

## **Efeito do tempo de extração de café a frio nas características físico-químicas da bebida *cold brew***

The effect of cold brew coffee extraction time on the physical-chemical characteristics of cold brew beverages

Efecto del tempo de extracción del café em frío sobre las características físico-químicas de las bebidas elaboradas em frío

Recebido: 24/10/2022 | Revisado: 09/11/2022 | Aceitado: 12/11/2022 | Publicado: 19/11/2022

### **Wallysson Wagner Vilela Santos**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5589-1408>

Universidade Federal do Agreste de Pernambuco, Brasil

E-mail: [wallysson70@gmail.com](mailto:wallysson70@gmail.com)

### **Élida Lima e Couto**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1150-7846>

Universidade Federal do Agreste de Pernambuco, Brasil

E-mail: [elidalimacouto@gmail.com](mailto:elidalimacouto@gmail.com)

### **Fabiana Maria da Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-0050-0286>

Universidade Federal do Agreste de Pernambuco, Brasil

E-mail: [elidalimacouto@gmail.com](mailto:elidalimacouto@gmail.com)

### **Maria Eduarda Menezes Rocha**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2878-851X>

Universidade Federal do Agreste de Pernambuco, Brasil

E-mail: [eduardamenezes32@gmail.com](mailto:eduardamenezes32@gmail.com)

### **Milena Sthefany Lopes Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4142-4358>

Universidade Federal do Agreste de Pernambuco, Brasil

E-mail: [milena.lopez@outlook.com](mailto:milena.lopez@outlook.com)

### **Raniele Oliveira Alves**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9274-7691>

Universidade Federal Rural de Pernambuco, Brasil

E-mail: [ranieleoliveira21@gmail.com](mailto:ranieleoliveira21@gmail.com)

### **Suzana Pedroza da Silva**

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0677-3093>

Universidade Federal do Agreste de Pernambuco, Brasil

E-mail: [suzana.pedroza@ufape.edu.br](mailto:suzana.pedroza@ufape.edu.br)

### **Resumo**

O café é uma das bebidas mais consumidas no mundo. Com as mudanças de hábitos de consumo, novas formas e técnicas de preparo passaram a ser utilizadas. Nesse contexto, o *cold brew* vem tornando-se comum, no qual é um método de extração a frio onde o pó do café fica em contato com a água geralmente entre 12 à 48 horas. Este trabalho teve como objetivo avaliar a influência do tempo de preparo e os impactos nas características físico-químicas do *cold brew*. Utilizou-se café orgânico (*Arábica typica*) onde foram adotados diferentes tratamentos relacionados ao tempo extração por infusão (12, 24, 36 e 48 h) a 18 °C, e para condição de referência foi utilizado 5 min de infusão com água à 92 °C. Posteriormente, foram realizadas as análises: sólidos solúveis totais, porcentagem de extração, extrato aquoso, açúcares redutores, proteínas, acidez total titulável, pH, cafeína e fenólicos totais. Os resultados das análises foram submetidos à análise de variância, componentes principais e de agrupamento hierárquico. Notou-se que o tempo empregado em cada condição foi determinante para caracterizar as amostras, pois ocorreu aumento significativo em quase todos parâmetros físico-químicos avaliados. Deste modo, as amostras extraídas em 12 e 24 h apresentaram resultados próximos, assim como, as bebidas preparadas em 36 e 48 h, portanto a melhor condição de tempo de infusão para preparo da bebida *cold brew* seria 24 h, pois observa-se que não houve excesso na extração dos componentes presentes no café.

**Palavras-chave:** Café; Cold brew; Extração a frio.

### Abstract

Coffee is one of the most consumed beverages in the world. As consumer habits have changed, new ways and techniques of preparation have come into use. In this context, cold brew has become common, which is a method of cold extraction where the coffee powder is in contact with water, usually for 12 to 48 hours. This work aimed to evaluate the influence of the preparation time and the impacts on the physical-chemical characteristics of cold brew. Organic coffee (*Arabica typica*) was used and different treatments related to the extraction time were adopted for infusion (12, 24, 36 and 48 h) at 18 °C, and for reference condition 5 min of infusion with water at 92 °C. Subsequently, the following analyses were performed: total soluble solids, extraction percentage, aqueous extract, reducing sugars, proteins, total titratable acidity, pH, caffeine, and total phenolics. The results of the analyses were submitted to analysis of variance, principal components and hierarchical grouping. It was noted that the time used in each condition was determinant to characterize the samples, because there was a significant increase in almost all physicochemical parameters evaluated. Thus, the samples extracted in 12 and 24 hours showed similar results, as well as the drinks prepared in 36 and 48 hours, therefore the best condition of infusion time for the preparation of cold brew beverage would be 24 hours, because it is observed that there was no excess in the extraction of components present in coffee.

