


COMPARAÇÃO DO USO DE CARVÃO ATIVADO COMERCIAL E CARVÃO ATIVADO DE EUCALIPTO VISANDO A DESTOXIFICAÇÃO DO HIDROLISADO HEMICELULÓSICO DA CASCA DE CAFÉ

COMPARISON OF THE USE OF COMMERCIAL ACTIVATED CARBON AND EUCALYPTUS ACTIVATED CARBON FOR THE DETOXIFICATION OF HEMICELLULOSIC HYDROLYSATE FROM COFFEE HUSKS

COMPARACIÓN DEL USO DE CARBÓN ACTIVADO COMERCIAL Y CARBÓN ACTIVADO DE EUCALIPTO PARA LA DESINTOXICACIÓN DEL HIDROLIZADO HEMICELULÓSICO DE CÁSCARAS DE CAFÉ

 <https://doi.org/10.56238/arev8n5-098>

Data de submissão: 24/04/2026

Data de publicação: 24/05/2026

Antônio Fernandes Rodrigues Júnior

Instituição: Universidade Federal de São João del-Rei

E-mail: antoniofrj001@gmail.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/8833443054359179>

Eduardo Roberto Garcia de Moraes

Instituição: Universidade Federal de São João del-Rei

E-mail: dudu060900@gmail.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/1709076465281828>

Letícia Garcia da Silveira

Instituição: Universidade Federal de São João del-Rei

E-mail: leticia.brasfort@aluno.ufsj.edu.br

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/1704457089960026>

Alexandre Bôscaro Franca

Instituição: Universidade Federal de São João del-Rei - Campus Alto Paraopeba

E-mail: alexandre.boscaro@ufsj.edu.br

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/4539473355526849>

Renata Carolina Zanetti Lofrano

Instituição: Universidade Federal de São João del-Rei - Campus Alto Paraopeba

E-mail: renataczlofrano@gmail.com

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/5561482457720983>

Boutros Sarrouh

Instituição: Universidade Federal de São João del-Rei

E-mail: bsarrouh@ufsj.edu.br

Lattes: <http://lattes.cnpq.br/7204534064025448>

RESUMO

Este estudo teve como objetivo comparar a destoxificação do hidrolisado ácido, obtido a partir da casca do café, utilizando dois diferentes tipos de carvão ativado, de origem vegetal (eucalipto) e

comercial padrão. A avaliação se deu pela quantidade de compostos fenólicos removidos e açúcares perdidos no processo. A destoxificação ocorreu através da neutralização do pH, adição de carvão ativado e posteriormente, remoção do precipitado por meio de centrifugação e filtração simples. As análises estatísticas de superfície de resposta indicaram que a condição ótima de temperatura para a remoção dos fenóis totais foi de aproximadamente 53,6 °C ao utilizar carvão ativado comercial e de 70,2 °C para o carvão ativado de eucalipto. Realizando o mesmo procedimento para a relação sólido-líquido (S:L), que variou de 1 a 3,68, obtiveram-se valores ótimos de 3,66 para o carvão comercial e 3,68 para o carvão de eucalipto, ambos muito próximos entre si.

Palavras-chave: Destoxificação. Hidrolisado Hemicelulósico. Casca de Café. Carvão Ativado. Eucalipto.

ABSTRACT

This study aimed to compare the detoxification of acid hydrolysate, obtained from coffee husks, using two different types of activated carbon: vegetable-based (eucalyptus) and standard commercial carbon. The evaluation was based on the amount of phenolic compounds removed and sugars lost in the process. Detoxification occurred through pH neutralization, addition of activated carbon, and subsequent removal of the precipitate by centrifugation and simple filtration. Response surface methodology (RSM) analyses indicated that the optimal temperature for the removal of total phenols was approximately 53.6 °C when using commercial activated carbon and 70.2 °C for eucalyptus activated carbon. Performing the same procedure for the solid-to-liquid ratio (S:L), which ranged from 1 to 3.68, optimal values of 3.66 were obtained for commercial carbon and 3.68 for eucalyptus carbon, both very close to each other.

Keywords: Detoxification. Hemicellulosic Hydrolysate. Coffee Husk. Activated Charcoal. Eucalyptus.

RESUMEN

Este estudio tuvo como objetivo comparar la desintoxicación del hidrolizado ácido, obtenido de la cáscara de café, utilizando dos tipos diferentes de carbón activado: de origen vegetal (eucalipto) y carbón comercial estándar. La evaluación se basó en la cantidad de compuestos fenólicos eliminados y azúcares perdidos durante el proceso. La desintoxicación se realizó mediante la neutralización del pH, la adición de carbón activado y la posterior eliminación del precipitado por centrifugación y filtración simple. Los análisis de la metodología de superficie de respuesta (MSR) indicaron que la temperatura óptima para la eliminación de fenoles totales fue de aproximadamente 53,6 °C con carbón activado comercial y de 70,2 °C con carbón activado de eucalipto. Al realizar el mismo procedimiento para la relación sólido-líquido (S:L), que varió de 1 a 3,68, se obtuvieron valores óptimos de 3,66 para el carbón comercial y de 3,68 para el carbón de eucalipto, ambos muy cercanos entre sí.

Palabras clave: Desintoxicación. Hidrolizado Hemicelulósico. Cáscara de Café. Carbón Activado. Eucalipto.

1 INTRODUÇÃO

A utilização de biomassas vegetais, como a casca de café, como fonte de matéria-prima para a produção biotecnológica de novos produtos vem despertando grande interesse devido à abundância e ao caráter renovável do material. Além disso, vem sendo um dos produtos primários com maior valor agregado no mundo, proporcionando milhões de empregos. E sendo fundamental na economia e política de diversos países no mundo (Embrapa, 2024). A produção mundial de café para 2023-2024 é de 171,4 milhões de sacas de 60kg. Como parte desse volume, a safra dos cafés da espécie de *Coffea arabica* (café arábica) foi calculada em 97,3 milhões de sacas (56,7%), e, de *Coffea canephora* (robusta+conilon) 74,1 milhões de sacas (43,3%). Estima-se que da produção total, a casca de café gerada é em torno de 50% em peso do total de café produzido (Embrapa, 2024). O Brasil é um país fortemente agrícola e produz anualmente, uma grande quantidade de biomassa vegetal, e em relação ao café, o país é líder mundial na sua produção. Portanto, esta biomassa lignocelulósica é uma fonte de energia renovável da terra, podendo ser utilizada para se obter produtos de alto valor agregado comercialmente (Freitas, 2023).

