banca, tendo sido feitos os questionamentos e ouvidas às explicações a comissão avaliadora emitiu o conceito final:

- ) Aprovado  
 ) Aprovado condicionado  
 ) Reprovado

Observações: Aprovado com as correções sugeridas pela banca

---

Nada mais havendo a tratar, foram encerrados os trabalhos e, tendo sido lida e achada conforme, a presente ata foi assinada pela presidente da sessão, em nome dos avaliadores presentes por videoconferência, pela mestranda e pela secretária do PPGCA.

Dra. Anelise Leal Vieira Cubas  
Presidente da Sessão

Em nome da Comissão Avaliadora presente por videoconferência



*Kenia Alexandra Costa Hermann*

Kenia Alexandra Costa Hermann  
Mestranda do Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais

*Marceli Bugança*

---

Marceli Bugança  
Secretária do Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais

H47 Hermann, Kenia Alexandra Costa, 1972-  
Análise das propriedades do óleo da borra do café utilizando a tecnologia do plasma frio como método de pré extração / Kenia Alexandra Costa Hermann. – 2020.  
63 f. : il. color. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade do Sul de Santa Catarina, Pós-graduação em Ciências Ambientais.  
Orientação: Profª. Dra. Anelise Leal Vieira Cubas.

1. Borra de café - Reaproveitamento. 2. Sustentabilidade e meio ambiente. 3. Plasma (Gases ionizados). 4. Cosméticos. I. Cubas, Anelise Leal Vieira. II. Universidade do Sul de Santa Catarina. III. Título.

CDD (21. ed.) 663.93

Ficha catalográfica elaborada por Carolini da Rocha CRB 14/1215

## RESUMO

O café é uma das bebidas mais consumidas no mundo gerando grandes quantidades de resíduos sólidos, entre eles, a borra de café. Esses resíduos além de não apresentarem valor comercial, são descartados em aterros sanitários ou incinerados tendo efeitos negativos sobre o meio ambiente. A literatura relata que o óleo presente na borra de café contém altas concentrações de ácidos graxos poliinsaturados principalmente ácido linoléico, monoinsaturados como o ácido oléico e saturado como o ácido palmítico que apresentam excelentes propriedades emolientes, hidratantes e protegem a pele dos raios ultravioleta (UV). Neste sentido, esta dissertação teve o objetivo de apresentar a viabilidade da extração do óleo da borra de café utilizando a tecnologia do plasma não térmico (PNT) com possível aplicação em cosméticos, sendo que o plasma não térmico como método de pré-extração de óleo da borra do café, apresentou vantagens em relação a eficiência de extração e a melhoria de propriedades do óleo com alto poder de hidratação e menor grau de toxicidade. Ressalta-se também a valorização de um resíduo como a borra de café para produção de óleo, produto com alto valor agregado quando utilizado pela indústria cosmética associado a uma tecnologia limpa e sustentável que é o PNT. A pesquisa iniciou com uma revisão bibliográfica com objetivo de apresentar as propriedades presentes na borra do café e o possível uso em cosméticos, os resultados demonstraram que através da borra do café, é possível extrair um óleo com alto teor de ácidos graxos insaturados, dando-lhes propriedades emolientes quando incorporadas em formulações dermocosméticas, predominantemente o ácido linoleico, oléico e palmítico ácido graxo saturado. Partindo disto, foi feito um estudo experimental aplicando a tecnologia do plasma não térmico como método de pré-extração do óleo da borra do café e se comparou com um método já conhecido de pré-extração - ultrassom, nesse estudo foi observado que o uso da pré-extração com plasma demonstrou mais que o dobro do rendimento de extração em comparação somente com a extração Soxhlet. Além disso, aumentou o rendimento em cerca de 30% em relação ao ultrassom, e principalmente sem perder as propriedades do óleo. E para complementar a possibilidade do uso desse óleo da borra do café como cosmético foram realizados ensaios da síntese de colágeno, potencial de toxicidade e taxa de migração celular do óleo sendo que o óleo com pré extração de plasma se destacou demonstrando ser menos tóxico e com grande potencial de migração celular. Os resultados obtidos mostraram o potencial da tecnologia do plasma não térmico como método de pré-extração de óleo da borra do café, destacando vantagens em relação a eficiência de extração e a melhoria de propriedades do óleo para o possível uso na indústria cosmética como alto poder de hidratação e menor grau de toxicidade. Destaca-se também a valorização de um resíduo - borra de café para produção de óleo, produto com alto valor agregado quando utilizado pela indústria cosmética associado a uma tecnologia limpa e sustentável que é o PNT.

palavras-chave: borra de café, óleo, plasma não térmico, cosmético.

## ABSTRACT

Coffee is one of the most consumed beverages in the world, generating large amounts of solid waste, including coffee grounds. These residues, besides not having commercial value, are discarded in sanitary landfills or incinerated having negative effects on the environment. The literature reports that the oil present in the coffee grounds contains high concentrations of polyunsaturated fatty acids, mainly linoleic, oleic and palmitic acid, which have excellent emollient, moisturizing properties and protect the skin from ultraviolet (UV) rays. In this sense, this dissertation aimed to present the feasibility of extracting oil from coffee grounds using non-thermal plasma technology (PNT) with possible application in cosmetics. The research started with a bibliographic review in order to present the properties present in the coffee grounds and the possible use in cosmetics, the results showed that through the coffee grounds, it is possible to extract an oil with a high content of unsaturated fatty acids, giving emollient properties when incorporated into dermocosmetic formulations, predominantly linoleic, oleic and palmitic acid. Based on this, an experimental study was carried out using non-thermal plasma technology as a method of pre-extraction of coffee grounds oil and compared with an already known pre-extraction method - ultrasound, in this study it was observed that the use of Plasma extraction demonstrated more than twice the extraction yield compared to Soxhlet extraction alone. In addition, it increased the yield by about 30% compared to ultrasound, and especially without losing the oil's properties. And to complement the possibility of using this coffee grounds oil as a cosmetic, tests were carried out on the synthesis of collagen, potential for toxicity and the rate of cell migration of the oil extracted through the plasma, which stood out demonstrating to be less toxic and with great potential for cell migration. The results obtained showed the potential of non-thermal plasma technology as a method of pre-extracting oil from coffee grounds, highlighting advantages in relation to extraction efficiency and the improvement of oil properties for possible use in the cosmetic industry as high hydration power and lower degree of toxicity. Also noteworthy is the valorization of a residue - coffee grounds for oil production, a product with high added value when used by the cosmetic industry associated with a clean and sustainable technology which is the PNT.

Keywords: coffee grounds, oil, non-thermal plasma, cosmetic

## SUMARIO

RESUMO.....	7
ABSTRACT.....	8
INTRODUÇÃO GERAL.....	10
CAPÍTULO 1.....	12
CAPITULO 2.....	30
CAPÍTULO 3.....	48
CONCLUSÃO.....	62
REFERENCIAS.....	64

## INTRODUÇÃO GERAL

Este trabalho demonstra o estudo do óleo da borra do café utilizando a tecnologia do plasma não térmico (PNT) como método de pré extração. A dissertação é composta por uma introdução geral e 3 artigos apresentados como capítulos que forma elaborados de acordo com as normas vigentes das revistas científicas e por fim as considerações finais.

O café é a segunda mercadoria mais valiosa do mundo, depois do petróleo e seus derivados (TUCKER, 2011). Os grãos de café originários da fruta do café, servem para a preparação da bebida mais conhecida no mundo. O Brasil, além de maior produtor mundial é responsável por 30% no fornecimento do mercado internacional e ocupa a segunda posição entre os países consumidores da bebida de acordo com a Associação Brasileira da Indústria do Café (ABIC).

Diante desse cenário, tudo que envolve a indústria do café, do plantio ao consumo final, tem sido motivo de muitos estudos, desde o desenvolvimento de novas sementes para atender a diferentes paladares, até melhores formas de beneficiamento dos grãos, acondicionamento do pó e destino dos resíduos (COSCARELLI, 2012). O tratamento e o processamento do café produzem anualmente um grande volume de resíduos, o que contribui para a poluição ambiental, estima-se que a produção de café gera em média 6 milhões de toneladas de borra por ano no mundo (GETACHEW e CHUN, 2017).

O uso de resíduos para produção de novos materiais com alto valor agregado tem sido o desafio proposto pela economia circular, onde um resíduo de um processo produtivo pode servir de matéria prima para novos produtos, podendo ser no mesmo segmento ou não. O primeiro artigo apresenta uma revisão de literatura com o objetivo de investigar a composição da borra de café e sua possibilidade de uso como matéria prima na indústria cosmética, para tanto foi realizada uma revisão bibliográfica em 3 bases de dados, sendo composta por três etapas: coleta de dados, análise de dados e síntese dos resultados.

Este projeto está alinhado com os objetivos ao desenvolvimento sustentável no que se refere ao aproveitamento dos resíduos (ODS12) e também no que se refere a inovação (ODS9). Empregar ao processo de desenvolvimento e produção cosmética as políticas de sustentabilidade poderá contribuir para a conservação de recursos naturais, redução no impacto ambiental através do reaproveitamento do resíduo, bem como para a elaboração de produtos mais seguros e biodegradáveis. Além do reaproveitamento do resíduo da borra, o método de extração utilizando a tecnologia

limpa do plasma não térmico (PNT) foi a pergunta norteadora do segundo artigo, onde se analisou a aplicação do PNT como método de pré-extração de óleo da borra de café, a descarga de PNT permite a formação de espécies altamente reativas formadas durante a descarga de plasma, como as espécies de oxigênio e nitrogênio (O<sub>2</sub>, O<sub>3</sub>, OH, NO, NO<sub>2</sub>), juntamente com partículas carregadas e radiação ultravioleta (CUBAS et al. 2019), a hipótese que se levanta é se essas espécies podem interagir quimicamente com a membrana de endosperma das células moídas da borra do café facilitando a extração do óleo, para aumentar da eficiência de extração sem comprometer a qualidade dos compostos ativos desse óleo.

O terceiro estudo teve como objetivo principal estudar a possibilidade do uso desse óleo extraído pelo PNT para uso como cosmético, para tanto foram realizadas análises de toxicidade, síntese de colágeno e migração celular do óleo que passou pelo PNT comparando-o ao óleo que não passou pelo plasma. A hipótese que se levanta nesse terceiro estudo é se o óleo de café que passou pelo PNT vai influenciar nesses parâmetros - toxicidade, síntese de colágeno e migração celular e de que forma.

E por fim são apresentadas as considerações finais do trabalho de dissertação.

## CAPÍTULO 1

### **Avaliação do uso da borra de café para utilização em produtos cosméticos – artigo de revisão**

Hermann, K.A.C\*; Magnago, R.F; Biachet, R.T; Moecke, E.H.S; Cubas, A.L.V  
Evaluation of the use of coffee grounds for use in cosmetic products - review article

**DOI:** [10.21577/1984-6835.20190126](https://doi.org/10.21577/1984-6835.20190126)

**Abstract:** Coffee is one of the most consumed beverages in the world generating large amounts of solid waste known as coffee grounds. These residues, besides not having commercial value, are discarded in landfills, incinerated or burned and may have negative effects on the environment. Studies indicate that lint oil contains high concentrations of polyunsaturated fatty acids mainly linoleic and palmitic acid which has excellent emollient, moisturizing properties and protects the skin from ultraviolet ray. This study aimed to verify the use of coffee grounds for use in cosmetic products. It has been found that coffee grounds are an important source of bioactive compounds such as polyphenols, polysaccharides, amino acids, antioxidants and may be of great interest to the cosmetics industry, adding value to a residue available in large quantities.

**Keywords:** spent , coffee, grounds, cosmetics

**Resumo:** O café é uma das bebidas mais consumidas no mundo gerando grandes quantidades de resíduos sólidos conhecido como borra de café. Esses resíduos além de não apresentarem valor comercial, são descartados em aterros sanitários, incinerados ou queimados podendo ter efeitos negativos sobre o meio ambiente. Estudos indicam que o óleo da borra contém altas concentrações de ácidos graxos principalmente ácido linoléico que tem excelentes propriedades emolientes, hidratantes e protegem a pele do raio ultravioleta. Essa revisão teve como objetivo verificar o uso da borra de café para utilização em produtos cosméticos. Constatou-se que a borra de café é uma fonte importante de compostos bioativos como polifenóis, polissacarídeos, aminoácidos, antioxidantes podendo ser de grande interesse para as indústrias de cosméticos, agregando valor a um resíduo disponível em grandes quantidades.

**Palavras-chave:** borra de café, óleo de café, cosméticos

Universidade do Sul de Santa Catarina, Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais UNISUL – Pedra Branca, 88137-210, Palhoça-SC, Brazil  
[Kenia.hermann@gmail.com](mailto:Kenia.hermann@gmail.com)

## **CAPÍTULO 1**

### **AVALIAÇÃO DO USO DA BORRA DE CAFÉ PARA UTILIZAÇÃO EM PRODUTOS COSMÉTICOS – ARTIGO DE REVISÃO**

- 1. Introdução**
- 2. Metodologia**
  - 2.1. Análise Bibliométrica**
- 3. Referencial Teórico**
  - 3.1. Propriedades da borra do café**
  - 3.2. Ácido Linoleico**
  - 3.3. Antioxidantes**
  - 3.4. Cafeína**
- 4. Resultados**
- 5. Conclusão**

## 1. Introdução

O café é uma das bebidas mais consumidas no mundo e o Brasil além de maior produtor mundial, ocupa a segunda posição entre os países consumidores da bebida.<sup>1</sup>

Segundo a Organização Internacional do café – OIC - as exportações mundiais totalizaram 11,10 milhões de sacas em agosto de 2018, sendo 10,44 milhões em agosto de 2017 representando um crescimento de 1,6% em relação às exportações do mesmo período do ano cafeeiro passado, totalizando 112,52 milhões de sacas, ante 110,77 milhões.<sup>2</sup>

Esse consumo gera grandes quantidades de resíduos que não apresentam valor comercial, devido à presença de produtos como taninos e cafeína considerados antinutricionais para alimentação animal e quando em concentração acima de 2,5% são tóxicos para as plantas e microorganismos do solo<sup>3,4</sup>, sendo portanto descartados em aterros sanitários, incinerados ou queimados podendo ter efeitos negativos sobre o meio ambiente.<sup>5,6</sup>

A borra do café é um resíduo obtido após o tratamento de café com água quente ou vapor para extração de substâncias aromáticas. Para cada tonelada de café obtém-se 480 kg de borra.<sup>7</sup>

Segundo dados da Associação Brasileira da Indústria de Café – ABIC o consumo de café no Brasil registrou em 2017 um crescimento de 3,6% em relação a 2016, completando 21,99 milhões de sacas.<sup>8</sup> O consumo per capita também aumentou, passando a 5,1 kg/habitante.ano de café torrado e moído. A quantidade de resíduos de café é extremamente alta, sendo principalmente composta por cafés imaturos, defeituosos, cascas de café, e borra de café. Estes resíduos surgiram como potenciais candidatos para substituir os produtos químicos sintéticos como ingredientes ativos em formulações cosméticas e de cuidados com a pele, uma vez que são fonte de antioxidantes e polifenóis, entre eles a cafeína.<sup>9</sup>

A cafeína é considerada um poluente ambiental, estudos revelaram concentração de cafeína de até 7 – 73  $\mu\text{gL}^{-1}$  em afluentes e 0,03 – 9,5  $\mu\text{gL}^{-1}$  em efluentes de estações de tratamento de águas residuais, causando toxicidade em organismos aquáticos.<sup>10</sup>

O número de estudos sobre a utilização do resíduo da borra do café como material biodegradável de interesse nas indústrias farmacêutica, cosmética, alimentícia e de energia tem aumentado na última década.<sup>11</sup>

Pesquisas demonstraram que a borra do café apresenta em sua composição essencialmente, polissacarídeos, oligossacarídeos, lipídios, ácidos alifáticos,

aminoácidos, proteínas, alcalóides (por exemplo, cafeína, trigonelina) e fenólicos, minerais, lignina, melanoidinas e compostos voláteis.<sup>12-14</sup>

Pesquisadores tem avaliado os teores de óleo na borra de café e estudado alternativas para o reaproveitamento desse resíduo.<sup>15,16</sup> Estudos relataram a viabilidade do uso de óleo de café extraído da borra do café como matéria-prima para a produção de biodiesel com potencial de conversão de 98,5% por catálise enzimática, demonstrando a viabilidade dessa abordagem para processar óleo de café de baixa qualidade, no caso borras de café em biodiesel.<sup>16,17</sup>

O uso do óleo da borra de café na indústria cosmética parece ser uma abordagem adequada para reciclar e valorizar os resíduos do café na indústria. Além disso, o óleo de café apresenta características promissoras para a melhoria do desempenho da proteção solar de absorção de ultravioleta (UV) no caso a cafeína.<sup>5,11</sup>

Em 1988, a L'Oreal patenteou o uso do óleo de café como filtro solar, o que permitiu um escurecimento natural e ao mesmo tempo a proteção da pele contra a energia solar, radiação e desenvolvimento de queimaduras na pele.<sup>6</sup>

Apesar do uso do óleo da borra do café na produção de biodiesel ser uma alternativa viável, o mesmo acaba competindo com outros óleos vegetais usados para a produção de biodiesel de fácil acesso e que não necessitam da fase de extração, que envolve custos de energia, como o uso de óleo de fritura residual que também é um resíduo e pode ser utilizado direto na produção do biodiesel sem necessidade de processos de extração, resultando em menores custos de produção.<sup>16,17</sup>

Diante desse cenário, os custos com a extração do óleo da borra do café seriam melhores aplicados na geração de novos produtos com maior valor agregado, por exemplo fármacos e cosméticos.