**Keywords:** Coffee; Cold brew; Cold extraction.

### Resumen

El café es una de las bebidas más consumidas en el mundo. A medida que los hábitos de consumo han cambiado, se han utilizado nuevas formas y técnicas de preparación. En este contexto, se ha hecho común el cold brew, que es un método de extracción en frío en el que el polvo de café está en contacto con el agua, normalmente entre 12 y 48 horas. Este trabajo tenía como objetivo evaluar la influencia del tiempo de preparación y los impactos en las características físico-químicas del cold brew. Se utilizó café orgánico (*Arábica typica*) donde se adoptaron diferentes tratamientos relacionados con el tiempo de extracción por infusión (12, 24, 36 y 48 h) a 18 °C, y para la condición de referencia se utilizó 5 min de infusión con agua a 92 °C. Posteriormente, se realizaron los siguientes análisis: sólidos solubles totales, porcentaje de extracción, extracto acuoso, azúcares reductores, proteínas, acidez total titulable, pH, cafeína y fenoles totales. Los resultados de los análisis se sometieron a análisis de varianza, componentes principales y agrupación jerárquica. Se observó que el tiempo empleado en cada condición fue determinante para caracterizar las muestras, ya que se produjo un aumento significativo en casi todos los parámetros físico-químicos evaluados. Así, las muestras extraídas en 12 y 24 horas presentaron resultados similares, al igual que las bebidas preparadas en 36 y 48 horas, por lo que la mejor condición de tiempo de infusión para la preparación de la bebida cold brew sería de 24 horas, ya que se observa que no hubo exceso en la extracción de los componentes presentes en el café.

**Palabras clave:** Café; Elaboración de cerveza en frío; Extracción en frío.

## 1. Introdução

A planta do café é considerada como um arbusto perene da família *Rubiaceae* e do gênero *Coffea*, da qual já foram registradas mais de 100 espécies, porém, as mais comercializadas são *Coffea arabica* e *Coffea canephora* (Herrera & Lambot, 2017; Michelman & Carlsen, 2018). Segundo Easto e Willhoff (2017), estima-se que cerca de 70 – 80 % dos cafés comercializados são da espécie *Coffea arabica*.

A barista Trish Skeie, em artigo intitulado “*Norway and Coffee*”, criou em 2002 o conceito de “ondas” para descrever a evolução do consumo de café (Skeie, 2003). Neste contexto, define a existência de três movimentos influenciando o mercado de cafés especiais, tendo eles seus próprios conjuntos de prioridades e filosofias e com contribuições diferentes para a experiência de consumo. A considerada Primeira Onda teria sido predominante no período pós-guerras, e tem ligação com um aumento exponencial do consumo de café e os avanços no processamento e comercialização do produto, até então de baixíssima qualidade. A Segunda Onda teria surgido como reação ao cenário anterior em que se observava baixa qualidade, sendo responsável pela introdução do conceito de cafés especiais e de origem produtora e a popularização do consumo da bebida em cafeterias. E, a Terceira Onda, que está ligada à percepção do café como produto artesanal, diferenciado por inúmeros atributos, tais como qualidade, origem, torra, método de preparo, dentre outros aspectos que influenciem diretamente na experiência sensorial (Silva & Silva, 2021).

Entre as variadas possíveis formas de preparo do café se encontra o *cold brew*, que é um método de extração a frio em que o pó do café (em moagem grossa), fica em contato com a água por um período que comumente varia de 12 a 48 horas.

Geralmente a infusão que resulta na bebida *cold brew coffee*, é realizada em temperatura entre 5 a 25 °C (Córdoba et al., 2021; Portela et al., 2021; Fuller & Rao, 2017).

A bebida extraída a frio quando comparada com uma extração a quente não apresenta a liberação de todos os seus componentes solúveis como acontece ao utilizar água quente, podendo resultar em bebidas com perfil sensorial diferenciado do obtido pelo método tradicional (Silva, et al., 2021). Ressalta-se que diferentes métodos de extração vão resultar em diferentes concentrações de compostos solúveis, estes compostos ainda podem apresentar-se como sólidos dissolvidos ou em suspensão (Sanchez-Lopez et al., 2016).

Nota-se que apesar de se tornar cada vez mais crescente o consumo da bebida café preparada a frio, principalmente no âmbito internacional, ainda assim há uma carência de pesquisas que abordam sobre esse tipo de bebida, seu método de extração e suas características. Diante do exposto, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência do tempo de extração de café a frio (*cold brew coffee*) e os impactos nos atributos físico-químicos dessas bebidas.

## 2. Metodologia

As etapas metodológicas da pesquisa foram realizadas no Laboratório de Análises de Alimentos (LAAL/LACTAL) e no Laboratório de Biotecnologia do Centro Laboratorial de Apoio à Pesquisa da Unidade Acadêmica de Garanhuns (CENLAG) da Universidade Federal do Agreste de Pernambuco.

### 2.1 Preparo da amostra

O café foi doado pelo Café Várzea Grande, localizado em Taquaritinga do Norte - PE, credenciado à Associação dos Produtores Orgânicos de Taquaritinga (APROTAQ). As amostras de *cold brew* e controle foram preparadas com café orgânico, *Coffea arabica*, variedade *typica*, processado por via seca de secagem natural, cultivado em torno de 928 metros de altitude, safra 2020/2021 e torrados a 200 °C por 13 min em torrefador cilíndrico rotativo a gás, Átila Gold Plus 10 kg.

Para o preparo das bebidas (*cold brew* e controle), foi utilizada a proporção 1/10 (café/água) Fuller e Rao (2017), ou seja  $25,00 \pm 0,01$  g de café (moagem grossa, *click* 34 em moedor manual com lâminas cônicas, *Timemore*, C2 *Chestnut*) para  $250,00 \pm 1,6$  mL de água destilada com pH de  $7,65 \pm 0,28$ . A Tabela 1 apresenta as variáveis utilizadas para preparo das amostras.