A casca de café é um material lignocelulósico, e o hidrolisado hemicelulósico é composto principalmente de três componentes orgânicos: celulose, hemicelulose e lignina. A caracterização química do hidrolisado hemicelulósico da casca de café apresentou concentrações de 38,05% de compostos extrativos, 24% de celulose, 19% de hemicelulose, 13,68% de lignina (Freitas, 2023). No entanto, é importante considerar que a casca de café, embora seja uma valiosa biomassa, contém compostos fenólicos que afetam a integridade da membrana celular (Wang et al., 2017). Esses compostos podem ser tóxicos e prejudiciais aos processos biotecnológicos envolvendo a casca de café. Portanto, é de grande importância abordar a destoxificação dos mesmos. Para o aproveitamento da biomassa vegetal da casca de café, é importante procedimentos de hidrólise eficazes. E um dos procedimentos empregados para o fracionamento de sua biomassa vegetal, é a hidrólise ácida, que solubiliza seus açúcares constituintes (Embrapa, 2024). No entanto, esse processo também resulta na liberação de compostos tóxicos derivados de furano, ácidos orgânicos e principalmente compostos fenólicos, causando preocupações sobre a toxicidade do hidrolisado. Sendo que os compostos fenólicos causam a perda da integridade da membrana biológica afetando a solubilidade de barreiras seletivas e matrizes enzimáticas, sendo que a toxicidade é dependente não apenas de suas concentrações no meio, mas da interação. Além disso, os compostos fenólicos são encontrados em resíduos lignocelulósicos, incluindo a casca de café, e são caracterizados por sua elevada toxicidade (Barbosa et al., 2014). Eles englobam inúmeros tipos de compostos aromáticos com distintos tamanhos de cadeias, ramificações e grupos funcionais, sendo majoritariamente derivados da

fragmentação da lignina, que afetam a integridade da membrana celular (Wang et al., 2017). Portanto, conforme estudo realizado por Polakovic (1992), constatou-se que os compostos fenólicos, apesar de agirem como antioxidantes, atuam como inibidores do processo de fermentação alcoólica, atuando sobre a enzima invertase da levedura. Portanto, têm ação inibidora à fermentação, e por isso são considerados tóxicos aos microrganismos. Para contornar esse desafio, a adsorção por carvão ativado surge como uma solução promissora. A adsorção é o processo de transferência de um ou mais constituintes (adsorvatos) de uma fase fluida para a superfície de uma fase sólida (adsorvente). Nesse processo, as moléculas presentes na fase fluida são atraídas para a zona interfacial devido à existência de forças atrativas não compensadas na superfície do adsorvente (Ruthven, 1984, citado por Mezzari, 2002).

A utilização de insumos químicos orgânicos, como o carvão ativado de eucalipto, se enquadra no conceito de biorrefinaria, cujo objetivo principal é otimizar o uso de recursos e minimizar os efluentes (Embrapa Agroenergia, 2011). Os benefícios que o carvão, vindo de uma fonte vegetal, possuem são: ser uma boa fonte para o sequestro de carbono (Woolf et al, 2010) além de ser excelente adsorvente para remoção de poluentes orgânicos (Chen; Chen, 2009). O carvão ativado é eficaz na remoção de compostos fenólicos tóxicos do hidrolisado hemicelulósico por meio da adsorção (Mezzari, 2002). Além disso, o processo de ativação do carvão aumenta sua porosidade, tornando-o ainda mais eficiente na remoção desses compostos. Desse modo, o carvão ativado pode ser utilizado na limpeza da água industrial e na remoção de substâncias como naftalenos, dodecil, sulfonato, benzeno, fenol e entre outros (Macedo, 2012). Dessa forma, ele se destaca como uma escolha vantajosa para a desintoxicação do hidrolisado hemicelulósico obtido a partir da casca de café. A eficácia dos procedimentos de destoxificação foi avaliada quanto à redução de compostos fenólicos e açúcares fermentescíveis por espectrofotometria empregando-se as técnicas de Folin Ciocalteu para compostos fenólicos e DNS para açúcares (Solange e Mussatto, 2004).

Essas técnicas são essenciais para monitorar o sucesso do processo de destoxificação e a qualidade do hidrolisado final. Em resumo, a casca de café, como biomassa renovável, tem um potencial significativo para a produção biotecnológica, mas a presença de compostos fenólicos tóxicos exige estratégias de destoxificação. A adsorção por carvão ativado se destaca como uma abordagem eficaz para a remoção desses compostos, tornando a casca de café uma fonte viável de energia renovável e insumos químicos de alto valor agregado. Sendo assim, este trabalho teve como objetivo avaliar a destoxificação do hidrolisado hemicelulósico obtido a partir da casca de café, visando à remoção de compostos fenólicos a partir da adsorção com carvão ativado comercial e carvão ativado

de eucalipto, a fim de se realizar uma comparação entre os dois sob qual conseguiu ser mais eficiente na adsorção.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A metodologia da pesquisa foi dividida dentre três etapas a serem seguidas linearmente, são essas: Destoxificação do hidrolisado hemicelulósico utilizando o carvão ativado, quantificação de fenóis totais e quantificação dos açúcares redutores pela técnica DNS.