Sendo que o óleo presente na borra apresenta compostos bioativos que são excelentes para a prevenção dos efeitos nocivos da radiação ultravioleta (UV) na pele devido à sua capacidade de agir como antioxidantes, agentes anti-inflamatórios e imunomoduladores, além de ácidos graxos entre eles, o ácido linoléico e palmítico que tem excelentes propriedades emolientes e hidratantes melhorando a saúde da pele.<sup>6</sup>

Estudos já comprovaram que o óleo do café verde extraído por prensagem a frio do café não torrado foi introduzido no mercado cosmético com grande impacto. O chamado óleo de café verde, tem sido estudado por sua atividade sobre a saúde da pele devido a sua expressiva ação antioxidante contra a peroxidação lipídica<sup>18-22</sup>

A literatura científica apresenta que a reutilização dos resíduos da borra para indústria de cosméticos, surgem como alternativa a substituição de produtos sintéticos, sendo que os ingredientes naturais tem atraído cada vez mais a atenção dos

consumidores que além de valorizarem a sustentabilidade também estão preocupados com a sua saúde.<sup>14,23</sup>

Diante desse contexto, tem-se por objetivo verificar o uso da borra de café para utilização em produtos cosméticos, para tanto foi realizada uma análise bibliométrica em 3 bases de dados.

## 2. Metodologia

A pesquisa baseou-se na identificação de referências de relevância nas bases de dados acadêmicas, acessadas via Portal periódico Capes. Para isso, foi utilizado análise bibliométrica para selecionar os artigos, que segundo Campbel et al.(2010) a análise bibliométrica é uma ferramenta apoiada cientificamente que permite através do uso de métodos estatísticos mapear informações de registros bibliográficos de documentos armazenados em bancos de dados.

Dentro desse processo, a análise permite identificar o ano de publicação, título, autores, objetivos, conceitos, metodologia, resultados e recomendações futuras em artigos selecionados no banco de dados.<sup>24</sup>

Após a seleção dos artigos a etapa posterior é análise integrativa do conteúdo, a análise integrativa tem como finalidade reunir e sintetizar resultados de pesquisas sobre um determinado tema ou questão, contribuindo para o aprofundamento do conhecimento do tema investigado.

### 2.1 Análise Bibliométrica

Para desenvolvimento dessa análise foi identificado o tema a ser analisado em seguida foram selecionadas as palavras chaves: spent , coffee, grounds e cosmetics para fundamentar a pesquisa, após foi elaborada a pergunta norteadora da pesquisa seguida da utilização das bases de dados utilizadas. O método utilizado para realizar a pesquisa bibliográfica foi composto por três etapas: coleta de dados, análise de dados e síntese dos resultados.Essas três etapas levaram aos procedimentos a seguir.

a) Critérios para escolhas e campos de banco de dados: Foram escolhidas as bases de dados para este estudo sendo, Web of Science, Scopus e ProQuest.

**Web of Science** - permite acesso a referências e resumos em todas as áreas do conhecimento. Por meio da Web of Science estão disponíveis ferramentas para análise de citações, referências, permitindo análises bibliométricas.

**Scopus** - foi escolhida para consulta devido ao seu maior banco de dados de resumos e citações da literatura revisada por pares: periódicos científicos, livros e anais de congressos.

**ProQuest** - Banco de Dados de Ciência e Engenharia de Materiais inclui os renomados bancos de dados da METADEX, Copper and Polymer Library e fornece títulos de textos completos de todo o mundo, incluindo publicações acadêmicas, revistas comerciais e industriais, revistas, relatórios técnicos, anais de congressos e publicações governamentais. Para aqueles pesquisadores que precisam conduzir revisões abrangentes de literatura, este banco de dados inclui recursos de A & I especializados e com curadoria editorial para a descoberta de pesquisas acadêmicas relevantes e literatura técnica crítica para a disciplina.

b) Critérios de inclusão ou exclusão: Os artigos selecionados continham um título, resumo ou a presença de palavras-chave referindo-se aos termos no corpo do texto, como (spent AND coffee AND grounds AND cosmetics). Os artigos estavam disponíveis com acesso ao texto completo por meio do portal periódicos da CAPES

c) Esta etapa envolveu a leitura de todos os artigos na íntegra, permitindo, mais uma filtragem para excluir os que não demonstraram aderência à temática sob investigação, eliminando algum documento que foi indicado na fase anterior por possuir algum termo na palavra-chave, ou no título, ou no resumo que não remetesse ao tema pesquisado.

### **3. Referencial teórico**

Esta seção apresenta o referencial teórico do estudo, que consistiu em uma revisão bibliográfica sobre as propriedades da borra do café relevantes para o uso em cosméticos e alguns cosméticos que já existem a partir do café.

#### **3.1 Propriedades da borra do café**

O uso do óleo da borra de café na indústria cosmética parece ser uma abordagem adequada para reciclar e valorizar os resíduos do café na indústria, o óleo a partir da borra do café apresenta propriedades ricas para o uso em cosméticos.

#### **3.2 Ácido Linoleico**

Através da borra do café é possível extrair um óleo com alto teor de ácidos graxos insaturados dando-lhes propriedades emolientes quando incorporadas em formulações dermocosméticas, predominantemente o ácido linoleico. Cremes

enriquecidos com ácido linoleico estão especialmente relacionados a redução do ressecamento e problemas de descamação, proporcionando maciez a pele e promovendo a regeneração da camada hidrolipídica.<sup>11</sup>

Na pele acneica é possível observar uma diminuição no conteúdo de ácido linoleico no sebo. Esta condição leva à obstrução de poros e, conseqüentemente formação de comedões. O uso de linoleico na pele oleosa resulta em melhora da atividade das glândulas sebáceas desobstruindo os poros e diminuindo os comedões.

### **3.3 Antioxidantes**

Os compostos fenólicos do café possuem propriedades antioxidantes e quelantes de metais.

Acredita-se que estas propriedades proporcionem proteção contra radicais livres reduzindo o risco de doenças degenerativas e envelhecimento da pele que estão associadas ao estresse oxidativo.<sup>5</sup>

A borra de café contém quantidades de ácido clorogênico proantocianidinas, e os ácidos quinico e ferúlico com resultados positivos para cuidados com a pele. Estes compostos são descritos como poderosos antioxidantes, também exercendo atividades entre elas, antiantitumoral antiinflamatório e antialérgico.<sup>6</sup>

Estudos demonstram que o consumo de bebidas ricas em ácido clorogênico apresentam importante benefícios para a saúde, incluindo menor incidência de aterosclerose, diabetes e vários tipos de câncer.

Além disso, os principais ácidos clorogênicos presentes no café são facilmente absorvidos em todo o trato gastrointestinal. Já a melanoidina além de exercer atividade antiinflamatória e efeitos antiglicantes, também inibe a metaloproteinases, que desempenha um papel fundamental no crescimento do tumor e metástase.<sup>5</sup>

### **3.4 Cafeína**

A cafeína é a principal metilxantina recuperada da borra do café e pode ser aplicada em cosméticos para tratamento da celulite. Atualmente, existem no mercado produtos que utilizam a cafeína e exercem efeitos lipolíticos com foco no tratamento da celulite e por se tratar de um composto hidrofílico pode facilmente penetrar a barreira da pele e alcançar a derme onde ocorre o processo de lipólise.<sup>1</sup>

Também foram estudados o efeito de aplicações tópicas de cafeína em ratinhos sem pelo. Os animais foram irradiados com radiação ultravioleta duas vezes por semana mais de 20 semanas. Este tipo de irradiação induz um alto risco de

desenvolver tumores de pele. Os animais foram tratados topicamente com cafeína uma vez por dia (5 dias por semana) durante 18 semanas. Os resultados demonstraram que aplicações tópicas de cafeína diminuíram o número de tumores cutâneos em 44% e 72%, respectivamente.<sup>6</sup>

#### 4. Resultados e discussão

##### Base de Dados

Foram encontrados 14 artigos na base de dados ProQuest, 14 artigos na base de dados Scopus e 10 artigos na base de dados Web Of Science. Totalizando 38 artigos.

Foram excluídos 7 artigos da base de dados Scopus por constarem na base de dados Web Of Science. Totalizando 10 artigos na Web Of Science, 7 artigos na Scopus e 14 artigos na ProQuest, totalizando 31 artigos.

##### Seleção dos artigos

Na fase de leitura dos títulos, resumos (abstract) e palavras-chaves de cada artigo, foram escolhidos aqueles que estavam alinhados com o tema da busca, sendo que foram excluídos 16 artigos, permanecendo 15 artigos no total. A partir do processo bibliométrico aplicado a esta pesquisa, foi possível selecionar um conjunto de artigos que trata do tema utilização da borra do café para cosméticos.

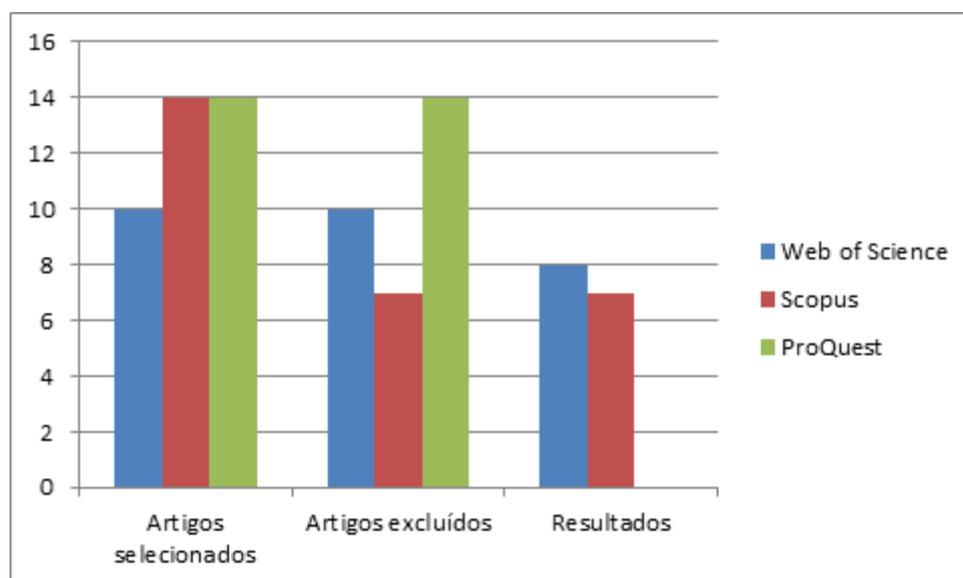


Gráfico 1. Bases de dados acessadas, artigos selecionados, artigos excluídos e os resultados

A primeira coluna do gráfico 1 representa o número de artigos publicados, levantados através do procedimento bibliométrico previamente descrito. A segunda coluna representa os artigos que foram excluídos da base de dados Scopus por estarem repetidos. E a terceira coluna representa os resultados, onde foram selecionados após leitura, os artigos da base de dados Web of Science e Scopus por estarem de acordo com o tema da pesquisa.

Ano Publicação	Total Artigos
2013	3
2016	2
2017	7
2018	3

Tabela 1: Número de artigos publicados por ano

O ano de 2017 foi o ano com mais publicações no período selecionado, estando acima da média de publicação em comparação aos outros anos, porém como a pesquisa foi realizada em setembro de 2018, acredita-se que 2018 ainda apresente número semelhante ou superior a 2017, o que mostra um interesse crescente em pesquisas sobre o uso da borra de café para cosméticos.

Local	Total
Handbook Of Coffee Processing By Products Sustainable Applications	1
Revista Virtual de Química	1
Cosmetics	1
South African Journal of Botany	1
Environmental Science And Pollution Research	1
European Journal Of Lipid Science And Technology	1
Industrial Crops And Products	1
Journal Of Agricultural And Food Chemistry	1
Journal Of Biobased Materials And Bioenergy	1
Korean Journal Of Food Science And Technology	1
Food Science and Biotechnology	1

The Italian Association of Chemical Engineering	1
Waste Management	1
ACS Sustainable Chemistry & Engineering	1
Talanta	1

Tabela 2: Localização e número de trabalhos publicados

A Tabela 2 apresenta os periódicos e procedimentos que compõem o portfólio, foram identificados 15 periódicos diferentes, apesar da pulverização das publicações em diferentes periódicos, observa-se que a maior parte das revistas são voltadas para área de gestão ambiental

Classificação	Total
A1	4
A2	1
B1	4
B2	1
B5	1

Tabela 3: Classificação dos Artigos

A tabela 3 apresenta a classificação dos periódicos de acordo com o webqualis da capes, foram identificados 4 artigos A1, 1 artigo A2 e 4 artigos B1 mostrando que a maior parte dos artigos encontrados estão em revistas de alto impacto, mostrando a relevância científico do tema pesquisado na área de Ciências Ambientais.

Países	Total publicações
Portugal	5
Brasil	3
Coreia do Sul	3
Itália	2
Chile	1
Alemanha	1

Tabela 4: Total de publicações por país

A tabela 4 demonstra os países onde se encontram as maiores publicações sobre o tema, com destaque para Portugal onde o consumo de café tem aumentado

nos últimos anos e também a crescente preocupação dos portugueses com o meio ambiente, o Brasil vem em segundo lugar por ser o maior produtor e segundo maior consumidor, perdendo apenas para os EUA.

Metodologia	Total
Relato de experiência	10
Revisão de Literatura	3
Estudo de Caso	1
Relato de experiência + estudo de caso	1

Tabela 7: Metodologia

A tabela 7 apresenta as estratégias metodológicas utilizadas nos artigos analisados, sendo que a pesquisa de base apresenta poucas aplicações em humanos, sendo 10 relatos de experiência, 3 revisões de literatura, 1 estudo de caso e 1 estudo de caso com relato de experiência.

Page et al., (2017) avaliaram o perfil volátil (PV), a atividade antioxidante (AA) e o fator de proteção solar (FPS) do extrato lipídico obtido a partir da borra do café em cápsulas, usando etanol como solvente. O rendimento do extrato foi superior ao rendimento de éter, pois apresentou uma quantidade maior de matéria insaponificável (MI.) Isso ocorre devido ao extrato obtido a partir de etanol conter compostos que são mais polares do que triglicerídeos e ácidos graxos.

Assim, o etanol é capaz de extrair triglicéridos, ácidos graxos e teor de matéria insaponificável, enquanto éter basicamente remove triglicerídeos e ácidos graxos, sendo que as substâncias naturais com funcionalidades para prevenir o câncer, doenças cardiovasculares, envelhecimento e oxidação entre outros estão contidos na MI.<sup>25</sup>

Choi et al., (2017) investigaram os principais antioxidantes nos extratos metanólicos da borra do café.

Foram identificados compostos fenólicos, como ácido gálico, ácido protocatecuico, ácido clorogênico e nitrogênio, compostos incluindo trigonelina e cafeína também foram identificados, sendo a cafeína o composto mais abundante, seguido por ácido clorogênico.<sup>26</sup>

Segundo Shang et al., (2017) as borras de café contém muitos componentes bioativos e a extração líquida pressurizada com água e etanol, tem sido considerada como um método verde e eficiente para extração e processamento devido à diminuição do uso de solventes, ambiente livre de luz e oxigênio, e curto tempo de operação.<sup>27</sup>

Os resultados mostraram que esses resíduos processados pela extração líquida pressurizada possuíam benefícios potenciais para a saúde e poderiam ser usados como ingrediente ou aditivo nas indústrias de alimentos e cosméticos.

Marto et al., (2016) avaliaram os efeitos biológicos do uso da fração de óleo da borra de café extraídos com CO<sub>2</sub> supercrítico e óleo de café verde no desenvolvimento de protetores solares . A emulsão contendo 35% da fração de óleo de borra de café apresentou características promissoras na melhoria do desempenho hídrico quando comparados à emulsão contendo 35% de óleo de café verde. Os estudos concluíram que os óleos de café estudados possuem todas as propriedades necessárias para filtros solares além de ser um produto verde, contém uma série de substâncias lipofílicas com importantes características antioxidantes, como tocoferóis, que protegem a pele contra a radiação ultravioleta (UVB).<sup>28</sup>

Ribeiro et al., (2013) avaliaram a viabilidade da utilização da fração lipídica da borra do café extraído com dióxido de carbono supercrítico no desenvolvimento de novas formulações cosméticas para melhorar a hidratação da pele e desenvolveram uma emulsão contendo 10% da fração lipídica da borra do café que apresentou características promissoras na melhora dos níveis de sebo da pele tendo boa aceitação pelos consumidores quando comparada a uma emulsão contendo 10% de óleo de café verde e um placebo sem óleo de café.<sup>9</sup>

Para Durán et al., (2017) a borra do café apresenta em sua composição polissacarídeos fibra dietética e lipídeos, o que a torna fonte de matéria-prima para a produção de biodiesel/etanol, pastilhas de combustíveis e glicerina, para produtos fermentados e ingredientes na formulação de biscoitos, pão de padaria, cosméticos, entre outros.<sup>1</sup>

Ribeiro et al., (2018) estudaram o potencial das borra de café para uso em cosméticos para melhorar a saúde da pele. Esses extratos foram obtidos por extração subcrítica de a temperaturas até 220 °C, em modo semi-contínuo. Eles foram analisados quanto a ácidos fenólicos, carboidratos, atividade antioxidante , atividade de eliminação de radicais livres em células de queratinócitos e a elastase e atividade inibitória da tirosinase. Extratos de borra de café coletados até 140 °C tiveram maior ácidos graxos e menor conteúdo de carboidratos do que a fração coletada de 140 a 220 °C. Os extratos demonstraram ter efeitos anti-envelhecimento e clareamento da pele, inibindo a elastase e tirosinase. Os extratos foram utilizados como hidrogéis para aplicação tópica.<sup>7</sup>

Sousa et al., (2018) realizaram um estudo com 30 indivíduos saudáveis do sexo feminino, com idades entre os 18 e 40 anos e com fototipos de pele II, III e IV de acordo com Fitzpatrick .