**Tabela 1** – Variáveis de extração adotadas para o preparo das bebidas *cold brew*.

Amostras	Tipo de extração	Temperatura da água (°C) *	Tempo de extração
CB12	Frio	$24,50 \pm 0,00$	12 h
CB24	Frio	$24,56 \pm 0,05$	24 h
CB36	Frio	$24,50 \pm 0,00$	36 h
CB48	Frio	$24,6 \pm 0,00$	48 h
CC	Quente	$92,03 \pm 0,05$	5 min

(CB1) – 12 h sob infusão; (CB2) – 24 h sob infusão; (CB3) – 36 h sob infusão; (CB4) – 48 h sob infusão; (CC) - Condição controle (infusão a quente por 5 min); \*Temperatura média da água utilizada para preparo das amostras. Fonte: Autores.

As amostras de *cold brew* (CB12, CB24, CB36 e CB48) foram preparadas em triplicata e foram submetidas a infusão a 18,0 °C em câmara climatizada. Após o tempo de extração, as amostras foram filtradas em filtro de inox (Clink), onde em seguida foram realizadas as análises físico-químicas com as bebidas em temperatura ambiente ( $\pm 25$  °C).

## 2.2 Análises físico-químicas

Para quantificar o teor de Sólidos Solúveis Totais (SST) das bebidas de café, foi utilizado o Refratômetro Digital Portátil, REDI-P-101, previamente calibrado, e os resultados foram expressos em porcentagem de Brix. Para o Rendimento ou Porcentagem de Extração (PE), foi utilizada a metodologia adotada por Wang et al. (2016), com resultados expressos em porcentagem (%).

Para quantificação do Extrato Aquoso (EA) das bebidas, foi utilizada a metodologia descrita pelo Instituto Adolfo Lutz (2008) com algumas modificações. As amostras das bebidas de café foram pesadas e evaporadas em banho-maria a 70 °C até secagem, onde posteriormente as amostras foram aquecidas em estufa a 105 °C por uma hora, resfriadas em dessecador, pesadas, onde foi calculado o percentual de extrato aquoso conforme descrito na metodologia.

Os Açúcares Redutores (AR) foram determinados através do teste de DNSA (3,5 ácido dinitrosalicílico) descrito por Miller (1959). Foi realizada a medição da absorbância das amostras em espectrofotômetro UV-VIS (WUV-M51) em comprimento de onda de 540 nm. Os valores de açúcares redutores foram expressos em porcentagem (%) obtidos a partir da curva de calibração realizada com concentrações de glicose variando de 0,1 a 1,0 g/L.

Para determinar as proteínas totais nas bebidas de café, foi utilizado o método de Bradford (1976), que consiste no uso do Comassie Brilliant Blue G-250 como corante e Albumina de Soro Bovino (BSA) como padrão. As bebidas foram diluídas em água destilada na proporção de 1:10, em seguida, foi adicionado 50 µL da amostra diluída e 1,5 mL de Bradford. A mistura foi agitada e foi realizada a leitura da absorbância em comprimento de 595 nm em espectrofotômetro UV-VIS (WUV - M51). A atividade específica foi calculada como a proporção entre a atividade proteolítica (U/mL) e a concentração total de proteína na amostra (mg/mL), expressa em U/mg a partir da curva de calibração realizada com soluções albumina bovina em concentrações variando de 20 a 800 µg/mL.

A análise de Acidez Total Titulável (ATT) foi realizada de acordo com a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (2008) a partir da titulação potenciométrica, e os resultados foram expressos em acidez em solução molar por 100 mL. O pH das bebidas foram medidas em pHmetro digital (MARCONI PA-200), previamente calibrado em soluções tampão padrão com pH 7,0 e pH 4,0.

Para quantificação do teor de cafeína das amostras foi adotado o método descrito pelo Instituto Adolfo Lutz (2008), realizando a carbonização seletiva da matéria orgânica presente nas amostras a partir da adição do ácido sulfúrico, desta forma ocorre a liberação da cafeína que é extraída utilizando o clorofórmio como solvente. Posteriormente, realizou-se foi realizada a leitura da absorbância das amostras em comprimento de onda máximo desta substância (276 nm) em espectrofotômetro UV-VIS (WUV - M51). O teor de cafeína presente nas amostras foi expresso em porcentagem (%) através da equação descrita na metodologia mencionada e da curva de calibração realizada com concentrações de cafeína variando de 0,6 a 2,0 g/L.

Para determinação do teor de Fenólicos Totais (FT) foi adotada a metodologia descrita por Singleton e Rossi (1965) com adaptações, descritas a seguir: foi utilizado 1 mL do reagente Folin-Ciocalteau (diluído na proporção 1:10), 0,2 mL de cada amostra (diluída na proporção 1:50), após 1 minuto foi adicionado 0,8 mL da solução de Carbonato de Sódio (75 g/L), em seguida, as amostras foram homogeneizadas. Após 2 horas em ambiente protegido da luz, foi realizada a leitura em espectrofotômetro UV/VIS (Biocrom - Libra 522) em absorbância de 765 nm. O teor de fenólicos totais das amostras foram expressos em equivalentes de ácido gálico (EAG) mg/mL da amostra, com base em uma curva de calibração realizada com soluções de ácido gálico em concentrações variando de 0,1 a 25 µg/mL.