2.1 DESTOXIFICAÇÃO DO HIDROLISADO HEMICELULÓSICO UTILIZANDO CARVÃO ATIVADO

O tratamento do hidrolisado hemicelulósico foi iniciado por meio da alteração do pH ácido de 0,4 para 7,0 com a adição de solução de NaOH (12 mol/L). Em seguida, o precipitado resultante será removido por centrifugação a 4000 xg por 15 min. O sobrenadante será coletado e em seguida adicionado carvão ativado com posterior agitação em incubadora de movimento giratório a 200 rpm em temperatura e tempo a depender do ensaio. Após este tempo, o hidrolisado tratado será centrifugado a 4000 xg por 15 min, para remoção dos sedimentos, e submetido em um processo de filtração simples. O sobrenadante coletado será caracterizado quanto à concentração dos açúcares redutores (pela técnica de DNS) com ao teor de fenóis totais (pela técnica de Folin-Ciocalteu). Os ensaios de tratamento do hidrolisado hemicelulósico serão realizados por meio de um planejamento fatorial com três pontos centrais (Tabela 1), cujas variáveis independentes seriam: temperatura (°C), tempo de tratamento (min) e relação carvão/hidrolisado (g de carvão / L de hidrolisado). As variáveis de resposta serão: a concentração de fenóis totais e a concentração de açúcares redutores, encontrados no hidrolisado pós-tratamento.

Tabela 1: Descrição das variáveis do planejamento experimental da destoxificação do hidrolisado hemicelulósico utilizando o carvão ativado comercial de eucalipto.

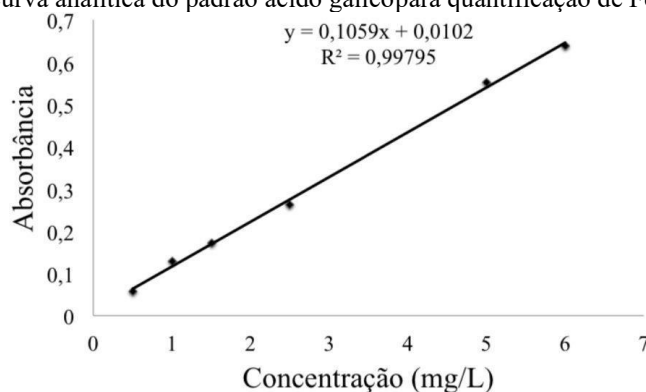
Variáveis	Níveis		
	(-)	0	(+)
Temperatura (°C)	30	45	60
Tempo (min)	30	60	90
Carvão/hidrolisado hemicelulósico (S/L, %)	1	2	3

Fonte: Próprio autor

2.2 QUANTIFICAÇÃO DE FENÓLICOS TOTAIS NOS HIDROLISADOS DA LIGNINA DE CASCA DE CAFÉ

Para a determinação de fenóis totais utilizou-se o método de Folin-Ciocalteu (Ahn et al., 2004; Singleton et al., 1999). Neste método colorimétrico, a reação baseia-se no princípio de que em meio alcalino, os fenóis reduzem a mistura dos ácidos fosfotúngstico e fosfomolibdico em óxidos de tungstênio e molibdênio de coloração azul (Monteiro *et al.*, 2006). A quantificação do teor dos fenóis totais será realizada por meio do preparo da solução de Na CO a 20% (p/v) em água destilada. Em seguida, a solução será resfriada a temperatura ambiente por 24 horas e posteriormente filtrada para remoção do particulado depositado no fundo. O hidrolisado hemicelulósico resultante do processo de destoxificação será diluído em água destilada na proporção de 1:50 em balões volumétricos de 250 mL. Em sequência, 3,2 mL desta diluição será adicionado com 200µL de reagente Folin-Ciocalteu. Os tubos serão agitados e permanecerão em repouso por 5 minutos, em seguida serão adicionados 600µL da solução de carbonato de sódio preparada anteriormente. Os tubos de ensaio serão mantidos no escuro por 30 minutos. Após este tempo, as absorvâncias foram medidas em espectrofotômetro no comprimento de onda de 760 nm contra o branco, constituído por água destilada e Folin-Ciocalteu. As concentrações dos compostos fenólicos totais foram calculadas utilizando uma curva padrão de ácido gálico (absorvância vs concentração), previamente construída nas concentrações de 0, 50, 100, 150, 250 e 500 mg/L. O conteúdo total de fenóis foi expresso em miligramas equivalente de ácido gálico por gramas de casca de café.

Figura 1: Curva analítica do padrão ácido gálico para quantificação de Fenóis Totais.



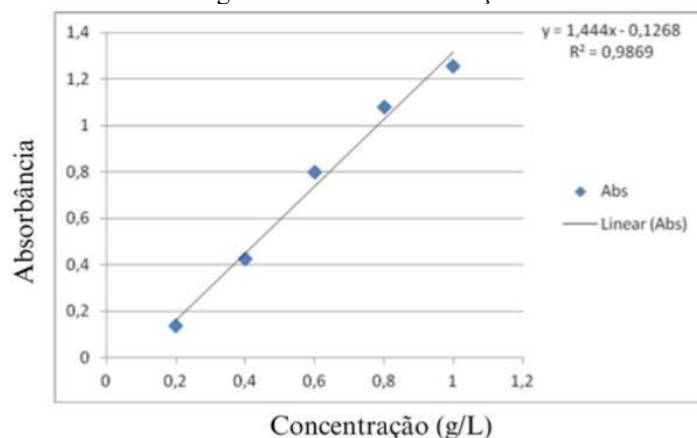
Fonte: Próprio autor

2.3 QUANTIFICAÇÃO DOS AÇÚCARES REDUTORES PELA TÉCNICA DNS

Para determinação dos açúcares fermentescíveis, foi utilizado o teste de DNS (ácido dinitrosalicílico). Segundo Maldonade *et al.* (2013), este teste se baseia na reação entre o açúcar redutor e o ácido 3,5- dinitrosalicílico (cor amarelo), que é reduzido a um composto colorido

avermelhado, o ácido 3-amino-5-nitrosalicílico, oxidando o monossacarídeo redutor. O reagente DNS foi constituído de 10,6 g de ácido 3,5-dinitrosalicílico; 19,8 g de hidróxido de sódio; 300 g de tartarato duplo de sódio e potássio dissolvidos em 1400 mL de água destilada. Posteriormente, adicionou-se 7,6 ml de fenol (fundido); 8,3 g de metabissulfito de sódio, completando com água destilada para volume de 1500 mL (Adney; Baker, 1996). Para o teste de DNS, adicionou-se 1 mL das amostras em tubos de ensaio contendo 1,5 mL do reagente DNS. Em seguida, os tubos foram aquecidos em banho-maria a 100°C (em ebulição) por 5 minutos e resfriados em banho de gelo por 5 minutos para inativação das enzimas. Após inativação, as amostras foram diluídas em água destilada na proporção de 1:100 para realização das leituras no espectrofotômetro a 540 nm (Adney; Baker, 1996; Miller, 1959). A determinação da concentração de açúcares redutores em cada uma das amostras foi realizada através da construção da curva de calibração de glicose (0,1 a 1 g/L) (Adney; Baker, 1996).