Foram aplicados cremes contendo óleos para verificar o efeito de hidratação na pele. O óleo de borra de café tem um predomínio de ácidos graxos insaturados, incluindo 44,7% de ácido linoléico. Percebeu-se que o uso das formulações contendo os óleos estudados contribuiu de forma significativa para melhorar a hidratação da pele dos voluntários, que, em geral, apresentavam pele desidratada.<sup>11</sup>

Panusa et al., (2013) utilizaram um sistema UHPLC-PDA-TOF-MS para separar, identificar e quantificar fenólicos e não-fenólicos compostos nos extratos da borra de café. Quantidades importantes de ácidos clorogênicos e compostos relacionados, bem como cafeína evidenciaram o alto potencial do da borra do café como fonte de compostos fenólicos naturais antioxidantes.<sup>5</sup>

Acevedo et al., (2013) avaliaram diferentes métodos de extração de óleo e diterpenos da borra de café como extração sólido-líquido, extração supercrítica ou saponificação direta, bem como determinaram a composição fenólica e as capacidades antioxidantes da borra de café. Entre os métodos de extração de óleo analisados, o processo de extração de Soxhlet apresentou valores maiores (26,4%). O perfil de ácidos graxos livres apresentou alto teor de ácidos graxos poliinsaturados (50%) para a fração lipídica extraída da borra por cada método utilizado, principalmente ácidos linoléico e palmítico (cerca de 45 e 30%, respectivamente).<sup>29</sup>

Magalhaes et al., (2016) utilizaram a técnica de espectroscopia de infravermelho para avaliar o conteúdo de três fenólicos principais ácido cafeico, catequina e ácido clorogênico e três metilxantinas (cafeína, teobromina e teofilina) em amostras de borra de café obtidas de diferentes marcas de café e diversas máquinas de café. O melhor resultado foi obtido para o teor de cafeína seguido por ácido cafeico, catequina, teofilina e ácido clorogênico, respectivamente, confirmando que trata-se de uma técnica adequada para detectar amostras de borra com alto teor de compostos bioativos antes da etapa de extração.<sup>30</sup>

Segundo Stylianou et al., (2018) a borra de café é considerada um resíduo valioso, fonte rica em nutrientes de compostos bioativos como fenólicos, flavonóides, carotenóides, lipídios, clorogênicos e protocatecóicos ácido acético, melanoidinas, diterpenos, xantinas, precursores de vitaminas e que pode ser usado como aditivo em vários processos, entre eles absorvente de metais pesados, biochar, biodiesel, cosméticos, alimentos e produtos de desodorização diminuindo o impacto ambiental.<sup>10</sup>

Song et al., (2017) pesquisaram os compostos bioativos da borra do café por radiação gama foi analisado por cromatografia líquida de alta eficiência. Curiosamente, o conteúdo de ácido quínico foi aumentado por irradiação gama, enquanto outros compostos foram diminuídos. Embora o conteúdo dos compostos bioativos tenha sido alterado por irradiação gama, as atividades biológicas como eliminação de radicais

livres e efeitos de branqueamento da borra do café não foram afetadas. Os resultados sugerem que a irradiação gama pode ser uma ferramenta útil para melhorar a utilização da borra de café na indústria cosmética.<sup>31</sup>

Pettinato et al., (2017) avaliaram os compostos fenólicos de borras de café obtidos por extração assistida por micro-ondas, usando uma mistura de etanol: água como solvente, temperatura operativa de 150 ° C e tempo de extração de 90 min. O processo de encapsulação, utilizando inulina e maltodextrina como agentes de revestimento, foi estudado por meio de delineamento experimental e a metodologia da superfície de resposta foi utilizada para o tratamento dos dados. Os resultados demonstraram que a alta eficiência de encapsulação (63%) pode ser alcançada usando a inulina como transportador, levando à produção de pós secos microencapsulados ricos em polifenóis que podem ter potencial aplicações industriais em áreas alimentícias e cosméticas.<sup>32</sup>

Rodrigues et al., (2017) estudaram o potencial de compostos bioativos da borra do café em produtos de cuidados com a pele. Os dados analisados indicaram que compostos bioativos podem ser adicionados a formulações cosméticas, tais como protetores solares ou formulações antienvhecimento, para potencializar os efeitos de fotoproteção e anti-rugas das formulações.<sup>6</sup>

Contudo, é necessário assegurar a presença e atividade biológica dos compostos nos produtos finais, sendo que um dos requisitos para a funcionalidade antioxidante é a permeação no estrato córneo e manutenção de concentrações adequadas na epiderme e derme para obter resultados positivos. Para os autores os maiores desafios são: sensibilizar os consumidores de café doméstico sobre sua importância nesta cadeia, uma vez que são os principais produtores de borras de café, convencer os consumidores da eficácia e segurança desses compostos ativos e alertar a população mundial sobre questões ambientais estimulando a consciência e uma atitude proativa.

## **5. Conclusão**

O grande consumo de café no Brasil e no mundo gera grandes quantidades de borra de café que além de não apresentar valor comercial, apresenta em sua composição alguns compostos considerados antinutricionais para alimentação animal e tóxicos para plantas, causando danos ao meio ambiente.<sup>5,6</sup> Os resultados do presente estudo demonstram o potencial da borra do café para utilização na indústria cosmética que além de se tratar de um resíduo rico em compostos bioativos, como antioxidantes, e ácidos graxos, apresentam resultados comprovados no tratamento de

disfunções da pele, além de ser um resíduo disponível em grandes quantidades no mundo, a sua aplicação em substituição aos produtos sintéticos valorizam o desenvolvimento sustentável.

### Referências Bibliográficas

1. Durán, C.A.; Tsukui A.Santos F.K.F.; Martinez S.T.; Bizzo H.R.; Rezende C.M. Coffee: General Aspects and its Use beyond Drink , *Revista Virtual de Química* **2017**, 9, 107. [\[CrossRef\]](#)
2. Sítio do International Coffee Organization. Disponível em <<http://www.ico.org/>>. Acesso em: 25 setembro 2018.
3. Fuller,M.F.; *The Encyclopedia of Farm Animal Nutrition*, 1a. ed., Cambridge, 2004. [\[CrossRef\]](#)
4. Janissen. B.; Huynh, T. Chemical composition and value-adding applications of coffee industry by- products: A review. *Resources, Conservation and Recycling* **2018**, 128, 110. [\[CrossRef\]](#)
5. Panusa A.; Zorro A.; Lavecchia R.; Marrosu G.; Petrucci R. Recovery of natural antioxidants from spent coffee grounds. *Journal Agricultural and Food Chemistry* **2013**, 61, 4162. [\[CrossRef\]](#)
6. Rodrigues F.; Nunes M.A.; Alves R.C.; Oliveira M.B.P.P. *Applications of recovered bioactive compounds in cosmetics and other products*. Greece **2017**, cap. 7. [\[CrossRef\]](#)
7. Ribeiro, H. M. et al. Converting Spent Coffee Grounds into Bioactive Extracts with Potential Skin Antiaging and Lightening Effects. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering* **2018**, 6, 6289. [\[CrossRef\]](#)
8. Sítio da ABIC - Associação Brasileira da Indústria de Café. História. Disponível em <<http://www.abic.com.br/publicue/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?sid=61#5103>>. Acesso em: 18 setembro 2018. [\[Link\]](#)
9. Ribeiro, H.; Marto, J.; Raposo, S.; Agapito, M.; Isaac, V.; Chiari, B.G.; Lisboa, P.F.; Paiva, A.; Barreiros, S.; Simões, P. From coffee industry waste materials to skin-friendly products with improved skin fat levels. *European Journal of Lipid Science and Technology* **2013**, 115, 330. [\[CrossRef\]](#)
10. Stylianos M.; Agapiou A.; Omirou M.; Vyrides I.; Ioannides I.M.; Maratheftis G. Converting environmental risks to benefits by using spent coffee grounds (SCG) as a valuable resource. *Environmental Science and Technology* **2018**, 25, 35776. [\[CrossRef\]](#)
11. Sousa, G.D.; De Souza Dantas, I.M.F.; De Santana, D.P.; Leal, L.B. New Oils for Cosmetic O/W Emulsions: In Vitro/In Vivo Evaluation. *Cosmetics* **2018**, 5, 6. [\[CrossRef\]](#)

12. Mussatto, S.I.; Carneiro, L.M.; SILVA, J.P.A.; Roberto, I.C.; Teixeira, J.A. A study on chemical constituents and sugars extraction from spent coffee grounds. *Carbohydr Polym* **2011**, 83, 368. [\[CrossRef\]](#)
13. Pujol, D.; Liu, C.; Gominho, J.; Olivella, M.A.; Fiol, N.; Villaescusa, I.; Pereira, H. The chemical composition of exhausted coffee waste. *Industrial Crops and Products* **2013**, 50, 423. [\[CrossRef\]](#)
14. Campos-Vega, R.; Loarca-Piña, G.; Vergara-Castañeda H.; Oomah, B.D. Spent coffee grounds: A review on current research and future prospects. *Trends in Food Science & Technology* **2015**, 45, 36. [\[CrossRef\]](#)
15. Freitas, S.P.; Monteiro, P.L.; Lago, R.C.A. *I Simpósio de Pesquisa dos Cafés do Brasil*, Brasília, Brasil **2000**. [\[Link\]](#)
16. Kondamudi, N.; Mohapatra, S.K.; Misra, M. Spent coffee grounds as a versatile source of green energy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **2008**, 56, 11757. [\[CrossRef\]](#)
17. Burton, R.; Fan, X.; Austic, G. Evaluation of two-step reaction and enzyme catalysis approaches for biodiesel production from spent coffee grounds. *International Journal of Green Energy* **2010**, 7, 530. [\[CrossRef\]](#)
18. Kroyer, G.T.; Kretschmer, L.; WashittL, J. Antioxidant properties of tea and coffee extracts. *Institute of Food Chemistry and Technology* **1989**, 2, 433. [\[Link\]](#)
19. Pereda, M.D.C.V. *Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Ciências Médicas, 2009*. [\[Link\]](#)
20. Savian, A.L.; Varella, F.T.; Atayde, M.L.; Silva, C.B.; Desenvolvimento e avaliação preliminar da estabilidade de emulsão não-iônica O/A contendo óleo de café verde como potencializador de fator de proteção solar. *Revista Brasileira de Farmácia* **2011**, 91, 82. [\[Link\]](#)
21. Wagemaker, T.A.L.; Fernandes, A.S.; Maia, P.M.; Rodrigues, L.M.; Rijo, P. Evaluation of antioxidant and antimicrobial activities of green coffee oil in cosmetic formulations. *Biomedical and Biopharmaceutical Research* **2012**, 9, 207. [\[Link\]](#)
22. Chiari, B.G.; Trovatti, E.; Pecoraro, E.; Corrêa, M.A.; Cicarelli, R.M.B.; Ribeiro, S.J.L.; Isaac, V.L.B. Synergistic effect of green coffee oil and synthetic sunscreen for health care application. *Industrial Crops and Products* **2014**, 52, 389. [\[Link\]](#)
23. Sanchez-Hernandez, J.C.; Domínguez J. *Vermicompost derived from spent coffee grounds: Assessing the potential for enzymatic bioremediation*. Greece **2017**, cap. 12. [\[CrossRef\]](#)
24. Campbell, D.; Picard-Aitken, M.; Côté, G.; Caruso, J.; Valentim, R.; Edmonds, S.; Williams, G.T.; Macaluso, B.; Robitaille, J.; Bastien, N.; Laframboise, M.; Lebeau,

- L.;Mirabel, P.; Larivière, V.; Archambault, É. Bibliometrics as a performance measurement tool for research evaluation: the case of research funded by the national cancer institute of Canada. *American Journal of Evaluation* **2010**, 31, 66. [\[CrossRef\]](#)
25. Page, J. C.; Arruda, N. P.; Freitas, S. P. Crude ethanolic extract from spent coffee grounds: Volatile and functional properties. *Waste Management* **2017**, 69, 463. [\[CrossRef\]](#)
26. Choi, B.; Koh, E. Spent coffee as a rich source of antioxidative compounds. *Food Science and Biotechnology* **2017**, 26, 92. [\[CrossRef\]](#)
27. Shang, Y.-F. et al. Antioxidative polyphenolics obtained from spent coffee grounds by pressurized liquid extraction. *South African Journal of Botany* **2017**, 109, 75. [\[CrossRef\]](#)
28. Marto, J.; Gouveia, L.F.; Chiari, B.G.; Paiva A.; Isaac V.; Pinto, P.; Simões, P.; Almeida, A. J.; Ribeiro, H.M. The green generation of sunscreens: Using coffee industrial sub-products. *Industrial Crops and Products* **2016**, **80**, 93. [\[CrossRef\]](#)
29. Acevedo, F.; Rubilar, M.; Scheuermann, E.; Cancino, B.; Uquiche, E.; Garcés, M.; Inostrosa, K.; Shene, C. Spent coffee grounds as a renewable source of bioactive compounds. *Journal of Biobased Materials and Bioenergy* **2013**, **7**, 1. [\[CrossRef\]](#)
30. Magalhães, L. M.; Machado, S.; Segundo, M.A.; Lopes, J.A.; Páscoa, J.N. Rapid assessment of bioactive phenolics and methylxanthines in spent coffee grounds by FT-NIR spectroscopy. *Talanta* **2016**, 147, 460. [\[CrossRef\]](#)
31. Song, H. Y.; Kim, W.S.; Kim, H.M.; Yang, M.S. Effect of gamma irradiation on the color values and physiological properties of spent coffee ground extraction. *Korean Journal of Food Science and Technology* **2017**, 49, 544. [\[CrossRef\]](#)
32. Pettinato, M.; Aliakbarian, B.; Casazza, A.A.; Perego, P. Encapsulation of Antioxidants from Spent Coffee Ground Extracts by Spray Drying. *The Italian Association of Chemical Engineering* **2017**, 57, 623. [\[CrossRef\]](#)

## CAPITULO 2

### OIL EXTRACTION FROM SPENT COFFEE GROUNDS ASSISTED BY NON-THERMAL PLASMA

[doi.org/10.1016/j.seppur.2020.117171](https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.117171)

#### ABSTRACT

Coffee is one of the most popular beverages in the world and around 50% of the processed coffee beans becomes waste as spent coffee grounds (SCG). These SCG contain up to 20% of oil, which can be recovered and used in many different processes, such as biodiesel production, cosmetics and pharmaceuticals. The extracted oil contains large amounts of antioxidants, anti-inflammatory agents and immunomodulators, in addition to fatty acids that have excellent emollient and moisturizing properties. It is therefore of interest to improve the oil extraction technique, to enhance the efficiency, reduce the extraction time and improve the quality of the oil extracted. Thus, in this study, a new technique for SCG oil extraction, using a non-thermal plasma technology as a pre-extraction procedure prior to Soxhlet extraction, was investigated, aiming to improve the extraction efficiency and oil quality. For comparison purposes, experiments were also carried out using an ultrasound pre-extraction procedure prior to Soxhlet extraction. It was observed that the use of pre-extraction with the plasma more than double the extraction yield compared with the Soxhlet extraction alone. Also, it increased the yield by around 30% compared with the use of ultrasound as the pre-extraction procedure. Analysis of the oil extracted by GC–MS showed that the quality of the oil composition was maintained. Also shows an increase in the antioxidant potential, which can prevent the harmful effects of ultraviolet (UV) radiation on the skin, due to their antioxidant, anti-inflammatory and immunomodulatory properties. The SEM images showed significant changes in the walls of the polyhedral cells of the spent coffee grounds after non-thermal plasma pre-treatment.

## 1. INTRODUCTION

The production of coffee as a drink generates an average of 6 million tons of spent coffee grounds (SCG) per year globally [1], which contributes to environmental pollution. One ton of crude coffee generates around 480 kg of solid waste, assuming roasting losses and an extraction efficiency of 20% and 40%, respectively [2]. Thus, the SCG residue is equivalent to approximately 50% of the mass of roasted coffee produced industrially [3]. Coffee beans is the second most valuable commodity in the world, after petroleum and its derivatives [4], being one of the greatest generators of wealth.