## 2.3 Análises estatísticas

O delineamento estatístico utilizado foi inteiramente casualizado com três repetições de três amostras da mesma condição de preparo da bebida. Os resultados das análises em laboratório foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA),

para identificar as diferenças estatisticamente significativas dos tratamentos empregados na comparação das médias indicado no Teste *Tukey* a 5 % de probabilidade.

Com objetivo de avaliar e interpretar o efeito de cada condição empregada nas características físico-química e químicas das bebidas de café extraídas a frio, foram realizadas as análises estatísticas multivariadas através das técnicas de Análise de Componentes Principais (PCA) e Análise de Agrupamento Hierárquico (AAH). Foi utilizado a medida de dissimilaridade a distância euclidiana média e o método hierárquico de Ward (1963) para análise de agrupamento, e para a determinação do número ótimo de grupos presentes no dendrograma, o método de Mojena (1977). Para realização do tratamento estatístico foram utilizados os *softwares* R (versão 4.1.1) e Rstudio (versão 1.4.1717).

### 3. Resultados e Discussão

Foi observado que os Sólidos Solúveis Totais (SST) das bebidas extraídas a frio aumentaram significativamente com o tempo de infusão, variando de  $1,72 \pm 0,05$  (CB1) a  $2,04 \pm 0,12$  % Brix (CB4) (Tabela 2), enquanto que a amostra controle (CC) apresentou o menor valor para este parâmetro ( $1,66 \pm 0,12$  % Brix), apesar de ter sido preparado a quente, foi observado que a variável de tempo de infusão foi responsável pela determinação deste parâmetro.

Alterações nesse parâmetro físico-químico, tendem a modificar o perfil sensorial da bebida, uma vez que, bebidas encorpadas apresentam maior teor de SST, como é o caso da amostra CB48 (Tabela 2), além disso, este parâmetro também é utilizado como parâmetro de padronização e controle de qualidade das extrações das bebidas de café, como aponta Córdoba et al. (2022).

Com relação a Porcentagem de Extração (PE), o valor deste parâmetro variou de  $12,25 \pm 0,42$  (CB1) a  $15,57 \pm 0,26$  % (CB4) (Tabela 2). A porcentagem de extração (PE) depende dos SST, uma vez que PE é a relação entre a massa dos componentes solúveis extraídos e a massa de café utilizada. O gráfico para controle da extração das bebidas de café *Coffee Brewing Control Chart*, segundo a *Specialty Coffee Association* (SCA, 2020), foi desenvolvido em 1957, e a depender do valor obtido neste gráfico, a bebida café pode ser considerada ideal (dentro da faixa de 18,00 a 22,00 %), ou seja, com a presença de atributos sensoriais que são desejáveis para compor a xícara. Desta forma, nenhuma das amostras avaliadas estão dentro da faixa considerada ideal (Tabela 2).

Entretanto, é importante ressaltar que se faz necessário mensurar os parâmetros físico-químicos e sensoriais, para que seja possível avaliar todos e associá-los com a percepção sensorial dos consumidores, como apontam Córdoba et al. (2022), para de fato compreender o impacto da PE na percepção sensorial dos consumidores, uma vez que o consumo da bebida café pode variar bastante de acordo com as preferências sensoriais dos indivíduos (Medeiros et al., 2022).

**Tabela 2** – Parâmetros físico-químicos e químicos das amostras de *cold brew* extraídos em diferentes tempos e submetidas a diferentes tipos de extração por infusão a frio.

	CB1	CB2	CB3	CB4	CC	CV (%)
<b>SST (% Brix)</b>	1,72 ± 0,05cd	1,78 ± 0,04bc	1,86 ± 0,12b	2,04 ± 0,11a	1,66 ± 0,12d	3,31
<b>PE (%)</b>	12,25 ± 0,42d	14,34 ± 0,16b	14,68 ± 0,05b	15,57 ± 0,26a	13,26 ± 0,11c	2,25
<b>EA (%)</b>	14,57 ± 0,92b	14,00 ± 0,41b	14,53 ± 0,61b	16,05 ± 0,31a	16,34 ± 0,58a	2,86
<b>AR (%)</b>	0,22 ± 0,01d	0,22 ± 0,00d	0,25 ± 0,00c	0,28 ± 0,00b	0,36 ± 0,01a	4,32
<b>Proteína (U/mg)</b>	1421,67 ± 2,94 c	1467,50 ± 0,00c	1650,83 ± 0,00b	1659,17 ± 3,53b	2121,67 ± 5,30a	2,01
<b>ATT (mol/100 mL)</b>	0,19 ± 0,00b	0,18 ± 0,03b	0,16 ± 0,05b	0,18 ± 0,01b	0,25 ± 0,05a	14,67
<b>pH</b>	4,81 ± 0,01a	4,72 ± 0,09b	4,65 ± 0,03c	4,56 ± 0,07d	4,63 ± 0,00c	0,82
<b>Cafeína (%)</b>	1,11 ± 0,00e	1,21 ± 0,00d	1,23 ± 0,00c	1,24 ± 0,00b	1,41 ± 0,00a	0,09
<b>FT (mg EAG/mL)</b>	27,40 ± 2,17 b	30,68 ± 0,45 ab	31,82 ± 0,25ab	34,11 ± 0,25a	35,68 ± 1,56a	4,28