Figura 2: Curva de calibração.



Fonte: Próprio autor

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após a realização dos ensaios experimentais conforme o planejamento experimental, pôde-se obter os resultados da destoxificação do hidrolisado hemicelulósico da casca de café utilizando carvão ativado comercial e carvão ativado de eucalipto. A tabela 1 apresenta os dados obtidos, considerando as variáveis dependentes como temperatura (°C), relação sólido/líquido (massa de carvão ativado por volume de hidrolisado hemicelulósico utilizado) e tempo (min). As variáveis de resposta foram: a concentração final de fenóis totais (mg/L) e a concentração de açúcares totais (g/L).

Conforme os resultados obtidos na Tabela 2 do trabalho com carvão ativado comercial, os melhores ensaios foram os ensaios 6 e 14, pois obteve-se a maior remoção de fenóis totais. No ensaio 6, foram removidos aproximadamente 63% dos fenóis totais com perda insignificante de açúcares totais. E no ensaio 14, foram removidos aproximadamente 63,6% dos fenóis totais, novamente, com

perda insignificante de açúcares totais. Por outro lado, a Tabela 3 apresenta os ensaios com o carvão ativado de eucalipto, os melhores ensaios foram os ensaios 3 e 14, onde foram removidos aproximadamente 56% e 58% dos fenóis totais, respectivamente, com perdas de açúcares totais de aproximadamente 14% e 13%.

Tabela 2: Resultados dos ensaios de destoxificação considerando como variáveis dependentes: temperatura, relação carvão/hidrolisado e tempo. E como variáveis de resposta, os açúcares redutores (g/L) e fenóis totais (mg/L), no uso do carvão ativado comercial.

Ensaio	Temperatura(°C)	Relação S:L % w/v	Tempo (min)	Fenóis Totais (mg/L)	Açúcares (g/L)
Inicial				331,6	34,3
1	60	1	90	184,5	33,0
2	30	1	90	273,3	33,9
3	60	3	30	137,3	29,9
4	70,2269	2	60	208,6	33,2
5	45	2	110,454	136,8	22,4
6	60	3	90	122,7	35,0
7	45	0,318207	60	275,2	33,1
8	60	1	30	192,1	28,3
9	30	3	30	130,7	32,5
10	30	1	30	245,9	33,0
11	45	2	9,54622	208,6	28,9
12	30	3	90	133,5	32,0
13	19,7731	2	60	298,8	32,9
14	45	3,68179	60	120,8	33,0
15	45	2	60	177,9	18,8
16	45	2	60	134,5	18,1
17	45	2	60	161,9	18,8

Fonte: Autores.

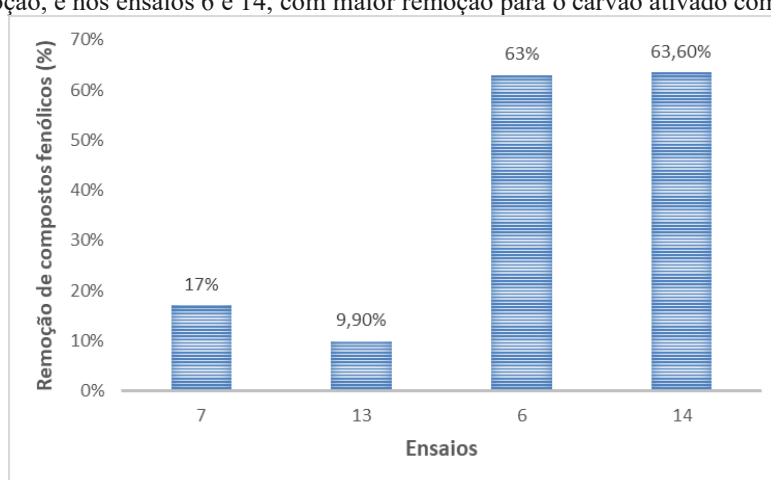
Tabela 3: Resultados dos ensaios de destoxificação considerando como variáveis dependentes: temperatura, relação carvão/hidrolisado e tempo. E como variáveis de resposta, os açúcares redutores (g/L) e fenóis totais (mg/L), no uso do carvão ativado de eucalipto.

Ensaio	Temperatura(°C)	Relação S:L % w/v	Tempo (min)	Fenóis Totais (mg/L)	Açúcares (g/L)
Inicial				331,59	34,33
1	60	1	90	228,42	30,18
2	30	1	90	236,45	24,99
3	60	3	30	184,52	29,42
4	70,2269	2	60	193,48	26,51
5	45	2	110,454	243,06	27,69
6	60	3	90	209,54	29,97
7	45	0,318207	60	239,28	30,80
8	60	1	30	205,29	24,78
9	30	3	30	235,51	24,02
10	30	1	30	276,59	23,81
11	45	2	9,54622	209,07	27,62
12	30	3	90	261,47	28,59
13	19,7731	2	60	153,82	23,32
14	45	3,68179	60	138,24	29,83
15	45	2	60	155,72	25,47
16	45	2	60	240,70	26,02
17	45	2	60	191,12	28,45