According to the Brazilian Coffee Industry Association (ABIC) the consumption per capita is 6.02 kg / year of raw coffee and 4.82 kg / year of roasted and ground coffee, which makes Brazil the second largest consumer in the world [5] and therefore a considerable amount of SCG is generated. SCG are rich in compounds of commercial value, such as polysaccharides and lipids (15.2 to 17.9%, respectively, depending on the coffee beans species) [5–7]. Studies show that coffee oil (lipid fraction) contains bioactive compounds, such as caffeine, polysaccharides and polyphenols, that are excellent for preventing the harmful effects of ultraviolet (UV) radiation on the skin, due to their properties as antioxidant, anti-inflammatory and immunomodulatory agents [8,9].

Coffee oil also contains fatty acids that have excellent emollient and moisturizing properties, improving skin health [8]. In addition, oil extracted from SCG has been used in biodiesel production, with a conversion efficiency of 98.5% using enzymatic catalysis. These results are very encouraging in the search for new technologies to obtain coffee oil with a higher proportion of saturated fatty acids [5,9–11].

According to Shang et al. (2017) [12], pressurized liquid extraction with water and ethanol is considered as a green and efficient method to extract the bioactive components of SCG. The process has the advantages of using a reduced amount of solvents, a light and oxygen free environment and reduced operation time, however, it is associated with high energy costs on an industrial scale. Other technologies have also shown advantages, for instance, supercritical fluid extraction [13] is considered as clean; however, the extracted oil contains several impurities which makes it difficult to purify [14].

A comparison of different technologies for extracting oil from coffee grounds has also been carried out by Acevedo et al. (2013) [15], who evaluated the solid–liquid extraction, supercritical extraction and direct saponification.

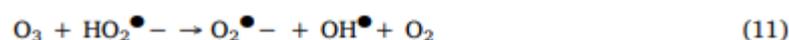
The Soxhlet extraction process presented the highest yield, with a high content of polyunsaturated fatty acids, mainly linoleic and palmitic acids. The use of organic

solvents applying the Soxhlet extractor allows the continuous reuse of the solvent in several successive extractions [16]. Phung et al. (2017) [17] have used ultrasound-assisted extraction and microwave-assisted extraction to open or degrade the SCG cell membrane prior to the solvent extraction, to increase the solvent penetration and oil release [18].

The ultrasound pre-extraction process has attracted increasing attention due to its higher efficiency, reduced extraction time and better quality of the extracted oil compared to conventional extraction techniques such as the Soxhlet extractor method and maceration [19]. Therefore, applying the pre-extraction process can improve the breaking of the SCG cell membrane prior to extraction and seems to be the key to improving the extraction efficiency and oil quality.

Nonthermal plasma is known as a versatile technology which can be applied onto solid surfaces to produce etching and erosion and increase the porosity and wettability in water [20]. Also, it can induce oxidation reactions and degradation in water medium.

Therefore applying nonthermal plasma (NTP) to solid SCG in water medium as a pre-extraction procedure prior to Soxhlet extraction could improve the extraction efficiency and the quality and quantity of active compounds obtained from the SCG. In addition, to the best of our knowledge, no previous research has investigated the application of NTP as a pre-extraction process for SCG or any other similar oil extraction process. Non-thermal plasma is a partially ionized gas produced by a high-voltage electric discharge that causes the formation and self-propagation of an electron avalanche, ionized chemical species and UV radiation [21]. When argon, for instance, is used as a plasma gas, it undergoes excitation ( $Ar^*$ ) according to Eq. (1) and ionization ( $Ar^+$ ) Eq. (2), and in water it can produce radical species according to Eq. (3).



Argon NTP discharge at the gas–water interface also produces primary species from the degradation of water, such as  $\text{OH}\cdot$ ,  $\text{H}\cdot$ ,  $\text{O}\cdot$ ,  $\text{O}_2\cdot^-$  (Eqs. 3–5). These species, with short half-lives [22], can migrate to the bulk solution by diffusion, producing more stable species like  $\text{H}_2\text{O}_2$ , and  $\text{O}_3$  (Eqs. 6–11) [23]. The hydroxyl radical  $\text{OH}\cdot$  is the main active species due to its high oxidative potential ( $E^\circ = 2.85 \text{ V}$ ), however, it has a short half-life and is rapidly converted to  $\text{H}_2\text{O}_2$ [24].

Secondary species are considered long-living species in water and are the most effective in oxidation reactions due to their high oxidation potential: hydrogen peroxide ( $E^\circ = 1.77 \text{ V}$ ),  $\text{O}_3$  ( $E^\circ = 2.07 \text{ V}$ ) [22].

During the plasma discharge, several synergistic effects, including direct chemical interaction of the endosperm cell membrane with reactive oxygen (ROS) and nitrogen (RNS) species, such as  $\text{O}_2$ ,  $\text{O}_3$ ,  $\text{OH}$ ,  $\text{NO}$  and  $\text{NO}_2$ , along with charged particles, can damage the cellular components, as can ultraviolet (UV) radiation [25–27]. The interaction between active agents, such as ROS and RNS, and the surface of the cells leads to cell rupture [28] along with the production of free radicals, such as  $\text{OH}$ ,  $\text{O}_3$  and  $\text{H}_2\text{O}_2$ , which have oxidation potential, causing damage to the lipid fraction and the peptidoglycan [26,27,29]. The NTP has been recognized as an important tool in many applications such as: surface modification and sterilization; [30,31] abatement of pollutants in gas or in liquid media; [32,33] medicine plasma; [34,35] gas reforming process and synthesis of new compounds; [36] among many others. In the food sterilization processes offers a new alternative to disinfection at low temperature and without changing the food properties (taste, odor, structure), and also plasma does not require chemicals addition which can be considered safe and low cost. [37,38,39]

Overall, the application of non-thermal plasma technology is very attractive and environmentally friendly, operating at low temperatures during treatment ( $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ), with relatively simple installations (atmospheric pressure) and low operating cost. Therefore, the objective of this study was to evaluate the extraction of oil from spent coffee grounds (SCG), using non-thermal plasma technology as a pre-extraction treatment prior to the Soxhlet extractor method. The results were compared with those obtained applying ultrasound as a pre-extraction procedure prior to the Soxhlet extractor method.

## **2. MATERIALS AND METHODS**

### **2.1. Materials**

### 2.1.1. Sample - reagents and solvents

See that the analysis material was added by FRAP e Samples of spent coffee grounds (SCG), were from Brazilian coffee beans (*Coffea arabica*), supplied by a local coffee shop at the university cafeteria. The samples were dried for 48 h in an oven at 50 °C, cooled in a desiccator and stored away from direct sun light at room temperature (22–23 °C).

The reagents and solvents used: GC analysis - pattern obtained for the Supelco 37 Component FAME Mix fatty acids certified reference material; FRAP analysis - ferrous sulfate and dichloromethane Merck P.A grade and used without further purification. 2.1.2. Equipment The ultrasonic device used was a Thornton water bath, operating at 40 kHz. The Soxhlet extractor, with a condenser, was a DiogoLab with a Brigitta filter paper, 250 mL flat bottom flask and heating plate (MQAMA – 302). The non-thermal plasma reactor with quartz walls and Teflon caps, Fig. 1 coupled to a power source of 17 kV and 30 mA of AC current was used to generate the plasma using tip-flat electrodes operating at atmospheric pressure under argon gas of 3 L min<sup>-1</sup>.

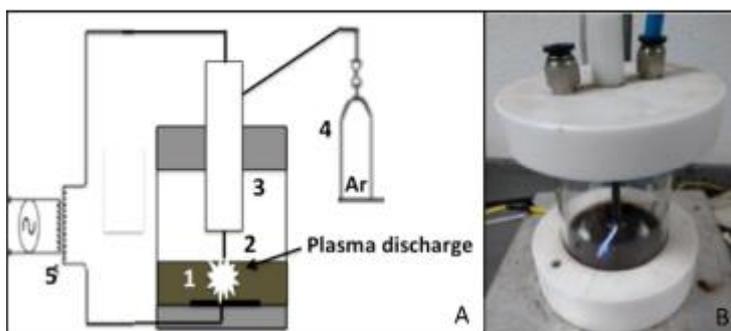


Fig. 1. A- Schematic drawing of the plasma reactor: 1 – flat electrode; 2 – tip electrode, 3 – electrode holder; 4 – argon gas; 5 – high voltage source. B – Photograph plasma reactor.

A rotary evaporator model Solab SL-126 was used for solvent evaporation and a drying oven with air circulation model Marcon MA035 for SCG samples drying. The analysis were performed using a spectrophotometer UV–VIS, model UV-2000A (Instrutherm - São Paulo, Brazil). A gas chromatograph, model GC-2014 (Shimadzu, Kyoto, Japan), equipped with a split-injection port, flame-ionization detector and a Restek capillary column (length = 105 m; ID = 0.25 mm) and a scanning electron microscope SEM (5000x), model JSM6390LV, Jeol (Peabody, Mass., USA); gold plating machine, model EMScd500, Leica (Leider, Illinois, USA).

## 2.2. METHODS

### 2.2.1 SCG sample preparation

The pre-extraction procedure consist of submitting the SCG samples to non-thermal plasma (NTP) or ultrasound treatment prior Soxhlet extraction. This experimental procedure was used as a pre-treatment to induce SCG cell membranes breakdown to release the encapsulated oil prior Soxhlet extraction.

The control SCG sample was submitted only to Soxhlet extraction without any prior treatment. The NTP pre-extraction procedure was performed in the plasma reactor shown in Fig. 1, using 5.0 g of the SCG sample in 25 mL of distilled water kept under constant stirring. Three samples were prepared using three different NTP exposure times: 5, 10 and 15 min. The input NTP power in the reactor was from 30 to 45 W and the NTP discharge was positioned around 15 mm above the SCG-water mixture interface.

The ultrasound pre-extraction procedure was performed using 5 g of SCG sample under 40 kHz of ultrasound power for 10 min. The control sample (SCG non pre-treated) and the NTP and ultrasound pre-extracted samples were transferred to a porcelain capsule, dried in an oven at 50 °C for 48 h and then submitted to 4 h extraction in a Soxhlet under n-hexane. The n-hexane was removed using a rotary evaporator and the extracted oil was dried in an oven and weighed. The quantification of the extracted oil (% yield) was carried out based on the weight difference (gravimetric method).

The percentage of oil extracted was determined in relation to the weight of the raw SCG sample.

### 2.2.2 Sample characterization and analysis

The characterization of SCG sample was performed based on the standard procedures of NREL for "Determination of Total Solids in Biomass", "Determination of Ash in Biomass" and "Determination of Extractives in Biomass". [40] The standards TAPPI T-204 CM-88 for "Solvent Extractives of Wood and Pulp" and TAPPI T-203 CM-99 for "Alpha-, beta- and gamma-cellulose in pulp" and the analytical standards of the Brazilian Adolfo Lutz Institute [41] for determination of caffeine and lipids.

The composition of the fatty acids in the oil extracted from the coffee grounds was determined by gas chromatography. 0.25 mL of solvent was injected from a mixture of 10% cyanopropylphenyl and 90% biscyano propylsiloxane. The oven temperature was initially set at 140 °C for 5 min, and then ramped at 2.5 °C per min and the injector and detector temperature used was 260 °C. The qualitative oil composition was determined by comparing the retention times of the peaks with the respective fatty acid standards (Sigma, St Louis, USA). The quantitative composition was obtained by peak area normalization and expressed as mass percentage.

The acidity of the oil was determined according to IAL (2008) and is defined as the number of mg of potassium hydroxide needed to neutralize one gram of the sample. The antioxidant tests of the extracted oil samples was performed by ferric reducing antioxidant power (FRAP) accordingly to Rufino et al 206. [42]. The tests were performed varying the proportion of oil in solvente dichloromethane %(v/v) –10% , 50% and 100%, where the 100% was used pure oil. The fresh prepared stock solutions were:

**Table 1**  
Physico-chemical characterization of samples of spent coffee grounds.

Parameters	Average (%)	Standard deviation
Moisture	3.61	0.076
Ash	2.40	0.024
Extractives	40.64	2.852
Cellulose	44.58	3.442
Hemicellulose	27.63	6.64
Caffeine	0.24	0.020
Lipids	14.01	0.279
Acidity	1.8	0.03

300 mM acetate buffer (3.1 g C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>NaO<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O and 16 mL C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>), pH 3.6, 10 mM 2, 4, 6-tripyridyl-s-triazine (TPTZ) solution in 40 mM HCl, and 20 mM FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O solution. The work solution was a mixture of 25 mL acetate buffer, 2.5 mL TPTZ solution, and 2.5 mL FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O solution and warmed at 37 °C prior using. The colored product of [ferrous tripyridyltriazine complex] were analyzed using UV–vis spectrophotometer at 593 nm.

The histological characterization of the spent coffee grounds, before and after the extraction of the lipids (defatting), was carried out by scanning electron microscopy (SEM).

## RESULTS

### 3.1. Oil extraction yield

The results of the physical and chemical characterization of the SCG samples are shown in Table 1. We pass the SCG in the plasma process during 5, 10 and 15 min (Fig. 2), in the time of 5 min the oil yield was low, however we did not observe any difference between the times of 10 and 15 min, therefore we adopted the time of 10 min as the ideal working time.

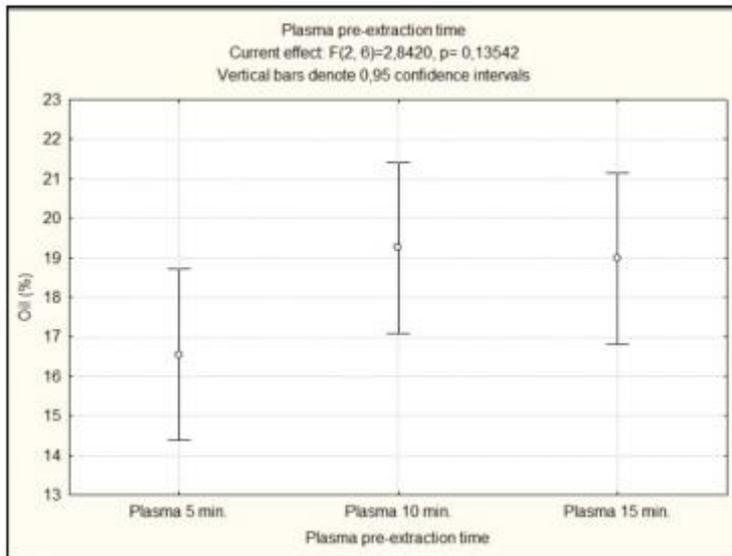


Fig. 2. Schematics showing (1) plasma discharge system, (2) ultrasound system and (3) Soxhlet extractor system.

The yield of oil obtained from the spent coffee grounds submitted to the three different extraction processes was evaluated: a) control - oil extracted from the crude SCG without pre-extraction; b) plasma - oil extracted from the SCG that had passed through the pre-extraction process with plasma discharge; and c) ultrasound - oil extracted from the SCG that had passed through the pre-extraction process with ultrasound (Fig. 3). The sample of spent coffee grounds (SCG) that was not submitted to

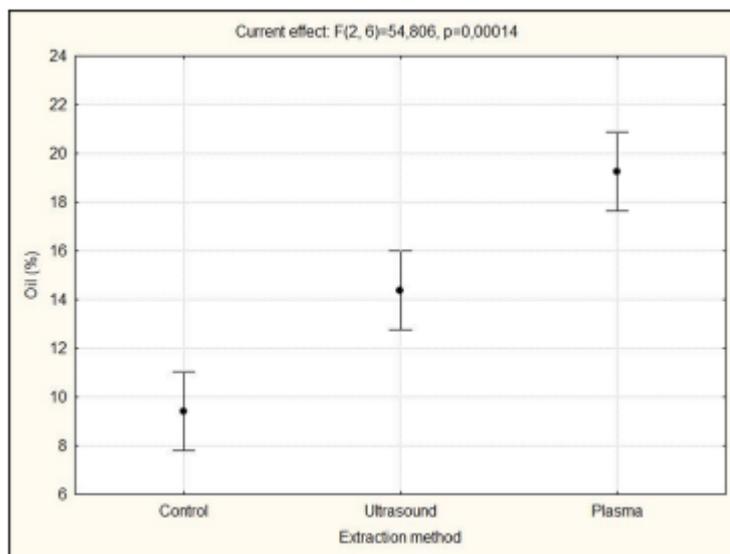


Fig. 3. Mean values ( $\pm$  95% confidence interval) for percentage oil yields obtained from spent coffee grounds applying the different pre-extraction methods.