Médias seguidas de letras diferentes em uma mesma linha diferem significativamente entre si ( $p < 0,05$ ), ao nível de 5 %, pelo teste de Tukey. (CB12) – 12 h sob infusão; (CB24) – 24 h sob infusão; (CB36) – 36 h sob infusão; (CB48) – 48 h sob infusão; (CC) - Condição controle (infusão a quente por 5 min); (CV) - Coeficiente de Variação Experimental; (SST) – Sólidos Solúveis Totais; (PE) – Porcentagem de Extração; (EA) – Extrato Aquoso; (AR) – Açúcares Redutores; (ATT) – Acidez Total Titulável; (FT) – Fenólicos Totais; (EAG) - mg equivalentes de ácido gálico. Fonte: Autores.

Os maiores valores de extrato aquoso foram encontrados para as amostras CC e CB4 ( $16,34 \pm 0,58$  % e  $16,05 \pm 0,31$  %, respectivamente) (Tabela 2), que não diferiram estatisticamente entre si, pois o tempo de infusão aplicado na amostra CB48 (48 horas), foi possível extrair mais componentes solúveis presentes no pó do café, se aproximando da extração a quente. Enquanto que, as demais amostras (CB12, CB24 e CB36) variaram de  $14,00 \pm 0,41$  a  $14,57 \pm 0,92$  % (Tabela 2), não indicando diferença estatística significativa. O extrato aquoso do café refere-se à quantidade de substâncias que se solubilizam em água fervente. Um alto teor de extrato aquoso é desejado pois implica no maior rendimento industrial, e também pela sua contribuição no corpo da bebida como aponta Filho et al. (2013).

Em relação ao teor de Açúcares Redutores (AR), foi observado que as primeiras 24 h de infusão (amostras CB12 e CB24) não apresentaram diferença, entretanto, após 36 h (CB3) e 48 h (CB4) de infusão houve um aumento significativo nos valores de AR de  $0,25 \pm 0,00$  e  $0,28 \pm 0,00$  %, respectivamente (Tabela 2). De modo geral, os açúcares são fundamentais para a percepção sensorial, em especial, são conhecidos pela sensação “adocicada” ao degustar uma xícara de café (Santos et al., 2018).

O maior valor de AR para a amostra CC, extraída a quente, em comparação às demais amostras (Tabela 2), ocorre porque o uso de temperaturas elevadas auxilia no processo de hidrólise da sacarose a açúcares redutores. Nas amostras que não passaram por extração a quente (CB12, CB24, CB36 e CB48) houve um aumento gradual do teor de açúcares redutores conforme aumento do tempo de infusão.

Este comportamento está ligado a cinética de reação, e pode ser explicado devido ao fato da água por ser considerada um solvente de alta polaridade, e solventes com estas características tendem a extrair componentes de mesma natureza, como é o caso dos açúcares redutores e ácidos orgânicos, que podem ser solúveis tanto em temperatura ambiente, quanto em



temperaturas elevadas, como elucida Wellinger, et al., (2017). Entretanto, seria necessário avaliar as amostras preparadas com tempo de infusão, para concluir se a concentração de AR do *cold brew* seria maior que a amostra CC.

Com relação ao teor de proteínas presente nas amostras avaliadas, foi observado maior valor na amostra controle,  $2121,67 \pm 5,30$  U/mg (Tabela 2). Foi observado que as amostras CB36 e CB48 ( $1650,83 \pm 0,00$  e  $1659,17 \pm 3,53$  U/mg, respectivamente) apresentaram os maiores valores (Tabela 2). As amostras preparadas com menor tempo de infusão, CB12 e CB24, não apresentaram diferença estatisticamente significativa e foram as que apresentaram menor quantidade de proteína.

As amostras de *cold brew* variaram de  $0,16 \pm 0,05$  a  $0,19 \pm 0,00$  mol/ 100 mL para o parâmetro de Acidez Total Titulável (ATT), sendo a amostra CB12 com o maior valor para este parâmetro e a CB36 o menor (Tabela 2). Nenhuma das bebidas preparadas a frio diferenciaram entre si, entretanto a bebida preparada a quente (CC) apresentou maior valor (Tabela 2), o que resulta em maior concentração de ácidos orgânicos presentes na bebida. Batali et al. (2021) afirmam que vários fatores associados ao processo de extração que podem afetar a ATT, como tipo de moagem (fina, média ou grossa), tempo de preparo da bebida, proporção café-água

Importante ressaltar que a ATT quantifica todos os ácidos orgânicos presentes nas amostras, e grande parte destes ácidos são responsáveis pela acidez perceptível durante a degustação das bebidas, e geralmente é associada como sendo uma característica de “azedo”. Segundo Yeager et al. (2021), os ácidos presentes no café podem ser divididos em dois grupos, ácidos orgânicos e ácido clorogênico, e estes são considerados como um dos componentes mais importantes no que se refere-se aos aspectos de qualidade sensoriais das bebidas.