Fonte: Próprio autor

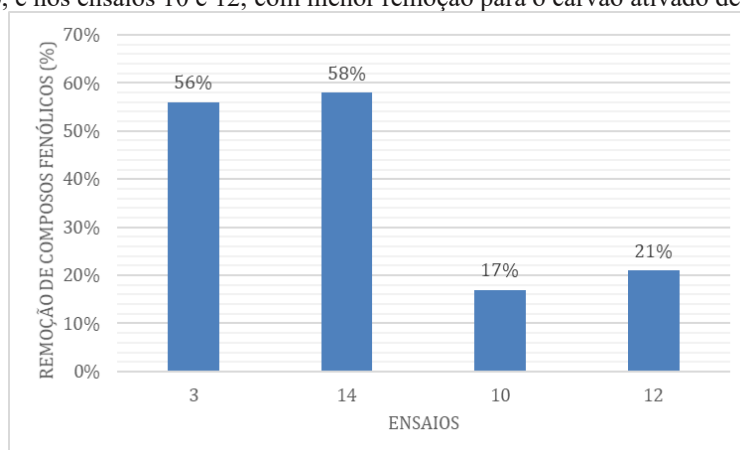
Contudo, os ensaios 7 e 13 com carvão ativado comercial e os ensaios 10 e 12 com carvão ativado de eucalipto foram os piores em relação à remoção dos fenóis. No trabalho com carvão ativado comercial, a remoção nos ensaios 7 e 13 foi de aproximadamente 17% e 9,9% dos fenóis totais, respectivamente, ambos com perda insignificante de açúcares totais. Já no trabalho com carvão ativado de eucalipto, a remoção nos ensaios 10 e 12 foi de aproximadamente 17% e 21,2% dos fenóis totais, respectivamente, com perdas de açúcares totais de aproximadamente 31% e 17%.

Figura 3: Percentual de remoção de compostos fenólicos do hidrolisado hemicelulósico nos ensaios 7 e 13, com menor remoção, e nos ensaios 6 e 14, com maior remoção para o carvão ativado comercial.



Fonte: Próprio autor

Figura 4: Percentual de remoção de compostos fenólicos do hidrolisado hemicelulósico nos ensaios 3 e 14, com maior remoção, e nos ensaios 10 e 12, com menor remoção para o carvão ativado de eucalipto.



Fonte: Próprio autor

Conforme Mussato (2001), o método de remoção de compostos fenólicos com concentração de carvão ativado na amostra de hidrolisado hemicelulósico de 40g/g (Treatment 3), se obteve uma remoção de cerca de 27%, sendo menor do que os ensaios 6 e 14 no trabalho com carvão ativado comercial, e também do que os ensaios 3 e 14 no trabalho com carvão ativado de eucalipto. Isso

evidencia que o método escolhido na adsorção dos compostos fenólicos por meio do carvão ativado, seja comercial ou de eucalipto, apresenta maior eficiência em comparação com o método de Mussato.

De acordo com uma pesquisa feita por Chaud (2010), o hidrolisado hemicelulósico quando submetido a uma etapa de filtração a vácuo e aos mesmos procedimentos realizados nestes projetos, resultou numa remoção de 79,88% dos compostos fenólicos. É maior que os melhores ensaios das pesquisas realizadas. Porém, os presentes trabalhos foram realizados com uma filtração simples seguida de centrifugação para extrair o carvão ativado com os compostos fenólicos. Mas na pesquisa de Chaud (2010) o método de filtração é diferente. Em uma outra pesquisa, PARAJÓ et al. (1996) utilizando a combinação entre neutralização e carvão ativo, observou que há uma relação entre os fatores tempo de contato e concentração de carvão (p/v), pois para hidrolisados de eucalipto tratados com 0,25; 1; e 5% de carvão, obtiveram 40, 60 e 75% como porcentagens máximas de remoção de produtos derivados da lignina (PDL) em 90, 40 e 25 min. Portanto, com base nestes dados, analisamos que para uma relação de 1% de carvão ativado, a remoção de 60% está próxima da encontrada em ambos os relatórios, a qual a relação S:L de carvão ativado e a porcentagem de remoção são próximas para estes valores. Marton (2002), ao avaliar a destoxificação do hidrolisado hemicelulósico de bagaço de cana, também obtido por hidrólise ácida, alterando o pH combinada e adsorvido em carvão vegetal ativado (1% p/v) com agitação de 100 rpm, 60°C em 30 minutos, constatou que este procedimento reduziu a concentração de compostos fenólicos e de açúcares. Nestas condições, foi obtida a redução de 76% de fenóis, porém, perda de 22% de açúcares. Portanto, a perda de fenóis foi relativamente maior que o presente trabalho, mas com porcentagem de perda de açúcares totais considerável, diferentemente do ocorrido na presente pesquisa, que teve perdas de açúcares insignificantes.

Para uma última comparação, Silva (2007), avaliou a utilização de polímero vegetal para a destoxificação do hidrolisado hemicelulósico de bagaço de cana, vindo da moagem artesanal durante preparo de caldo de cana, teve uma remoção de 75,47% de compostos fenólicos totais e perda mínima de xilose (aproximadamente 7%), valores muito semelhantes ao encontrado no presente trabalho. Apesar de que em trabalhos mais recentes, envolvendo os polímeros na destoxificação do hidrolisado hemicelulósico, constatou-se uma remoção acima de 80% dos compostos fenólicos, sem perda significativa de açúcares, mas, envolvendo uma fonte de biomassa diferente da presente nesta atual pesquisa com casca de café.