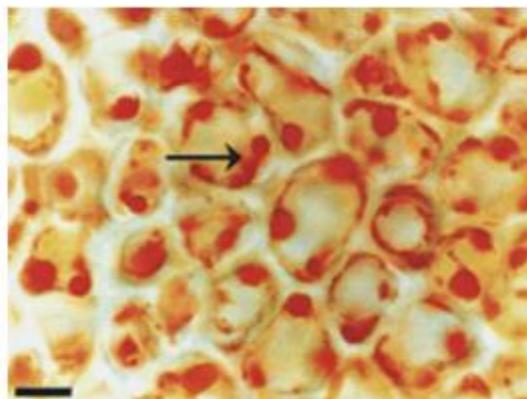


Fig. 4. Coffee bean endosperm comprised of polyhedral cells and oil droplets (stained red with Sudan IV). The arrow indicates the location of the droplets. The bar corresponds to 50  $\mu\text{m}$ . Images obtained by optical microscopy [36]. (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the web version of this article.)

the pre-extraction process showed a lower oil extraction yield compared with those that had undergone pre-extraction with non-thermal plasma or ultrasound. In the case of the use of non-thermal plasma, the percentage yield (19.25%) was more than double the amount obtained for the control (9.41%) and around 30% higher than the yield obtained with the use of ultrasound (14.38%). It can be observed that there is a statistically significant difference between oil yields obtained applying the two pre-extraction treatments to the coffee grounds.

The good performance of the plasma may be related to the formation of radicals by argon ionization and the presence of atmospheric air at the gas/ liquid interface. This leads to the formation of oxygen and nitrogen species, including atomic oxygen, nitric oxide and nitrogen dioxide [43], which act in the lysing of the cell wall of the endosperm cells, where the oil droplets are located (Fig. 4).

#### Composition of extracted oil

To verify the quality of the oil extracted in high yield, the characterization of the fatty acids present in the oil samples was carried out. The graph in Fig. 5 shows the fatty acids identified in the chromatographic analysis, with their respective percentages, these being palmitic acid, linoleic acid, oleic acid, stearic acid and eicosanoic acid. The mean values for the percentages of the fatty acids in the oils extracted from spent coffee grounds, after being submitted to different pretreatments, with their respective standard deviations, are shown in Table 2.

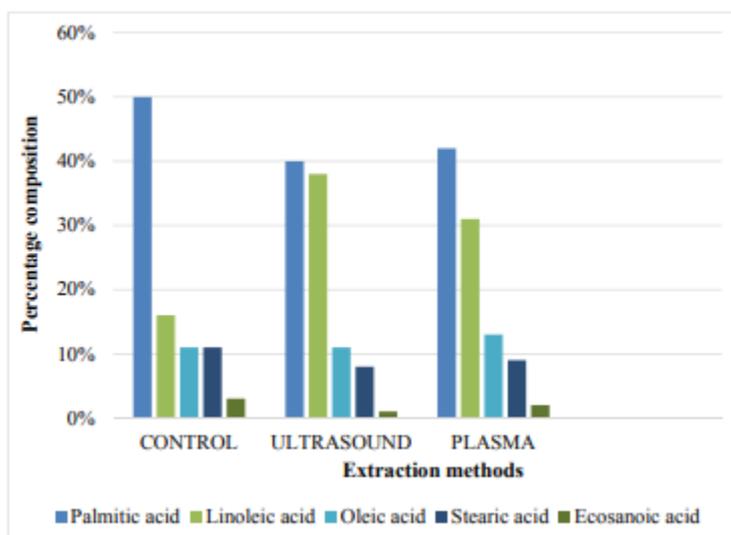


Fig. 5. GC–MS results showing the acids identified in the oil extracted from the three samples: no pre-treatment (control) and pre-treatment using ultrasound or plasma.

It can be observed from the results for the fatty acids present in the extracted oil samples that the ratio between the acids obtained from the samples pre-treated with ultrasound and plasma are similar, emphasis on the high concentration of palmitic acid in all samples – control ( $50\% \pm 0.05$ ), ultrasound ( $40\% \pm 0.01$ ) and Plasma ( $42\% \pm 0.04$ ).

These findings are consistent with results obtained by Acevedo et al. (2013) using Soxhlet extraction [15], who reported a high content of saturated and polyunsaturated fatty acids (50%) for the lipid fraction extracted from SCG by each method studied, mainly palmitic and linoleic acids (around 45 and 30%, respectively). Rodrigues et al. (2016) investigated the potential use of bioactive compounds extracted from coffee grounds in skin care products.

The data analysis indicated that bioactive compounds can be added to cosmetic formulations, such as sunscreens or anti-aging formulations, to potentiate the photoprotection and anti-wrinkling effects of the formulations. In this regard, linoleic and palmitic acids are widely used because they have emollient properties, such as action as a skin moisturizer [8,44]. The presence of fatty acids, such as palmitic (in this case in large quantities), oleic and stearic acids, in the extracted oil also indicates the potential for its use in the production of biodiesel[45]. Polyunsaturated acids, such as linoleic also have advantages for human consumption, since they are nutraceutical compounds [46].

The state of conservation of the oil was evaluated based on the acidity. In the decomposition process, either by hydrolysis, oxidation or fermentation, there are almost always changes in the concentration of hydrogen ions. The decomposition of the oils is

accelerated by heating and light, and is generally accompanied by the formation of free fatty acids.

These are often expressed in terms of the acid number. For the oil obtained without pre-treatment (control) the acid value was 3.64 mg KOH g<sup>-1</sup> oil ( $\pm$  0.36) and when the SCG was subjected to pre-treatment with plasma the value was similar (3.74 mg KOH g<sup>-1</sup> oil  $\pm$  0.34). These values are close to those obtained by Muangra and Pongsirikul (2018) using the supercritical CO<sub>2</sub> extraction method to recover oil from coffee grounds (i.e., 4.01 to 6.39 mg KOH g<sup>-1</sup> oil) [47].

### Antioxidant analysis

The Fig. 6 shows the antioxidant potential for all fractions of the coffee ground oil extracted. The oil fraction from the plasma pre-extraction shows high values of antioxidant potential, which is encouraging to use NTP in the pre-extraction process to improve oil yield and the bioactive compounds. [8]

**Table 2**  
Main fatty acids found in the oils extracted from spent coffee grounds after different pre-treatments. Data are expressed as means  $\pm$  SD (n = 2).

Fatty acids (% of total fatty acids)*						
Pre-treatment	Palmitic acid	Linoleic acid	Oleic acid	Stearic acid	Eicosanoic acid	Other acids
Control	50 $\pm$ 0.05	16 $\pm$ 0.05	11 $\pm$ 0.01	11 $\pm$ 0.01	3 $\pm$ 0.002	9
Ultrasound	40 $\pm$ 0.01	38 $\pm$ 0.10	11 $\pm$ 0.006	8 $\pm$ 0.01	1 $\pm$ 0.01	2
Plasma	42 $\pm$ 0.04	31 $\pm$ 0.03	13 $\pm$ 0.02	9 $\pm$ 0.006	2 $\pm$ 0.006	3

\* Mean value  $\pm$  standard deviation

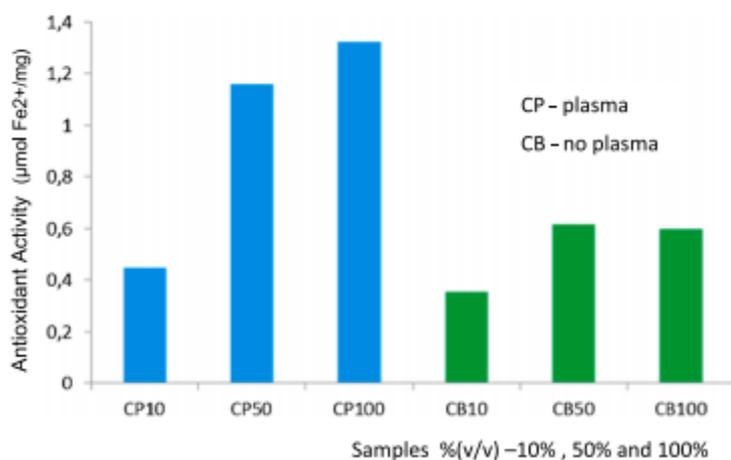


Fig. 6. Antioxidant potential - Samples were obtained of the oil extracted from the coffee grounds (% v/v) - 10%, 50% and 100%, with plasma (CP) and without the plasma (CB) treatment.

## Histological characterization of spent coffee grounds

To carry out the histological characterization of the spent coffee grounds, the crude SCG and the samples after passing through the extraction process were characterized by scanning electron microscopy (SEM). The micrographs obtained can be seen in Fig. 7.

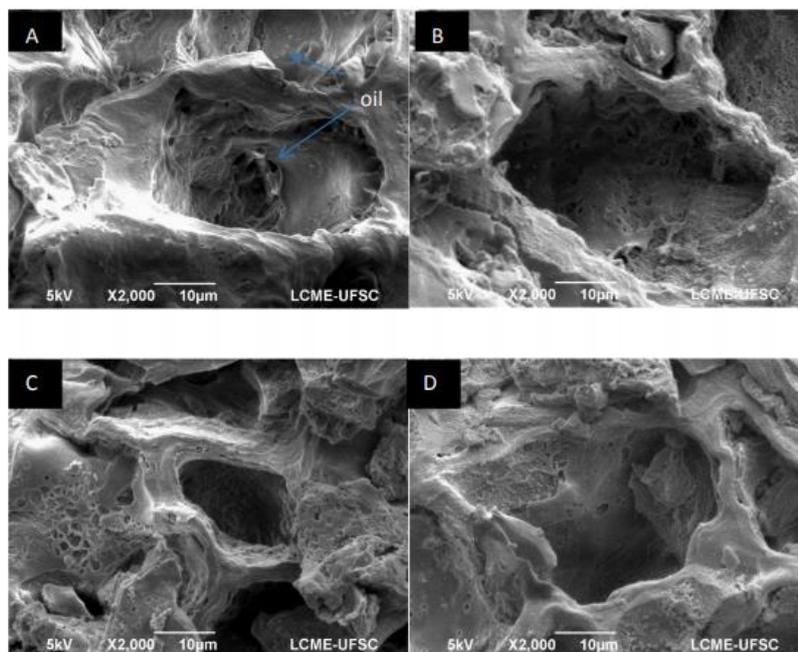


Fig. 7. SEM images (x 2,000) A: Crude spent coffee grounds; B: Control; C: Plasma pre-treatment and D: Ultrasound pre-treatment.

In Fig. 7 the SEM images of the polyhedral endosperm cells (magnified 2,000 times) of the crude coffee grounds, before being submitted to the extractive process (7A), show the presence of oil droplets. Image 7B shows the SCG after Soxhlet extraction only. Images 7C and 7D are related to the samples that were submitted to pre-treatment with plasma and ultrasound, respectively, prior to the Soxhlet extraction. In these two images it can be observed that the walls of the polyhedral cells are more separated and there are small cavities in each cell, where the oil was encapsulated before the extraction.

The reactive species (peroxides, anions and superoxides) generated during the plasma discharge act in the breakdown of structurally important bonds [26,27,29]. As a result, there is separation of the cell layers and consequently the extravasation of the oil to the reaction medium, with an increase in the oil extraction yield from 9.41% to 19.25% (Fig. 3).

## CONCLUSIONS

The results obtained in this study indicate that the highly reactive species formed during the discharge, for instance, reactive oxygen and nitrogen species such as O<sub>2</sub>, O<sub>3</sub>, OH, NO, NO<sub>2</sub>, along with charged particles and ultraviolet (UV) radiation, chemically interact with the endosperm membrane of the ground coffee cells, causing their rupture and facilitating the extraction of the oil.

The use of the plasma pre-treatment increased the extraction performance, with over double the oil yield being obtained when compared to the sample that did not undergo pre-treatment and a 30% increase in the yield in relation to the pre-treatment with ultrasound. It is important to note that the quality of the oil extracted was not affected using pre-treatment applying the non-thermal plasma.

Thus, a considerable increase in the oil yield can be obtained in the extraction of the spent coffee grounds with the application of nonthermal plasma as a pre-treatment method. The coffee ground oil extracted using plasma shows an increase in the antioxidant potential, which can prevent the harmful effects of ultraviolet (UV) radiation on the skin, due to their antioxidant, anti-inflammatory and immunomodulatory properties.

### Declaration of Competing Interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

## References

- [1] A.T. Getachew, B.S. Chun, Influence of pretreatment and modifiers on subcritical water liquefaction of spent coffee grounds: A green waste valorization approach, *J. Clean. Prod.* 142 (2017) 3719–3727, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.10.096>.
- [2] C.A.A. Durán, A. Tsukui, F.K.F. Santos, S.T. Martinez, H.R. Bizzo, C.M. Rezende, Coffee: General aspects and its use beyond drink, *Rev. Virtual Quim.* 9 (2017) 107–134 <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20170010>.
- [3] D. Pujol, C. Liu, J. Gominho, M.À. Olivella, N. Fiol, I. Villaescusa, H. Pereira, The chemical composition of exhausted coffee waste, *Ind. Crops Prod.* 50 (2013) 423–429, <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.07.056>.
- [4] C.M. Tucker, *Coffee Culture*, California, 2017.
- [5] M.V.P. Rocha, L.J.B.L. de Matos, L.P. de Lima, P.M. da S. Figueiredo, I.L. Lucena, F. A.N. Fernandes, L.R.B. Gonçalves, Ultrasound-assisted production of biodiesel and ethanol from spent coffee grounds, *Bioresour. Technol.* 167 (2014) 343–348. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.06.032>.
- [6] M.V. Cruz, A. Paiva, P. Lisboa, F. Freitas, V.D. Alves, P. Simões, S. Barreiros, M.A.M. Reis, Production of polyhydroxyalkanoates from spent coffee grounds oil obtained by supercritical fluid extraction technology, *Bioresour. Technol.* 157 (2014) 360–363, <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2014.02.013>.
- [7] L.S. Torres-Valenzuela, A. Ballesteros-Gómez, A. Sanin, S. Rubio, Valorization of spent coffee grounds by supramolecular solvent extraction, *Sep. Purif. Technol.* 228 (2019) 115759, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.115759>.
- [8] R.G. Bitencourt, F.M.P.A. Mello, F.A. Cabral, A.J.A. Meirelles, High-pressure fractionation of spent coffee grounds oil using green solvents, *The Journal of Supercritical Fluids.* 157 (2020) 104689, <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2019.104689>.
- [9] N. Kondamudi, S.K. Mohapatra, M. Misra, Spent Coffee grounds as a source of bioactive compounds, *J. Agric. Food Chem.* 56 (2008) 11757–11760.
- [10] R. Burton, X. Fan, G. Austic, Evaluation of two-step reaction and enzyme catalysis approaches for biodiesel production from spent coffee grounds, *Int. J. Green Energy.* 7 (2010) 530–536, <https://doi.org/10.1080/15435075.2010.515444>.
- [11] D. Peshev, D. Mitev, L. Peeva, G. Peev, Valorization of spent coffee grounds – A new approach, *Sep. Purif. Technol.* 192 (2018) 271–277, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.10.021>.
- [12] Y.F. Shang, J.L. Xu, W.J. Lee, B.H. Um, Antioxidative polyphenolics obtained from spent coffee grounds by pressurized liquid extraction, *South African J. Bot.* 109 (2017) 75–80, <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2016.12.011>.

- [13] H. Ribeiro, J. Marto, S. Raposo, M. Agapito, V. Isaac, B.G. Chiari, P.F. Lisboa, A. Paiva, S. Barreiros, P. Simões, From coffee industry waste materials to skinfriendly products with improved skin fat levels, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 115 (2013) 330–336, <https://doi.org/10.1002/ejlt.201200239>.
- [14] M. Ramos-Andrés, C. Andrés-Iglesias, J. García-Serna, Production of molecular weight fractionated hemicelluloses hydrolyzates from spent coffee grounds combining hydrothermal extraction and a multistep ultrafiltration/diafiltration, *Bioresour. Technol.* 292 (2019) 121940, <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.121940>.
- [15] F. Acevedo, M. Rubilar, E. Scheuermann, B. Cancino, E. Uquiche, M. Garcés, K. Inostroza, C. Shene, Spent coffee grounds as a renewable source of bioactive compounds, *J. Biobased Mater. Bioenergy.* 7 (2013) 420–428, <https://doi.org/10.1166/jbmb.2013.1369>.
- [16] L.M. Magalhães, S. Machado, M.A. Segundo, J.A. Lopes, R.N.M.J. Páscoa, Rapid assessment of bioactive phenolics and methylxanthines in spent coffee grounds by FT-NIR spectroscopy, *Talanta.* 147 (2016) 460–467, <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2015.10.022>.
- [17] P.T.K. Le, Q.T.H. Vu, Q.T.V. Nguyen, K.A. Tran, K.A. Le, Extraction and evaluation the biological activities of oil from spent coffee grounds, *Chem. Eng. Trans.* 56 (2017) 1729–1734, <https://doi.org/10.3303/CET1756289>.
- [18] Y. Ma, X. Ye, Y. Hao, G. Xu, G. Xu, D. Liu, Ultrasound-assisted extraction of hesperidin from Penggan (*Citrus reticulata*) peel, *Ultrason. Sonochem.* 15 (2008) 227–232, <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2007.03.006>.
- [19] F.M.D. Nora, C.D. Borges, Ultrasound pretreatment as an alternative to improve essential oils extraction, *Ciência Rural.* 47 (2017) 1–9, <https://doi.org/10.1590/0103-8478cr20170173>.
- [20] T. Felix, F.A. Cassini, L.O.B. Benetoli, M.E.R. Dotto, N.A. Debacher, Morphological study of polymer surfaces exposed to non-thermal plasma based on contact angle and the use of scaling laws, *Appl. Surf. Sci.* 403 (2017) 57–61, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.01.036>.
- [21] R. Jayabalan, S. Marimuthu, K. Swaminathan, Changes in content of organic acids and tea polyphenols during kombucha tea fermentation, *Food Chem.* 102 (2007) 392–398, <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.05.032>.
- [22] V.V. Kovačević, B.P. Dojčinović, M. Jović, G.M. Roglič, B.M. Obradović, M.M. Kuraica, Measurement of reactive species generated by dielectric barrier discharge in direct contact with water in different atmospheres, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 50 (2017), <https://doi.org/10.1088/1361-6463/aa5fde>.
- [23] B.R. Locke, K.Y. Shih, Review of the methods to form hydrogen peroxide in electrical discharge plasma with liquid water, *Plasma Sources Sci. Technol.* 20 (2011), <https://doi.org/10.1088/0963-0252/20/3/034006>.