Ao analisar os resultados obtidos das amostras do *cold brew* e controle para o pH, todas as amostras apresentaram pH ácido. A amostra CB12 apresentou como a menos ácida ( $4,81 \pm 0,01$ ), seguida da amostra CB24 ( $4,72 \pm 0,09$ ), as amostras CB36 e CC não apresentaram diferença significativa, enquanto o *cold brew* CB4 apresentou como a mais ácida (Tabela 2).

Desta forma, fica claro que ao aumentar o tempo de infusão de preparo do *cold brew*, essas bebidas tendem a ficar com menor valor de pH. Ao comparar as amostras do extraídas a frio com a amostra controle (extraída à quente), foi observado que a amostra controle (CC) apresentou um valor de pH próximo da amostra com maior tempo de infusão CB48 (Tabela 1). Entretanto, Batali et al. (2021) afirmam que pequenas alterações nos parâmetros pH e Acidez titulável, podem afetar significativamente o perfil sensorial da bebida café, consequentemente influenciando nas escolhas dos consumidores por bebidas com esta característica mais ácida.

Foram observados valores diferentes para a o teor de cafeína das bebidas de forma proporcional nas bebidas *cold brew*, quanto maior o tempo de infusão, maior o teor de cafeína presente nas bebidas (Tabela 2). Todas as amostras diferiram estatisticamente quanto ao teor de cafeína. Inicialmente houve uma variação de  $1,11 \pm 0,00$  % (CB12) a  $1,41 \pm 0,00$  % (CB48) (Tabela 2), entretanto o maior valor para este parâmetro foi da amostra controle (CC) ( $0,54 \pm 0,00$  %). Este comportamento pode ser explicado, devido ao fato de que a amostra CC foi extraída a quente ( $92,03 \pm 0,05$  °C), e de acordo com Pietsch (2017) a cafeína é um composto que possui alta solubilidade à medida que se tem um aumento significativo na temperatura.

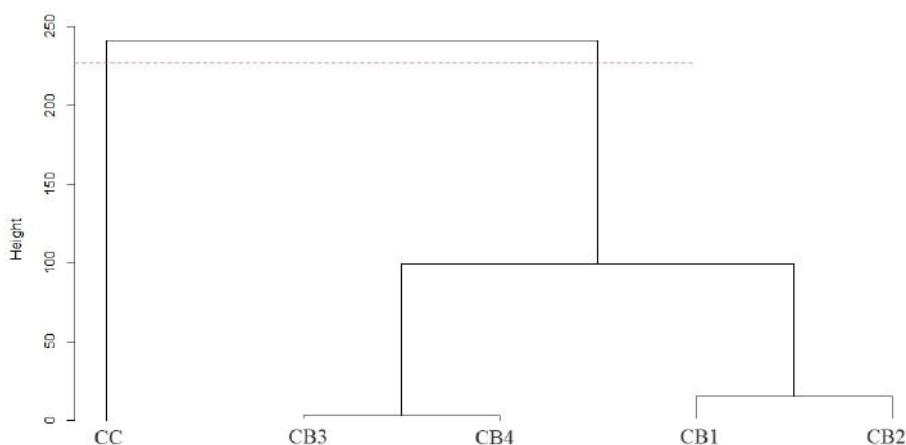
Apesar do café possuir diversos componentes químicos, um dos mais conhecidos e associados ao efeito estimulante das bebidas de café, é a cafeína. Segundo Pietsch (2017), a cafeína pertence ao grupo das metilxantinas, com nome de 1,3,7-trimetilpurina-2,6-diona. O teor da cafeína nas bebidas de café pode variar a depender de fatores como espécie dos grãos, proporção de água e café, rendimento de extração, moagem (Wang et al., 2016).

Com relação ao conteúdo de fenólicos totais (FT) (CV = 4,28%) (Tabela 1), entre as amostras de *cold brew* a CB48 apresentou o maior valor para este parâmetro,  $34,11 \pm 0,25$  mg EAG /mL, obtendo um valor muito próximo da extração a quente (amostra CC),  $35,68 \pm 1,56$  mg EAG /mL. De acordo com Córdoba et al. (2019), os compostos fenólicos são de extrema importância para o organismo dos seres humanos, pois são compostos que possuem atividade antioxidante. Além dos

benefícios que esses compostos trazem à saúde humana, são importantes também para acentuar as características de cor, amargor e adstringência do café, por exemplo. Os compostos fenólicos apresentam-se em diferentes formas que caracterizam o tipo de composto, estes atuam como defesa dos radicais livres (antioxidantes) proporcionando uma melhora na qualidade sensorial do café.

Com a finalidade de determinar as possíveis similaridades entre as amostras avaliadas com base nos parâmetros físico-químicos avaliados, foi realizada análise de agrupamento hierárquico (Figura 1). A partir dos resultados desta análise, foi possível notar a formação de dois grupos e dois subgrupos, baseado no ponto de corte dos grupos representado pela reta pontilhada de acordo com o método de Mojena (1977), com Coeficiente de Correlação Cofenética de 0,94.

**Figura 1** - Agrupamento hierárquico (dendrograma) obtido pelo método de Ward, a partir das medidas de dissimilaridade, baseado na distância euclidiana média entre as amostras.