Os melhores ensaios com o carvão ativado comercial (6 e 14), ocorreram utilizando respectivamente, 60°C e 45°C, 3 e 3,68179 de relação sólido-líquido e um tempo de 90 e 60 minutos. Assim sendo, nota-se que para temperaturas mais altas, relações sólido-líquido mais altas, e maior

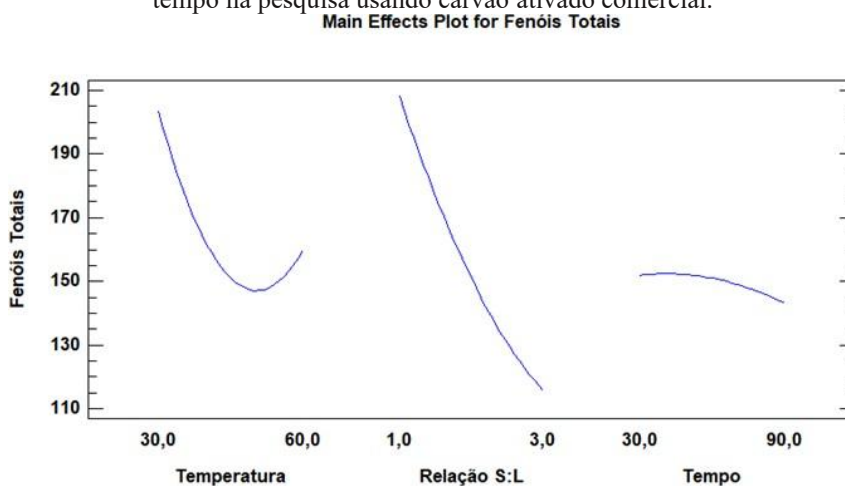
tempo, obteve-se uma remoção maior de compostos fenólicos. Visto que nos piores ensaios, 7 e 13, a temperatura era de 45°C e 19,8°C, a relação sólido-líquido de 0,32 e 2, e o tempo de 60 minutos para ambos.

Os melhores ensaios com carvão ativado de eucalipto (3 e 14), ocorreram utilizando respectivamente, 60°C e 45°C, 3 e 3,68179 de relaçõesólido-líquido e um tempo de 30 e 60 minutos. Assim sendo, nota-se que para temperaturas mais altas, relações sólido-líquido mais altas, tempo por volta de 36 minutos, obteve-se uma remoção maior de compostos fenólicos. Visto que nos piores ensaios, 10e 12, a temperatura de ambas era 30°C, a relação sólido-líquido de 1 e 3 respectivamente, e o tempo de 30 e 60 minutos respectivamente.

Os resultados indicam que tanto o carvão ativado comercial quanto o carvão ativado de eucalipto foram eficazes na destoxificação do hidrolisado hemicelulósico da casca de café. No entanto, o carvão ativado de eucalipto apresentou resultados ligeiramente inferiores em comparação com o carvão ativado comercial em termos de remoção de fenóis totais e perda de açúcares totais.

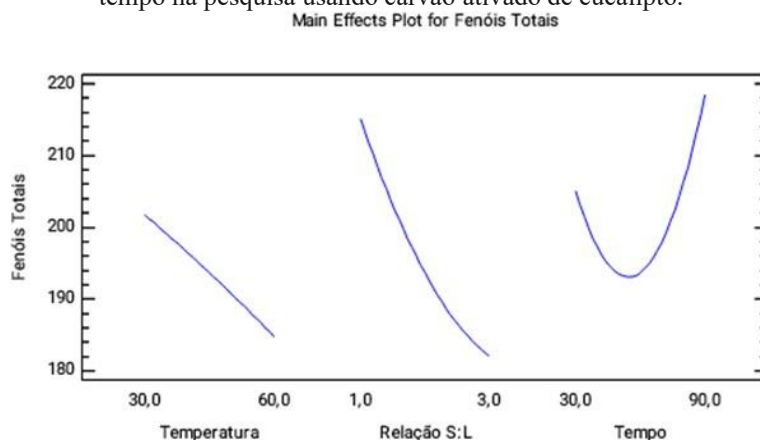
Para análise dos dados, faz-se necessária uma análise estatística dos dois processos, para evidenciar dentre as três variáveis (temperatura, relação sólido-líquido, tempo), qual apresenta maior significância quanto a remoção de fenóis totais para cada um deles. A seguir, os gráficos ilustram as relações dos parâmetros com as variáveis de resposta.

Figura 5: Remoção de compostos fenólicos totais em relação à variação dos parâmetros de temperatura, relação S:L e tempo na pesquisa usando carvão ativado comercial.



Fonte: Próprio autor.

Figura 6: Remoção de compostos fenólicos totais em relação à variação dos parâmetros de temperatura, relação S:L e tempo na pesquisa usando carvão ativado de eucalipto.

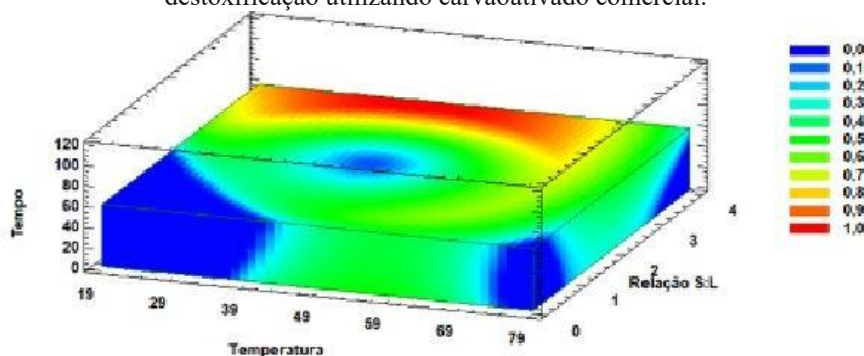


Fonte: Próprio autor

Os melhores ensaios em ambos os trabalhos ocorreram em temperaturas mais altas e com maiores relações sólido-líquido, demonstrando a influência desses parâmetros na eficácia da destoxificação. Além disso, a análise estatística revelou que as variáveis de maior relevância para a remoção dos compostos fenólicos no hidrolisado hemicelulósico foram a relação sólido-líquido e a temperatura. Em relação à perda de açúcares, a temperatura foi a variável mais influente, com uma influência positiva, ou seja, aumentar a temperatura resultou em uma menor perda de açúcares totais. É também importante notar que para o uso do carvão ativado comercial, na Figura 5, a temperatura, por volta de 45°C se tem a maior remoção de compostos fenólicos. E que, acima deste valor até 60°C há um fenômeno de dessorção de compostos fenólicos no meio devido à forças de repulsão, a temperatura por estar mais elevada carrega negativamente as moléculas e com isso, a adsorção dos compostos fenólicos com o carvão ativado se cessa devido à esta repulsão iônica.