- [24] L.O. de B. Benetoli, B.M. Cadorin, V.Z. Baldissarelli, R. Geremias, I.G. de Souza, N. A. Debacher, Pyrite-enhanced methylene blue degradation in non-thermal plasma water treatment reactor, *J. Hazard. Mater.* 237–238 (2012) 55–62. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2012.07.067>.
- [25] B.A. Niemira, M. Gao, *Irradiation of Fluid Foods*, Elsevier Inc., 2012. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-381470-8.00007-4>.
- [26] N.N. Misra, X. Yopez, L. Xu, K. Keener, In-package cold plasma technologies, *J. Food Eng.* 244 (2019) 21–31, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.09.019>.
- [27] K.T.K. Phan, H.T. Phan, C.S. Brennan, J.M. Regenstein, K. Jantanasakulwong, D. Boonyawan, Y. Phimolsiripol, Gliding arc discharge non-thermal plasma for retardation of mango anthracnose, *Lwt.* 105 (2019) 142–148, <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.02.012>.
- [28] Z. Machala, B. Tarabova, K. Hensel, E. Spetlikova, L. Sikurova, P. Lukes, Formation of ROS and RNS in water electro-sprayed through transient spark discharge in air and their bactericidal effects, *Plasma Process. Polym.* 10 (2013) 649–659, <https://doi.org/10.1002/ppap.201200113>.
- [29] H. Lu, S. Patil, K.M. Keener, P.J. Cullen, P. Bourke, Bacterial inactivation by highvoltage atmospheric cold plasma: Influence of process parameters and effects on cell leakage and DNA, *J. Appl. Microbiol.* 116 (2014) 784–794, <https://doi.org/10.1111/jam.12426>.
- [30] T. Felix, et al., Morphological study of polymer surfaces exposed to non-thermal plasma based on contact angle and the use of scaling laws, *Applied Surface Science* 403 (2017) 57–61.
- [31] S. D. Anghel; D. Zaharie-Butucel.; I.E. Vlad. Single electrode Ar bubbled plasma source for methylene blue degradation and concurrent synthesis of carbon based nanoparticles. *Journal of Electrostatics*, v. 75, p. 63–71, 2015.
- [32] T. Wang , G. Qu., J. Ren., Q. Sun Q, D. Liang, S. Hu. Organic acids enhanced decoloration of azo dye in gas phase surface discharge plasma system. *J of Haz. Mat* 302 (2016) 65 – 71.
- [33] B. Mohammadi; A. A Ashkarran. Cold atmospheric plasma discharge induced fast decontamination of awide range of organic compounds suitable for environmental applications *Journal of Water Process Engineering*. v. 9 p,195–200, 2016.
- [34] J. Heinlin, *Plasma-Medizin, Anwendungsmöglichkeiten in der Dermatologie*, *JDDG - Journal of the German Society of Dermatology* 8 (12) (2010) 968–977.
- [35] B. Farouk; D. Staack.; A. Gutsol; A. Fridman. DC normal glow discharges in atmospheric pressure atomic and molecular gases. *Plasma Sources Sci. Technol.* v. 17, 2008.

- [36] R. Chaubey, S. Sahu, O.O. James, S. Maity, A review on development of industrial processes and emerging techniques for production of hydrogen from renewable and sustainable sources, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 23 (2013) 443–462. [37] B.A. Niemira, A. Gutsol. Nonthermal plasma as a novel food processing technology. In *Nonthermal Processing Technologies for Food*, ed. HQ, pp. 271–88. Ames, IA: Blackwell Publishing, 2010.
- [38] M. Selcuk, L. Oksuz, P. Basaran, Decontamination of grains and legumes infected with *Aspergillus* spp. and *Penicillium* spp. by cold plasma treatment, *Bior.Technology.v.* 99 (2008) 5104–5109.
- [39] B.A. Niemira, Decontamination of foods by cold plasma, in: D. Sun (Ed.), *Emerging Technologies for Food Processing*, 2ed, Academic, UK, 2014, pp. 327–333. [40] A. Sluiter, B. Hames, R. Ruiz, C. Scarlata, J. Sluiter, D. Templeton, D. Crocker, Determination of structural carbohydrates and lignin in biomass: Laboratory Analytical Procedure (LAP) (NREL/TP-510-42618), *Natl. Renew. Energy Lab.* (2012) 17. <https://doi.org/NREL/TP-510-42618>.
- [41] INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Métodos físico-químicos para análise de alimentos. Coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. 1020 p. Primeira edição digital.
- [42] M.S.M. Rufino, R.E. Alves, E.S. Brito, S.M. Morais, C.G. Sampaio, J.P. Jiménez, F.D.S. Calixto, Determinação da Atividade Antioxidante Total em Frutas pelo Método de Redução do, Ferro (FRAP) Embrapa Agroindústria Tropical (2006).
- [43] M. Laroussi, F. Leipold, Evaluation of the roles of reactive species, heat, and UV radiation in the inactivation of bacterial cells by air plasmas at atmospheric pressure, *Int. J. Mass Spectrom.* 233 (2004) 81–86, <https://doi.org/10.1016/j.ijms.2003.11.016>.
- [44] S.I. Mussatto, L.F. Ballesteros, S. Martins, J.A. Teixeira, Extraction of antioxidant phenolic compounds from spent coffee grounds, *Sep. Purif. Technol.* 83 (2011) 173–179, <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2011.09.036>.
- [45] M.C. Reis, F.A. Freitas, E.R. Lachter, R.A.S.S. Gil, R.S.V. Nascimento, R.L. Poubel, A. Leal Vieira Cubas, et al. Separation and Purification Technology 250 (2020) 117171 6 L.B. Borré, Produção de biodiesel a partir de ácidos graxos provenientes do refino de óleos vegetais via catálise ácida heterogenea e micro-ondas, *Quim. Nova.* 38 (2015) 1307–1312, <https://doi.org/10.5935/0100-4042.20150163>.
- [46] E.M. Hernandez, *Specialty Oils: Functional and Nutraceutical Properties. Functional and Nutraceutical Properties.*, Elsevier Ltd, 2015. <https://doi.org/10.1016/B978-1-78242-247-1.00004-1>.

[47] P.D.F.P. Goulart, J.D. Alves, E.M. De Castro, D.D. Fries, M.M. Magalhães, H.C. De Melo, Aspectos histoquímicos e morfológicos de grãos de café de diferentes qualidades, *Cienc. Rural*. 37 (2007) 662–666.

## CAPÍTULO 3

### ANÁLISE DA SÍNTESE DE COLÁGENO, TOXICIDADE, PROLIFERAÇÃO E MIGRAÇÃO CELULAR DE ÓLEO DA BORRA DE CAFÉ UTILIZANDO A TECNOLOGIA DO PLASMA NÃO TÉRMICO (PNT) COMO MÉTODO PRÉ-EXTRATIVO

#### Abstract

Coffee consumption is growing worldwide, in the year 2019, 167.90 million 60 kg bags were consumed worldwide, with Brazil being the largest producer and exporter and the second largest consumer of the beverage. The amount of coffee by-products is extremely high, being mainly composed of immature / defective coffee, coffee husks, silver coffee (CS) and coffee grounds (SCGs).

Studies indicate that sludge oil contains high concentrations of polyunsaturated fatty acids, mainly linoleic and palmitic acid, which has excellent emollient, moisturizing properties for the skin. This study aimed to analyze the degree of toxicity, collagen synthesis and the potential for cell proliferation and migration of coffee grounds oil that passed through the plasma compared to oil that did not pass through the plasma. It was found that coffee oil that passed through the plasma has low toxicity and has great potential for cell proliferation and migration compared to the oil that did not pass through the plasma, and may be of great interest to the pharmaceutical and cosmetics industries, adding value to a waste available in large quantities associated with a clean technology that is non-thermal plasma.

Keywords: coffee grounds, oil, non-thermal plasma, cosmetic.

#### Resumo

O consumo de café está crescendo em todo o mundo, no ano de 2019 foram consumidos em nível mundial o equivalente a 167,90 milhões de sacas de 60kg, sendo o Brasil o maior produtor e exportador e o segundo maior consumidor da bebida. A quantidade de subprodutos do café é extremamente alta, sendo composta principalmente de café imaturo / defeituoso, cascas de café, café prateado e borra de café.

Estudos indicam que o óleo da borra contém altas concentrações de ácidos graxos poliinsaturados principalmente ácido linoléico e palmítico que tem excelentes propriedades emolientes, hidratantes da pele. Esse estudo teve como objetivo analisar o grau de toxicidade, a síntese de colágeno e o potencial de proliferação e migração celular do óleo da borra de café que passou pelo plasma comparado ao óleo que não passou pelo plasma. Constatou-se que o óleo de café que passou pelo plasma apresenta baixa toxicidade e tem grande potencial de proliferação e migração celular em relação ao óleo que não passou pelo plasma, podendo ser de grande interesse para as indústrias farmacêuticas e de cosméticos, agregando valor a um resíduo disponível em grandes quantidades associado a uma tecnologia limpa que é o plasma não térmico.

palavras-chave: borra de café, óleo, plasma não térmico, cosmético.

## 1. INTRODUÇÃO

A perda gradual da integridade fisiológica da pele caracterizada como envelhecimento representa uma das principais preocupações da sociedade moderna. A pele é um arranjo dinâmico, complexo e integrado de células, tecidos e elementos da matriz que regula a perda de calor e água do corpo, impedindo a invasão de substâncias e microorganismos tóxicos (Menon et al., 2012).

Nos últimos anos, o uso de ingredientes naturais foram introduzidos em várias formulações cosméticas devido a procura do consumidor por produtos mais eficazes que melhoram a aparência e a saúde da pele (Park et al., 2016), os produtos naturais em geral, não oferecem riscos a saúde humana, e na maioria das vezes, são obtidos de fontes reutilizáveis (Marto et al., 2016).

Segundo dados da Embrapa, o consumo de café está crescendo em todo o mundo, sendo introduzido aos hábitos culturais de muitos países, no ano de 2019 foram consumidos em nível mundial o equivalente a 167,90 milhões de sacas de 60kg, sendo o Brasil o maior produtor e exportador e o segundo maior consumidor da bebida. A quantidade de subprodutos do café é extremamente alta, sendo composta principalmente de café imaturo / defeituoso, cascas de café, café prateado (CS) e borra de café (SCGs).

Recentemente, muitos estudos se concentraram em investigar a composição desses resíduos e suas aplicações, sendo que a borra do café apresenta em sua composição essencialmente polissacarídeos, oligossacarídeos, lipídios, ácidos alifáticos, aminoácidos, proteínas, alcalóides (por exemplo, cafeína, trigonelina) e fenólicos, minerais, lignina, melanoidinas e compostos voláteis (MUSSATTO et al. 2011; PUJOL et al. 2013; CAMPOS-VEGA et al., 2015).

Poucos estudos foram realizados para avaliar a toxicidade e segurança dos subprodutos do café como potencial ingrediente cosmético. A avaliação do potencial toxicológico é o primeiro passo na avaliação de risco de um ingrediente que consiste em uma série de estudos de toxicidade, específicos para parâmetros toxicológicos distintos. Devido à sua composição, a borra de café possui propriedades funcionais como capacidade de retenção de água e de retenção de óleo, atividade emulsificante (54,7%), estabilidade da emulsão (92,4%) e potencial antioxidante (BALLESTEROS et al., 2014).

Entre os compostos bioativos presentes nas sementes de café, os compostos fenólicos destacam-se por sua ação antioxidante. Desses compostos fenólicos, os ácidos clorogênicos são a principal classe responsável pela atividade antioxidante. Estes compostos têm propriedades de eliminação de radicais livres in vitro e evitam a propagação de processos oxidativos (Ohnishi, et al., 1994; Rivelli et al.,2007). Os compostos fenólicos do óleo de borra de café têm sido estudados devido aos seus efeitos benéficos à saúde

humana. A associação entre a ingestão de compostos fenólicos e uma ação protetora contra várias doenças foram atribuídas à sua atividade antioxidante (BALLESTEROS et al., 2017).

Eles demonstraram ser ativos nos tecidos da pele, impedindo a destruição do colágeno e ativação de colagenase. É importante ressaltar que a eficácia dos polifenóis no reparo do tecido cutâneo é determinado inicialmente pela sua propriedades físico-químicas e capacidade de superar as barreira epidérmica para obter receptores apropriados.

Nos cosméticos o uso de plantas tem aumentado nos últimos anos e nesse contexto os óleos vegetais apresentam várias propriedades que, podem colaborar para melhorar as características físico-químicas e biológicas da pele. Um dos óleos vegetais utilizado como ativo ou adjuvante em cosméticos é o óleo de café. Este é uma complexa mistura de substâncias com predomínio de triglicerídeos que é extraído dos grãos com ou sem torrefação da espécie *Coffea arábica*. (Wagemaker, 2013).

De acordo com BISPO et al. (2008) um dos desafios no desenvolvimento de produtos cosméticos, principalmente os chamados “antiaging” é inibir as lesões oxidativas causadas pelas Espécies Reativas de Oxigênio (EROs). O óleo é o componente economicamente mais valioso extraído da borra de café, e sua qualidade pode ser melhorada para aplicações na indústria cosmética e farmacêutica, ou para uso como fonte de outros compostos valiosos como cafeína, esteróis, terpenos e tocoferóis (CAMPOS-VEGA et al., 2015). Apesar de ingredientes botânicos serem utilizados à formulações cosméticas, a investigação rigorosa sobre a sua eficácia e segurança é muitas vezes escassa (Voytena, 2017).

Este artigo tem por objetivo principal avaliar a síntese de colágeno, toxicidade, proliferação e migração celular de óleo da borra de café utilizando o Soxhlet e a tecnologia do plasma não térmico (PNT) como método pré-extração.

O PNT é formado por um gás ionizado parcialmente, no qual a energia média dos elétrons é consideravelmente mais elevada do que a dos íons e moléculas de gás. A descarga é formada através da aplicação de um campo elétrico intenso, o que provoca a formação de auto-propagação eletrônica dentro do volume de gás (FRIEDMAN et al., 2008). Uma vez gerado o gás ionizado, são produzidas espécies quimicamente ativas conhecidas como radicais livres que podem causar danos às membranas celulares por radiação ultravioleta (UV) (GALLAGHER et al., 2007).

Estudos prévios de nosso grupo de pesquisa tem mostrado que a aplicação do PNT como método de pré-extração de óleo da borra de café permite a formação de espécies altamente reativas formadas durante a descarga de plasma, como as espécies de oxigênio e nitrogênio (O<sub>2</sub>, O<sub>3</sub>, OH, NO, NO<sub>2</sub>), juntamente com partículas carregadas e radiação ultravioleta (UV), interagindo quimicamente com a membrana de endosperma das células

moídas da borra do café, causando sua ruptura e facilitando a extração do óleo, o que resulta em aumento da eficiência de extração em relação a quantidade de óleo extraído e sem alterar quimicamente a qualidade dos compostos ativos obtidos (Cubas, et al 2020).

Sendo assim esse trabalho complementa o trabalho anterior que avaliou as propriedades químicas do óleo submetido ao PNT, dessa vez foi verificado se a aplicação do PNT no óleo da borra do café pode alterar seu efeito na síntese de colágeno, toxicidade, proliferação e migração celular com perspectivas futuras em avaliar as diferenças dos compostos fenólicos entre os processos de extração, sendo que o café plasma teve maior atividade sequestrante de radicais livres em relação ao café branco.

## 2.MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Amostra in natura

A borra de café (*Coffea arábica*) foi fornecida pela cafeteria da universidade, foram utilizadas amostras de 5g de borra de café diluído em 25mL de água destilada por ensaio.

### 2.2 Extração da amostra no reator de plasma

A amostra de borra de borra de café diluída em água destilada foi submetida ao reator de plasma durante 10 minutos sob agitação constante (Cubas et al. 2020). O reator de PNT é acoplado a fonte de alta tensão de 30 Watts e o gás utilizado para gerar o plasma foi o argônio(3L/min), após passar pelo PNT a amostra foi seca em estufa a 50°C por 48h. A amostra já seca foi submetida a extração no Soxlet por 4 h com solvente n-hexano. O n-hexano foi removido em um evaporador rotativo e o óleo extraído foi utilizado para fazer os ensaios de síntese de colágeno, toxicidade, proliferação e migração celular. A amostra controle de óleo foi obtida pela extração da borra do café diretamente no Soxlet sem passar previamente pelo reator de PNT.