(CB12) – 12 h sob infusão; (CB24) – 24 h sob infusão; (CB36) – 36 h sob infusão; (CB48) – 48 h sob infusão; (CC) - Condição controle (infusão a quente por 5 min). Fonte: Autores.

Os grupos são compostos por: Grupo I (apenas amostra CC, controle); enquanto no Grupo II nota-se subgrupos que são formados pelas amostras CB4 e CB3, e outro por CB1 e CB2 (Figura 1). De modo geral, pode-se afirmar que a formação desses grupos se deve ao fato do tipo de processo de extração empregado para preparo das bebidas, uma vez que o Grupo I possui a amostra extraída a quente, enquanto que o Grupo II apenas as amostras extraídas a frio, e ainda, as amostras presentes nos subgrupos (CB36/CB48 e CB12/CB24) reforçam a influência do tempo de infusão ao longo do processo de extração nas características finais das bebidas.

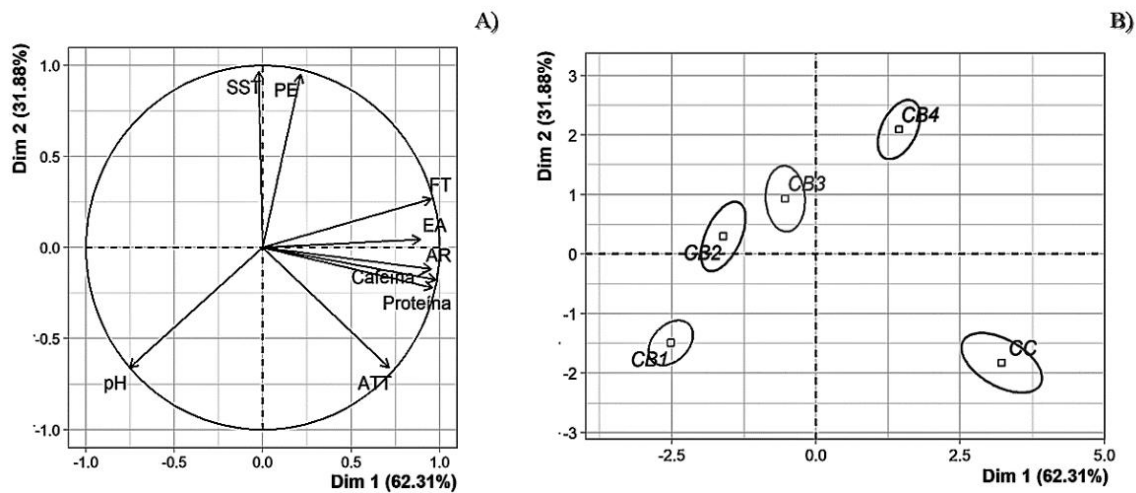
No estudo realizado por Angeloni et al. (2019), os autores avaliaram oito diferentes formas de preparar a bebida café, incluindo extração a frio, através da análise de agrupamentos foram identificaram a formação de dois grupos principais (formas de preparo por infusão e percolação, e o outro grupo apenas com equipamentos que possui a pressão como princípio básico de extração) e quatro subclasses com base nas características físico-químicas e químicas dessas bebidas. Os autores afirmam que o tempo de preparo e temperatura de extração foram determinantes para a distinguir as características destes métodos de preparar a bebida café, comportamento também observado no presente estudo.

Com relação aos resultados da Análise de Componentes Principais (PCA) (Figura 2), ressalta-se que as amostras que se localizam próximas a um determinado vetor (representado por um parâmetros físico-químico) apresentam maiores valores, desta forma, ao analisar as Figuras 2A e 2B em conjunto, observa-se que a amostra CC, localizada no quarto quadrante



(Figura 2B), pode ser correlacionada com os parâmetros de cafeína, AC, proteínas e AT, o que explicaria o fato da mesma apresentar os maiores valores para estas análises comparadas com as demais como mencionado anteriormente (Tabela 2).

**Figura 2** - Análise de componentes principais (PCA) das bebidas de café avaliadas. A) Projeções dos parâmetros físico-químicos avaliados a partir de extração de café a quente e a frio; B) Representação da posição das amostras (CB1, CB2, CB3, CB4 e CC) sobre o plano fatorial (Dim1 e Dim2).



(SST) – Sólidos Solúveis Totais; (PE) – Porcentagem de Extração; (FT) - Fenólicos Totais; (EA) - Extrato Aquoso; (AR) – Açúcares Redutores; (ATT) Acidez Total Titulável; (CB12) – 12 h sob infusão; (CB24) – 24 h sob infusão; (CB36) – 36 h sob infusão; (CB48) – 48 h sob infusão; (CC) - Condição controle (infusão a quente por 5 min). Fonte: Autores.

Além disso, as amostras CB2 e CB3 apresentam características opostas a CC, visto que estão localizadas no segundo quadrante (Figura 2B). Enquanto a amostra CB4, localizado no primeiro quadrante (Figura 2B), pode ser correlacionado com seguintes parâmetros FT, RE e SST. Com relação à amostra CB1, é possível afirmar que este possui características contrárias ao CB4, o que reforça a influência do tempo no processo de extração dos componentes presentes no café.