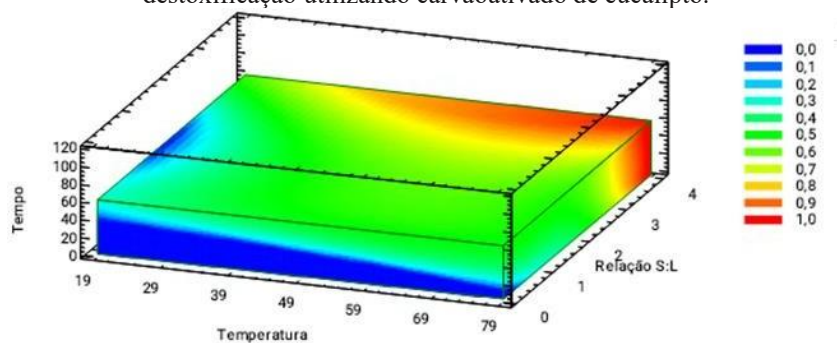
Sendo assim, se faz necessário realizar uma superfície de resposta 3D de como as variáveis se comportam na remoção dos compostos fenólicos. A fim de se ter uma faixa de valores que nos apresentaram as condições ótimas para que a remoção de fenóis totais seja a mais efetiva. Para isso, esta análise foi realizada fixando o parâmetro do tempo, por não ter influência estatisticamente significativa como na relação S:L e temperatura, assim sendo, foi feita a superfície de resposta para ambas as pesquisas.

Figura 7: Superfície de resposta das variáveis temperatura, relação S:L e tempo quanto à remoção de fenóis totais na destoxificação utilizando carvão ativado comercial.



Fonte: Próprio autor

Figura 8: Superfície de resposta das variáveis temperatura, relação S:L e tempo quanto à remoção de fenóis totais na destoxificação utilizando carvão ativado de eucalipto.



Fonte: Próprio autor

A superfície de resposta nos mostra valores das melhores condições do processo, sendo apresentada pelo escala de cores (de 0 a 1) com uma coloração avermelhada, sendo os valores desejados. Na análise das condições ótimas, para o caso da remoção de fenóis, a Figura 7 mostra que o carvão ativado comercial apresenta um intervalo de maior remoção quando a relação S:L é mais alta, em torno de 3 a 3,7%, juntamente com uma temperatura em torno de 40-60°C, para se ter uma eficiência de remoção de fenóis adequada. Já para o uso do carvão ativado de eucalipto na Figura 8, há um intervalo de maior remoção quando a relação S:L é mais alta, em torno de 3 a 4%, juntamente com uma temperatura em torno de 60-80°C, para se ter uma eficiência de remoção de fenóis adequada. Isso mostra que, em ambos os estudos, para obter maior remoção de fenóis, o fator temperatura tem que ser na faixa de 50-70°C e o fator relação S:L na faixa de 3,0-3,7%. Já em relação ao tempo, houve divergências entre os estudos, visto que utilizando carvão ativado comercial, a faixa de tempo ótima de processo é de 85 a 90 minutos, enquanto que utilizando carvão ativado de eucalipto a faixa de tempo ótima é de 30 a 40min

Tabela 4: Condições ótimas esperadas de acordo com a superfície de resposta.

Variável	Condições ótimas para o uso de carvão ativado comercial	Condições ótimas para o uso de carvão ativado de eucalipto
Temperatura (°C)	53,6	70,3
Relação S:L	3,7	3,7
Tempo (min)	89,3	35,8

Fonte: Próprio autor

A tabela 4 apresenta as condições ótimas de temperatura, relação S:L e tempo de acordo com a superfície de resposta, fornecida através das análises estatísticas para as condições analisadas nos intervalos estudados. A temperatura no projeto variou de 30°C para 70,23°C, e se obteve pelas análises estatísticas que a condição ótima de temperatura para remoção dos fenóis totais foi de 53,6°C aproximadamente para o uso de carvão ativado comercial, e de 70,2°C para o carvão ativado de eucalipto. Fazendo o mesmo procedimento para a relação S:L que variou de 1 para 3,68, obteve-se 3,66 para o carvão comercial, e 3,68 para o carvão de eucalipto, ambos próximos para atingir as condições ótimas.

4 CONCLUSÃO

Neste estudo comparativo, foi avaliada a eficiência da destoxificação do hidrolisado hemicelulósico da casca de café com ênfase na remoção de compostos fenólicos. Os materiais em questão são dois tipos distintos de carvão, de origem vegetal (eucalipto) e comercial padrão. Os resultados obtidos indicam que ambos os tipos de carvão ativado são eficazes na remoção de compostos fenólicos tóxicos do hidrolisado hemicelulósico da casca de café. Além disso, pelas análises estatísticas realizadas, revelou-se que no quesito S:L, ambos se performaram de maneira semelhante, visto que quanto maior a quantidade de carvão presente por mL de hidrolisado, maior a remoção de compostos fenólicos.

Quando analisado em relação ao tempo, o carvão ativado de eucalipto obteve um resultado melhor, visto que só é necessário cerca de $\frac{1}{3}$ do tempo de processo comparado a destoxificação com uso de carvão ativado comercial. Já em relação a temperatura, o carvão ativado comercial padrão se sobressai, visto que no processo necessita menor adição de calor para ocorrer de maneira ótima. O delta de temperatura entre os processos de destoxificação é por volta de 16°C. Ao observar a remoção de compostos fenólicos, o carvão ativado comercial padrão apresentou uma leve vantagem. Nos melhores ensaios, os compostos fenólicos presentes no hidrolisado foram reduzidos em até 63%, enquanto que no processo utilizando o adsorvente de origem vegetal, a redução foi de 58%. Já em relação a perda de açúcares, nos melhores ensaios do processo utilizando carvão ativado comercial a