### 2.3 Teste de citotoxicidade por MTT

O teste do MTT {brometo de [3-(4,5-dimetiltiazol-2yl)-2,5-difenil tetrazolium]} é um teste colorimétrico usado para avaliar a viabilidade celular. Desidrogenases mitocondriais, presentes apenas em células metabolicamente viáveis, clivam o anel de tetrazólio, transformando-se de um composto de coloração amarela em um composto de coloração roxa, chamado de formazan {E,Z- 1-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-1,3-diphenylformazan}, que são cristais insolúveis em soluções aquosas. Assim sendo, a produção de formazan reflete

o estado funcional da cadeia respiratória, ou seja, quanto mais forte a coloração maior a viabilidade celular (Mosmann, 1983) . Fibroblastos 3T3 clone A31 foram plaqueadas em placas de 96 poços na concentração de  $1 \times 10^5$  células/mL.

As células foram tratadas com óleo da borra de café extraído pelo plasma e do óleo da borra extraído pelo método Soxlet, em diferentes concentrações (0,03125 à 1mg/mL). Os experimentos foram realizados em triplicata. Foi utilizado um controle positivo com meio e DMSO (O DMSO é um solvente para solubilizar compostos apolares) nas mesmas concentrações da amostra e um controle somente com meio. Dessa forma observamos que a concentração de DMSO utilizada não é tóxica. A concentração máxima de DMSO reconhecida é incapaz de causar toxicidade celular 1% (v/v). Assim foi utilizado essa concentração para solubilizar os óleos de café ao meio de cultura, comprovando a não toxicidade de DMSO 1%. O meio de cultura foi utilizado como branco para as leituras por espectrofotometria no UV-VIS e a leitura utilizada em 540nm. O meio de cultura sem a célula, analisa por espectro e, 540nm. Onde a partir desse resultado é feita a média de todas as absorbâncias menos a do branco. A viabilidade celular foi expressa em porcentagem, com base nas células controle e os valores de viabilidade calculados de acordo com a seguinte equação:

$$Cv = \left[ \left( \frac{C_{me} - B_m}{C_{ctrl_m} - B_m} \right) \right] * 100$$

#### 2.4 Teste de migração celular (SCRATCH ASSAY)

Este ensaio avaliou à migração de fibroblastos 3T3, segundo BALEKAR et al. (2012). Fibroblastos 3T3, clone A31 foram inoculados ( $5 \times 10^5$  clone A31 células/poço), em placas de 24 poços contendo DMEM como meio de cultura, suplementado com 10% de soro fetal bovino (SFB). Os cultivos foram incubados overnight, a 37°C, em atmosfera de CO2 5%. Após o período de incubação, o meio de cultura foi removido e a camada aderente de células sofreu uma ranhura feita com uma ponteira estéril de micropipeta.

Os debris celulares foram removidos através de lavagem com PBS. Controles negativos receberam somente DMEM suplementado com 10% SFB. As células foram incubadas por 24 h, a 37°C, em atmosfera de CO2 5%. As imagens da área da ranhura foram capturadas imediatamente após a lesão (tempo 0) e após 24 h de incubação, através de câmera fotográfica acoplada ao microscópio (40x de magnitude). As fotos foram analisadas através do programa ImageJ, versão 1.42q (National Institute for Health, EUA) para determinar a largura da ranhura e a taxa de migração celular, no tempo 0 e no tempo 24hs. As fotos foram analisadas através do programa ImageJ, versão 1.42q (National

Institute for Health, EUA) para determinar a largura da ranhura e a taxa de migração celular, variável esta calculada através da fórmula:

$$\text{Taxa de migração (\%)} = \frac{\text{Distância entre a ranhura (0 h)} - \text{Distância entre a ranhura (12h)}}{\text{Distância entre a ranhura (0 h)}} \times 100$$

## 2.5 Ensaio síntese de colágeno

Fibroblastos da linhagem 3T3, clone A31, foram plaqueados ( $5 \times 10^3$  células por poço) em meio de cultura DMEM 10 % SFB, em placas de 96 poços (100  $\mu$ l por poço) e incubados em estufa (37 °C, 5% CO<sub>2</sub>) até atingirem confluência. As células foram tratadas com concentrações crescentes de óleo da borra de café que passou pelo plasma e óleo da borra de café que não passou pelo plasma (0,5 mg.mL), durante 72 h. Após o período de incubação, o meio foi retirado, as células lavadas com PBS e fixadas com Flúido de Bouin (15 mL solução aquosa saturada de ácido pícrico 1,3%, 5 mL formoldeído 35%, 1 mL ácido acético glacial), por 1 h. A solução fixadora foi removida e o excesso da mesma eliminado com lavagem com água corrente. As células foram incubadas por 1 h com o corante Sirius Red (1 mg.mL<sup>-1</sup>) em solução saturada de ácido pícrico (1,3%), seguido de uma lavagem com ácido clorídrico 0,01 M. O colágeno foi quantificado pela extração do corante com hidróxido de sódio 0,1 M e leitura de absorbância ( $\lambda = 550$  nm) em leitor de microplacas (Spectramax Paradigm Molecular Device - Sunnyvale, CA, EUA) (NETO et al., 2011). Os resultados foram expressos com a média das absorbâncias de incremento na produção de colágeno em relação ao controle (média  $\pm$  DP). Os ensaios foram realizados com 2 amostras em triplicata.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 3.1 Percentual de viabilidade celular teste toxicidade por MTT

A tabela abaixo demonstra a viabilidade celular(%) com base na absorbância média das células de controle. Os dados são representados como valores médios e trazem experimentos individuais para cada amostra.

Concentrações (mg/mL)	% de viabilidade branco	% de viabilidade plasma	DMSO	CTR meio
1	3,036	10,093	100,235	100,000
0,5	10,152	22,212		
0,25	12,038	31,276		
0,125	40,896	75,949		
0,0625	60,307	115,865		
0,03125	74,027	108,582		

Tabela 2: demonstra o cálculo do percentual de viabilidade celular sobre a média das amostras

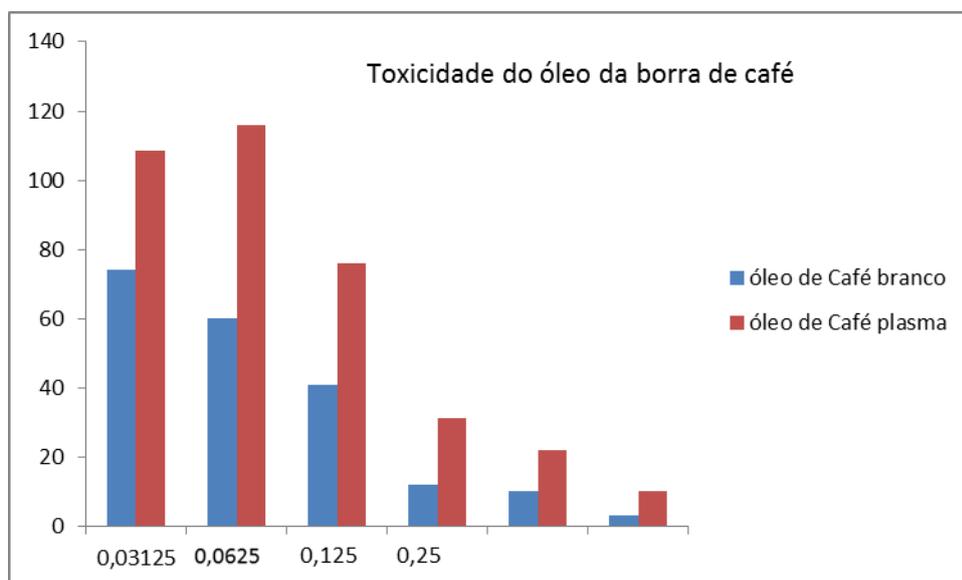


gráfico1 demonstra o percentual de viabilidade celular das amostras de branco e plasma.

O gráfico acima apresenta o comparativo entre a toxicidade do óleo da borra de café que foi extraído pelo PNT e do óleo da borra extraído somente pelo Soxhlet. Para o parâmetro da toxicidade foi utilizado o IC 50. Podemos observar no gráfico acima que os valores de 1, 0,5 e 0,25 são considerados tóxicos, por estarem abaixo de 50%. Já nos valores 0,125, 0,0625 e 0,03125, é possível observar a viabilidade celular que é mantida em torno de 100%, sendo sempre maior nas amostras que passaram pelo plasma, considerado portanto como não tóxico.

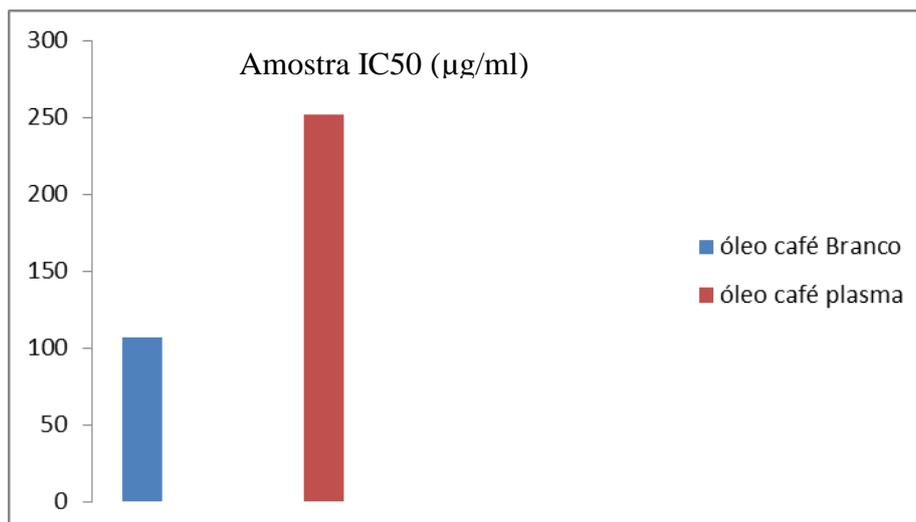


Gráfico2: demonstra que o óleo da borra do café representa ser menos tóxico

O IC50 do óleo da borra de café foi praticamente o dobro, demonstrando que o óleo da borra extraído pelo plasma apresentou ser menos tóxico, o que pode ser explicado devido estudos comparativos entre o óleo de café verde e café torrado realizados por (Voytena 2019), sendo que no óleo de café verde a concentração de compostos fenólicos evidenciaram uma tendência a toxicidade, comprometendo a viabilidade celular. Portanto, a toxicidade in vitro das frações polares dos óleos de café parece resultar de seus conteúdos relevantes em compostos fenólicos devido ao caráter polar dos desses compostos, estudos revelaram que foram encontrados baixa concentração de compostos fenólicos no óleo de café torrado que pode estar relacionado ao caráter lipofílico dos óleos e ao método de obtenção dos mesmos. Segundo os estudos de Voytena com os resultados obtidos é possível inferir que a maior atividade antioxidante observada em amostras de óleo de café torrado está relacionada aos compostos gerados durante o processo de torrefação, tendo em vista que compostos fenólicos comumente descritos para os grãos de café não foram encontrados nas amostras de óleo. oxigênio, e.g., radicais hidroxila, peroxila e ânions superóxidos.

### 3.2 Síntese de colágeno

O gráfico abaixo demonstra que no quesito síntese de colágeno não houve grande discrepância entre os dois grupos. O óleo de borra de café que passou no plasma se destacou na concentração de 0.5, sendo que o branco demonstrou melhor viabilidade no quesito síntese de colágeno, principalmente na concentração 0.125.

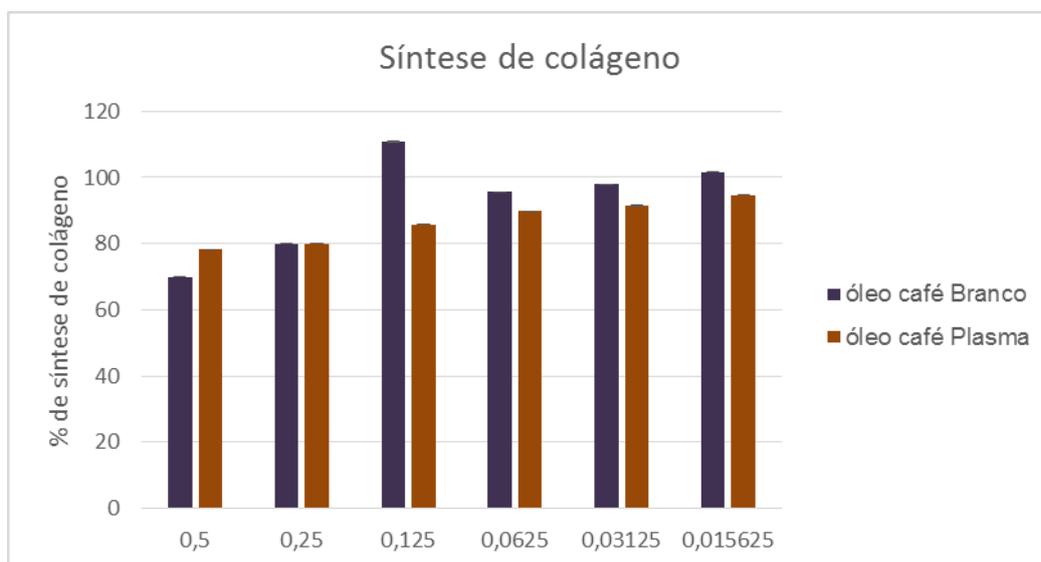


Gráfico 3: demonstra os resultados da síntese de colágeno

O resultado anterior que apresentou baixa toxicidade no óleo que passou pelo plasma pode estar relacionado com a diminuição dos compostos fenólicos, o que pode estar relacionado a não reação na síntese de colágeno no presente teste, sendo que os compostos fenólicos demonstraram ser ativos nos tecidos da pele, impedindo a destruição do colágeno e ativação de colagenase. É importante ressaltar que a eficácia dos polifenóis no reparo do tecido cutâneo é determinado inicialmente pela sua propriedades físico-químicas e capacidade de superar as barreira epidérmica para obter receptores apropriados (Voytena, 2017)

### 3.3 Migração celular (**SCRATCH ASSAY**)

Os resultados do teste de migração celular (**SCRATCH ASSAY**) demonstraram que o óleo de café extraído pelo plasma tem um papel importante no processo de cicatrização na concentração 0.25 µg/mL em relação ao branco de acordo com o gráfico a seguir.

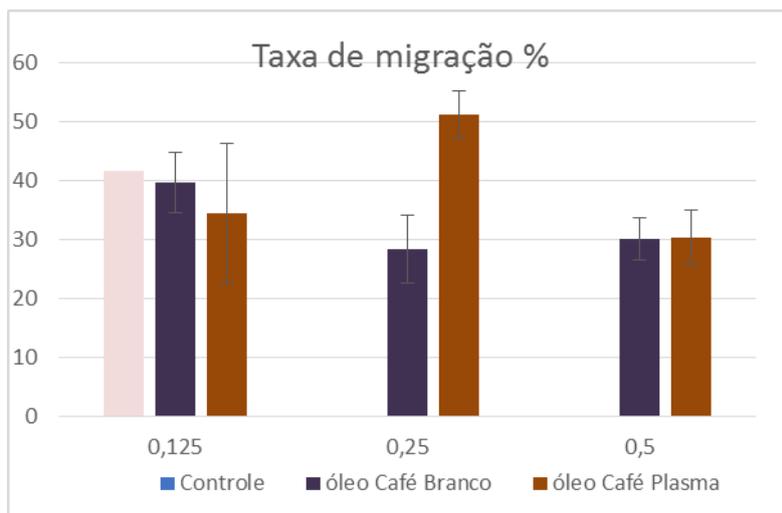


Gráfico4: demonstra a taxa de migração no café plasma em relação ao café branco

Segundo Voytena (2017) esse método mimetiza a migração celular durante a cicatrização de feridas in vivo. O ensaio consiste na realização de uma raspagem na superfície de uma camada de células confluentes, sendo mensurada a expansão da população celular sobre a superfície. As imagens abaixo demonstram a ranhura feita na placa do branco e do óleo de borra de café que passou no plasma nos tempos 0 e 24hs, na concentração que mais se destacou que foi de 0.25  $\mu\text{g/mL}$



Figura 1: tempo 0 café branco



Figura 2: tempo 0 café plasma



Figura 2: tempo 24hs café branco



Figura 2: tempo 24hs café plasma

Esse resultado pode ser explicado devido a quantidade de ácidos graxos presentes no óleo da borra do café, com elevado poder antioxidante principalmente o oleico e

linoleico, em estudos prévios de nosso grupo de pesquisa (Cubas et al 2020) que avaliou a concentração de ácidos graxos foi possível perceber que o método de plasma apresentou a maior concentração de ácido oleico, o método de ultrassom apresentou a maior concentração de ácido linoleico e o branco apresentou a maior concentração de ácido palmítico.

Na tabela abaixo é apresentado as médias de concentrações de substâncias e seu método de extração com seu desvio padrão amostral.

Tabela 3 - Médias de concentração de substâncias e seu desvio padrão amostral.