perda mínima foi de 10%, enquanto que nos processos utilizando carvão ativado vegetal, a perda mínima foi de 17%. Portanto, o estudo demonstra a viabilidade da destoxificação do hidrolisado hemicelulósico da casca de café utilizando ambos os tipos de carvão ativado, visando tornar a casca de café uma fonte promissora de energia renovável e de insumos químicos de alto valor agregado.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à CNPq, CAPES, FAPEMIG e UFSJ pelo apoio financeiro para a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- Adney, B and Baker, J. (1996). Measurement of Cellulase Activities Laboratory Analytical Procedure (LAP) Issue Date : 08 / 12 / 1996 Measurement of Cellulase Activities Laboratory Analytical Procedure (LAP). *National Renewable Energy Laboratory, January*.
- Ahn, M. R., Kumazawa, S., Hamasaka, T., Bang, K. S., & Nakayama, T. (2004). Antioxidant activity and constituents of propolis collected in various areas of Korea. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(24). <https://doi.org/10.1021/jf048726s>
- Chaud, Luciana Cristina Silveira. Avaliação do carvão vegetal ativado e polímero vegetal na destoxificação do hidrolisado hemicelulósico de bagaço de cana-de- açúcar para a produção biotecnológica de xilitol. 2010. Dissertação (Mestrado em Conversão de Biomassa) - Escola de Engenharia de Lorena, Université de São Paulo, Lorena, 2010. doi:10.11606/D.97.2010.tde-04102012-111733. Acesso em: 2024-05-13.
- Chen, B., & Chen, Z. (2009). Sorption of naphthalene and 1-naphthol by biochars of orange peels with different pyrolytic temperatures. *Chemosphere*, 76(1). <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2009.02.004>
- Embrapa Agroenergia (2011). Biorrefinarias. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/busca-de-publicacoes/-/publicacao/908142/biorrefinarias>>. Acesso em 25 de Fevereiro 2024.
- Barbosa, C. S., Santana, S. A. A., Bezerra, C. W. B., & Silva, H. A. D. S. (2014). Remoção de compostos fenólicos de soluções aquosas utilizando carvão ativado preparado a partir do aguapé (*Eichhornia crassipes*): Estudo cinético e de equilíbrio termodinâmico. *Química Nova*, 37(3). <https://doi.org/10.5935/0100-4042.20140066>
- Freitas, Wagner Luiz da Costa. Estudo da casca de café como matéria prima em processos fermentativos. 2015. Tese (Doutorado em Microbiologia Aplicada) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2015. doi:10.11606/T.97.2016.tde-25022016-094951.
- Macêdo, L. P. M. P. de. (2012). Viabilidade da produção de carvão ativado a partir de resíduos alternativos. *Dissertação (Mestre Em Desenvolvimento de Processos Ambientais) - Universidade Católica de Pernambuco*.
- Maldonado R. I., Patrícia, G. B. C., & A. Ferreira, N. (2013). Protocolo para determinação de açúcares totais em hortaliças pelo método de DNS. *Comunicado Técnico*.
- Marton, J. M. (2002). Avaliação dos diferentes carvões ativados e das condições de adsorção no tratamento do hidrolisado hemicelulósico de bagaço de cana de açúcar para a obtenção biotecnológica de xilitol. Lorena, Brasil, 105p. (M.Sc. FAENQUIL, USP).
- Mezzari, I. A. Utilização de carvões adsorventes para o tratamento de efluentes contendo pesticidas. Tese (Mestrado) – Departamento de Engenharia Química e Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, 2002.
- Monteiro, J. M., Albuquerque, U. P., Lins Neto, E. M.F., Araújo, E. L., Albuquerque, M. M., & Amorim, E. L. C. (2006). The effects of seasonal climate changes in the caatinga on tannin levels in

Myracrodruon urundeuva (Engl.) Fr. All. and Anadenanthera colubrina (Vell.) Brenan. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 16(3). <https://doi.org/10.1590/s0102-695x2006000300010>

Mussatto, S. I., & Roberto, I. C. (2001). Hydrolysate detoxification with activated charcoal for xylitol production by *Candida guilliermondii*. *Biotechnology Letters*, 23(20). <https://doi.org/10.1023/A:1012492028646>

ussatto, S. I. Roberto, I. C. (2004). Avaliação de diferentes tipos de carvão ativo na destoxificação de hidrolisado de palha de arroz para produção de xilitol.

Ciência e Tecnologia de Alimentos, 24(1). <https://doi.org/10.1590/s0101-20612004000100018>

Parajó, J. C., Dominguez, H., & Dominguez, J. M. (1996). Study of charcoal adsorption for improving the production of xylitol from wood hydrolysates. *Bioprocess Engineering*, 16(1). <https://doi.org/10.1007/s004490050285>

Produção dos Cafés do Brasil ocupa 1,9 milhão de hectares em 2023. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/81515963/producao-dos-cafes-do-brasil-ocupa-19-milhao-de-hectares-em-2023#:~:text=produ%C3%A7%C3%A3o%20no%20Pa%C3%ADs-.>>. Acesso em: 22 Fevereiro 2024.

Produção mundial de café para safra 2023-2024 totaliza 171,4 milhões de sacas de 60kg. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/88547345/producao-mundial-de-cafe-estimada-para-safra-2023-2024-totaliza-1714-milhoes-de-sacas-de-60kg#:~:text=Produ%C3%A7%C3%A3o%20mundial%20de%20caf%C3%A9%20estimada.>>. Acesso em: 22 Fevereiro. 2024.

Silva, S. S., Mussatto, S. I., Santos, J. C., Santos, D. T., & Polizel, J. (2007). Cell immobilization and xylitol production using sugarcane bagasse as raw material. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 141(2–3). <https://doi.org/10.1007/BF02729063>

Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventós, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, 299. [https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(99\)99017-1](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(99)99017-1)

Wang, Y., Kuang, Z., Yu, X., Ruhn, K. A., Kubo, M., & Hooper, L. v. (2017). The intestinal microbiota regulates body composition through NFIL3 and the circadian clock. *Science*, 357(6354). <https://doi.org/10.1126/science.aan0677>