<b>Métodos de extração</b>	<b>Média ácido palmítico</b>	<b>Média ácido linoleico</b>	<b>Média ácido oleico</b>	<b>Média ácido esteárico</b>	<b>Média ácido ecosanóico</b>
Branco	0,5±0,05	0,16±0,05	0,11±0,01	0,11±0,01	0,03±0,002
Ultrassom	0,43±0,01	0,38±0,10	0,11±0,006	0,08±0,01	0,01±0,01
Plasma	0,42±0,04	0,31±0,03	0,13±0,02	0,09±0,006	0,02±0,006

\* Valor médio ± desvio padrão amostral

Estudos tem mostrado que os de ácidos graxos essenciais (AGE), contribuem para o processo de reparação tecidual, possuem propriedades antioxidantes e protegem a membrana celular do ataque dos radicais livres. proporcionando a manutenção da hidratação dos tecidos favorecendo o processo de cicatrização da pele (Ferreira, et al 2012). Estudos também indicam que os ácidos graxos são promissores no tratamento adjunto de muitas doenças da pele, incluindo dermatite atópica, psoríase e acne, entre outras.( Pitz, 2018).

Os ácidos graxos essenciais promovem quimiotaxia (atração de leucócitos) e angiogênese (formação de novos vasos sanguíneos), mantêm o meio úmido, aceleram o processo de granulação tecidual, facilitam a entrada de fatores de crescimento, promovem mitose e proliferação celular, atuam sobre a membrana celular, aumentando a sua permeabilidade ( Manhezi et al 2008).

## Conclusão

O estudo sobre os óleos nos ensaios in vitro, o óleo de café que passou pelo plasma demonstrou não apresentar potencial citotóxico em concentrações até 0,125 mg.mL, entretanto, concentrações mais elevadas do óleo devem ser cuidadosamente consideradas, tendo em vista o potencial citotóxico observado nas concentrações de 0,25, 0,5 e 1 mg.mL. Tanto o óleo de café que passou pelo plasma como o óleo que não passou pelo plasma induziram a proliferação de fibroblastos e a síntese de colágeno, cabendo ressaltar que melhores resultados foram obtidos com o óleo de café que não passou pelo plasma. As amostras analisadas induziram a proliferação e migração celular principalmente no café que passou pelo plasma na concentração de 0,25 mg.mL. Diante dos resultados obtidos neste trabalho, em especial ao óleo de café que passou pelo plasma, que se destaca pelas grandes quantidades de ácidos graxos como palmítico, linoleico e oleico podemos concluir que destacam-se como potenciais ativos (dermo)cosméticos, dadas as suas propriedades estimulantes principalmente da proliferação de fibroblastos, além da atividade como antioxidantes tópicos. Efeitos estes positivos que despertam interesse em processos de desenvolvimento de novos produtos para indústria cosmética.

## Bibliografia

- ABIC - Associação Brasileira da Indústria de Café. História. <http://www.abic.com.br/publique/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?sid=61#5103>. Acesso em: 28 maio. 2018.
- BALLESTEROS, L.F., TEIXEIRA, J.A., MUSSATTO, S.I., Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin. *Food Bioprocess Technol.* 7, 3493-3503. 2014.
- Bispo, K.C. Measuring the antioxidante potencial of na açai extract. *Cosmetics & Toiletries*, v.123, n.8, p.47-50, 2008.
- CAMPOS-VEGA, R., LOARCA-PINA, G., VERGARA-CASTANEDA, H.A., OOMAH, B.D., Spent coffee grounds: A review on current research and future prospects. *Trends Food Sci. Technol.* 45, 24-36. 2015.
- CUBAS A. L. V. ; MACHADO, M.M; BIANCHET, R.T; HERMANN, K.A.C; BORK, J.A; DEBACHER, N.A; LINS, E.F; MARASCHIN, M; COELHO, D.S; MOECKE, E.H.S [Oil extraction from spent coffee grounds assisted by non-thermal plasma](#) *Separation and Purification Technology* Pub Date : 2020-06-17 , DOI: [10.1016/j.seppur.2020.117171](https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.117171)
- FRIDMAN, A. Plasma Chemistry. New York: Cambridge University Press, 2008.
- ISAAC, Gustavo Elias Arten., O desenvolvimento sustentável do setor cosmético e o comportamento do consumidor frente aos cosméticos sustentáveis. 2016.
- Marto, J. et al. The green generation of sunscreens: Using coffee industrial sub-products. *Industrial Crops and Products* **2016, 80, 93**.
- MOECKE E. H. S.; FELLER R.; SANTOS H. A.; MACHADO M. M.; CUBAS A. L. V.; DUTRA A.R.A.; SANTOS L.L.V.; SOARES S. S. Biodiesel Production from Waste Cooking Oil for Use as Fuel In Artisanal Fishing Boats: Integrating Environmental, Economic and Social Aspects. *Journal of Cleaner Production*. Volume 135, 1 November, Pages 679-688, 2016.
- Mosmann, T. Rapid colorimetric assay for cellular growth and survival: Application to proliferation and cytotoxicity assays, *J. Immunol. Methods.* 65 (1983) 55–63. [https://doi.org/10.1016/0022-1759\(83\)90303-4](https://doi.org/10.1016/0022-1759(83)90303-4)
- MUSSATTO, S.I., CARNEIRO, L.M., SILVA, J.P.A., ROBERTO, I.C., TEIXEIRA, J.A. A study on chemical constituents and sugars extraction from spent coffee grounds. *Carbohydr. Polym.* 83, 368-374. 2011.
- WAGEMAKER, T.A.L., FERNANDES, A.S., MAIA CAMPOS, P.M., RODRIGUES, L.M., RIJO, P. Evaluation of antioxidant and antimicrobial activities of green coffee oil in cosmetic formulations. *Biomed. Biopharm.*
- PITZ, H.S Avaliação da DA atividade antioxidante in vitro de extratos de cascas de jabuticaba (plinia peruviana) e sua atuação durante o processo de cicatrização. Tese

submetida ao Programa de Pós-Graduação em Biologia Celular e do Desenvolvimento da Universidade Federal de Santa Catarina, 2018;

VOYTENA, A.P. Caracterização do perfil químico e avaliação de segurança e eficácia in vitro do óleo de café (*Coffea arabica* L.) visando aplicação cosmética. Tese submetida ao Programa de PósGraduação em Biologia Celular e do Desenvolvimento da Universidade Federal de Santa Catarina, 2017

## CONCLUSÃO

Assegurar padrões de produção e de consumo sustentáveis é um dos desafios do milênio, estando entre os objetivos do desenvolvimento sustentável da agenda 2030 estabelecidos pela ONU, mais precisamente o objetivo doze, que prevê até 2030, reduzir substancialmente a geração de resíduos por meio da prevenção, redução, reciclagem e reuso (BRASIL, 2017). Diante desse cenário buscam-se cada vez mais produtos biodegradáveis oriundos de matéria prima renovável ou de reaproveitamento de resíduos, os cosméticos naturais vêm ganhando amplitude, a qual gera um desafio para todas as áreas de pesquisa, como o estudo de novas matérias primas oriundas de compostos naturais e formas de extração mais eficientes.

A literatura científica apresenta trabalhos que envolvem reutilização dos resíduos da borra para indústria de cosméticos, surgindo como alternativa a substituição de produtos sintéticos. Os ingredientes naturais tem atraído cada vez mais a atenção dos consumidores, que além de valorizarem a sustentabilidade, também estão preocupados com a saúde.

A utilização de resíduos como a borra de café tem sido uma das prioridades dos países produtores, tanto por razões ecológicas como econômicas e sociais. Várias formas de reciclagem destes resíduos são estudadas, contudo, a maior parte dos processos não é tecnologicamente eficiente, causa poluição secundária ou não é economicamente viável (Santos, 2016).

Os resultados do presente estudo demonstram o potencial do óleo da borra do café para utilização na indústria cosmética devido a sua composição rica em compostos bioativos, como antioxidantes e ácidos graxos, agregando a vantagem de ser um resíduo disponível em grandes quantidades no mundo, podendo substituir produtos sintéticos que são produzidos de matérias primas não renováveis gerando resíduos não biodegradáveis.

A utilização do PNT como método de pré-extração do óleo da borra do café se mostrou muito eficiente, considerado uma tecnologia limpa por usar pouca energia e não gerar resíduos, o PNT dobrou o rendimento de extração em comparação ao uso apenas do Soxhlet e aumentou o rendimento em cerca de 30% em relação ao ultrassom, melhorando ainda algumas propriedades do óleo quando usado como cosmético, como menor grau de toxicidade e aumento do potencial de migração celular que pode ser influenciado pelos ácidos linoleico, palmítico e oleico presentes no óleo, colaborando diretamente no alto poder de hidratação.

Esse trabalho ressaltou o potencial do uso de um resíduo em abundância no mundo, a borra de café, para produção de cosméticos, produtos com alto valor agregado, utilizando uma tecnologia limpa para extração do óleo, no caso o PNT. Esse trabalho se destaca por sua contribuição na busca dos objetivos do desenvolvimento sustentável, pois além de oferecer uma alternativa de reaproveitamento de resíduos da indústria cafeeira,

também colabora com a economia circular - resíduo de uma indústria servindo de matéria prima para outra e oferece uma alternativa de cosmético natural e biodegradável.

## 6 Referências

ABIC - Associação Brasileira da Indústria de Café. História. <http://www.abic.com.br/publique/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?sid=61#5103>. Acesso em: 28 maio. 2018.

BALLESTEROS, L.F., TEIXEIRA, J.A., MUSSATTO, S.I., Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin. *Food Bioprocess Technol.* 7, 3493-3503. 2014.

BOGAERTS, A. et al. Gas discharge plasmas and their applications. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, [s.l.], v. 57, n. 4, p.609-658, abr. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0584-8547\(01\)00406-2](http://dx.doi.org/10.1016/s0584-8547(01)00406-2). 2002.

BURTON R, FAN X, AUSTIC G. Evaluation of two-step reaction and enzyme catalysis approaches for biodiesel production from spent coffee grounds. *International Journal of Green Energy*;7:530–6. 2010.

BURNIOL-FIGOLS, A., CENIAN, K., SKIADAS, I.V., GAVALA, H.N., Integration of chlorogenic acid recovery and bioethanol production from spent coffee grounds. *Biochem. Eng. J.* 116, 54-64. 2016.

CAMPOS-VEGA, R., LOARCA-PINA, G., VERGARA-CASTANEDA, H.A., OOMAH, B.D., Spent coffee grounds: A review on current research and future prospects. *Trends Food Sci. Technol.* 45, 24-36. 2015.

CASTRO, C.S., ABREU, A.L., SILVA, C.L.T., GUERREIRO, M.C., Phenol adsorption by activated carbon produced from spent coffee grounds. *Water Sci. Technol.* 64, 2059-2065. 2011.

CHIARI, B.G., TROVATTI, E., PECORARO, E., CORRÊA, M.A., CICARELLI, R.M.B., RIBEIRO, S.J.L., ISAAC, V.L.B. Synergistic effect of green coffee oil and synthetic sunscreen for health care application. *Ind. Crop Prod.* 52, 389–393. 2014.

COSCARELLI, C. 2010. “Quem inventou o Nespresso fui eu”. URL: [http://www.istoedinheiro.com.br/noticias/32412\\_QUEM+INVENTOU+O+NESPRESSO+O+F](http://www.istoedinheiro.com.br/noticias/32412_QUEM+INVENTOU+O+NESPRESSO+O+F). Acedido a 28 de Setembro de 2012.

DURÁN, C. A. A.; TSUKUI, A.; SANTOS, F. K. F; MARTINEZ, S. T.; BIZZO, H. R.; REZENDE, C. M. Café: Aspectos Gerais e seu Aproveitamento para além da Bebida. *Rev. Virtual Quim.*, 2017, 9 (1), no prelo. Data de publicação na Web: 22 de novembro de 2016.

FREITAS SP, MONTEIRO PL, LAGO RCA. Extrac<sub>o</sub>o do oleo da borra de café solúvel com etanol comercial. In: I Simpósio de Pesquisa dos Cafés do Brasil; p. 740–3 [book of expanded abstracts]. 2000.

FRIDMAN, A. *Plasma Chemistry*. New York: Cambridge University Press, 2008.

FULLER, M.F., *The Encyclopedia of Farm Animal Nutrition*. CABI Publishing, Oxon UK, pp. 111. 2004.

GETACHEW, A.T., CHUN, B.S. Influence of pretreatment and modifiers on subcritical water liquefaction of spent coffee grounds: A green waste valorization approach. *J. Cleaner Prod.* 142, 3719-3727. 2017.

- ISAAC, Gustavo Elias Arten., O desenvolvimento sustentável do setor cosmético e o comportamento do consumidor frente aos cosméticos sustentáveis. 2016.
- JANISSEN, B., HUYNH, T. Chemical composition and value-adding applications of coffee industry by-products: A review. *Resour. Conserv. Recy.* 128, 110-117. 2018.
- KONDAMUDI N, MOHAPATRA SK, MISRA M. Spent coffee grounds as a versatile source of green energy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*; 56:11757–60. 2008.
- KROYER, G.T., KRETSCHMER, L., WASHIITTL, J. Antioxidant properties of tea and coffee extracts. In: *Proc. 5th Eur. Conf. Food Chem.*, vol. 2, pp. 433–437. 1989.
- MARTINEZ-SAEZ, N.; GARCÍA, A. T.; PÉREZ, I. D.; REBOLLO-HERNANZ, M.; MESÍAS, M.; MORALES, F. J.; MARTÍN-CABREJAS, M. A.; CASTILLO, M. D. Use of spent coffee grounds as food ingrediente in bakery products. *Food Chemistry*, 216, 114. [CrossRef] 2017.
- MOECKE E. H. S.; FELLER R.; SANTOS H. A.; MACHADO M. M.; CUBAS A. L. V.; DUTRA A.R.A.; SANTOS L.L.V.; SOARES S. S. Biodiesel Production from Waste Cooking Oil for Use as Fuel In Artisanal Fishing Boats: Integrating Environmental, Economic and Social Aspects. *Journal of Cleaner Production*. Volume 135, 1 November, Pages 679-688, 2016.
- MURTHY, P.S., NAIDU, M.M., Recovery of Phenolic Antioxidants and Functional Compounds from Coffee Industry By-Products. *Food Bioprocess Technol.* 5, 897-903. 2012.
- MUSSATTO, S.I., CARNEIRO, L.M., SILVA, J.P.A., ROBERTO, I.C., TEIXEIRA, J.A. A study on chemical constituents and sugars extraction from spent coffee grounds. *Carbohydr. Polym.* 83, 368-374. 2011.
- PANUSA A, ZUORRO A, LAVECCHIA R, MARROSU G, PETRUCCI R. Recovery of natural antioxidants from spent coffee grounds. *J Agric Food Chem.* 2013.
- PEREDA, M.C.V.P., DIEAMANT, C.G., EBERLIN, S., NOGUEIRA, C., COLOMBO, D., DI STASI, L.C., SOUZA-QUEIROZ, M.L. Effect of green *Coffea arabica* L. seed oil on extracellular matrix components and water-channel expression in in vitro and ex vivo human skin models. *J. Cosmetic Dermatol.* 8, 56–62. 2009.
- PEREDA, M.D.C.V., (PhD Thesis) Study of the effects obtained with the oil extracted from the green seeds of *Coffea arabica* L. and phytoesters of *Brassica campestris* L. in the cellulite improvement. Faculty of Medical Sciences, Universidade Estadual de Campinas. Campinas, SP, Brazil, 216 pp. 2009.
- PUJOL, D., LIU, C., GOMINHO, J., OLIVELLA, M.A., FIOL, N., VILLAESCUSA, I., PEREIRA, H. The chemical composition of exhausted coffee waste. *Ind. Crops Prod.* 50, 423-429. 2013.
- RODRIGUES F, NUNES MA, ALVES RC, OLIVEIRA MBPP. Applications of recovered bioactive compounds in cosmetics and other products. In: *Handbook of Coffee Processing By-Products: Sustainable Applications*. 2017.
- RIBEIRO, H. M. et al. Converting Spent Coffee Grounds into Bioactive Extracts with Potential Skin Antiaging and Lightening Effects. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, v. 6, n. 5, p. 6289–6295, 7 maio 2018.

Sachs, I. Caminhos para o desenvolvimento sustentável. Rio de Janeiro: Garamound, 2009.  
TUCKER, C.M. Coffee Culture: Local Experiences, Global Connections. Taylor & Francis. 2011.

SANTOS, R.C.C. Desenvolvimento e caracterização de um sabonete contendo borras de café. 2016.

SAVIAN, A.L., VARELLA, F.T., ATAYDE, M.L., SILVA, C.B. Desenvolvimento e avaliação preliminar da estabilidade de emulsão não-iônica O/A contendo óleo de café verde como potencializador de fator de proteção solar. Rev. Bras. Farm. 91, 82–88. 2011.

WAGEMAKER, T.A.L., FERNANDES, A.S., MAIA CAMPOS, P.M., RODRIGUES, L.M., RIJO, P. Evaluation of antioxidant and antimicrobial activities of green coffee oil in cosmetic formulations. Biomed. Biopharm.