#### 4. Considerações Finais

Com relação às amostras extraídas a frio, observa-se que o tempo de infusão adotado para o preparo foi determinante para extração dos componentes presentes no café, pois foi possível notar que à medida que aumentava o tempo de infusão, ocorreu um aumento significativo em quase todos os parâmetros analisados (exceto, AT e pH).

A condição CB1 foi responsável por resultar bebidas com os menores valores para os parâmetros avaliados, exceto para pH, que obteve maior valor, enquanto que as amostras preparadas na condição CB2 apresentaram valores intermediários, podendo resultar em bebidas com características equilibradas, assim, pode ser considerado como sendo o melhor processo de extração. Com relação as demais condições (CB3 e CB4), por apresentarem os maiores tempo de infusão notou-se maior extração dos componentes solúveis, este comportamento pode resultar em bebidas com características sensoriais mais acentuadas.

Ao comparar os tipos de extração à quente e à frio, observa-se que a variação na temperatura da água empregada no preparo das bebidas impacta diretamente na cinética de extração das substâncias presentes no pó do café, uma vez que o teor de extrato aquoso, açúcares redutores, proteína, acidez total titulável, cafeína e fenólicos totais das amostras preparadas à quente, obtiveram os maiores valores quando comparado com as extrações à frio.

Diante disto, para trabalhos futuros sugere-se a realização de vida de prateleira do produto (*shelf-life*) associado à análise sensorial, e assim correlacionar os atributos sensoriais com o perfil químico e físico-químicos das bebidas de *cold brew*.

## Agradecimentos

Ao Toni Leonel, produtor do Café Várzea Grande, e associado a APROTAQ (Associação dos Produtores de Orgânico de Taquaritinga do Norte - PE), por todo apoio e por doar as amostras de café para a realização desta pesquisa. A UFPE (Universidade Federal do Agreste de Pernambuco) pelo apoio a pesquisa e possibilitar o desenvolvimento desta pesquisa nos laboratórios (LAAL/LACTAL e CENLAG).

## Referências

- Angeloni, G., Guerrini, L., Massella, P., Innocenti, M., Bellumori, M., & Parenti, A. (2019). Characterization and comparison of cold brew and cold drip coffee extraction methods. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 99 (1), 391 – 399.
- Batali, M. E., Cotter, A. R., Frost, S. C., Ristenpart, W. D., & Guinard, J-X. (2021). Titratable acidity, perceived sourness, and liking of acidity in drip brewed coffee. *ACS Food Science & Technology*, 1(4), 559–69.
- Bradford, M. M. (1976). A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *Analytical Biochemistry*, 72, 248 – 257.
- Córdoba, N., Fernandez-Alduenda, M., Moreno, F. L., & Ruiz, Y. (2022). Coffee extraction: A review of parameters and their influence on the physicochemical characteristics and flavour of coffee brews. *Trends in Food Science & Technology*, 96, 45-60.
- Córdoba, N., Moreno, F. L., Osorio, C., Velásquez, S., & Ruiz Y. (2021). Chemical and sensory evaluation of cold brew coffees using different roasting profiles and brewing methods. *Food Research International*, 14, 1 – 13.
- Cordoba, N., Pataquiva, L., Coralia, O., Moreno, F. L., & Ruiz, R. Y. (2019). Effect of grinding, extraction time and type of coffee on the physicochemical and flavour characteristics of cold brew coffee. *Scientific reports*, 9(1), 1-12.
- Easto, J., & Willhoff, A. (2017). *Craft Coffee: A Manual: Brewing a Better Cup at Home*. Surrey Books.
- Filho, T. L., Lucia, S. M. D., Saraiva, S. H., & Sartori, M. A. (2013). Composição físico-química e qualidade sensorial de café conilon produzido no Estado do Espírito Santo e submetido a diferentes formas de processamento. *Semina: Ciências Agrárias*, 34(4), 1723-1730.
- Fuller, M., Rao, & N. Z. (2017). The Effect of Time, Roasting Temperature, and Grind Size on Caffeine and Chlorogenic Acid Concentrations in Cold Brew Coffee. *Scientific Reports*, 7(17979), 1-9.
- Herrera, J. C., & Lambot, C. (2017). The Coffee Treed Genetic Diversity and Origin. *The Craft and Science of Coffee*. 1-16.
- Instituto Adolfo Lutz. (2008). *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. IMESP.
- Medeiros, A. L. T., Santos, W. W. V., Donato, M. V. L. C., & Silva, S. P. (2022). Perfil de consumidores de café em Garanhuns – Pernambuco. *Open Science Research III*. 270-289.
- Michelman, J., & Carlsen, Z. (2018). *The New Rules of Coffee – A Modern Guide for Everyone*. Ten Speed Press.
- Miller, G. L. (1959). Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. *Journal of Analytical Chemistry*, 31, 426-428.
- Mojena, R. (1977). Hierarchical grouping methods and stopping rules: an evaluation. *The Computer Journal*, 20(4), 359-363.
- Pietsch, A. (2017). Decaffeination - Process and Quality. *The craft and Science of coffee*. 225-243.
- Portela, C. S., Almeida, I. F., Mori, A. L. B., Yamashita, F., & Benassi, M. T. (2021). Brewing conditions impact on the composition and characteristics of cold brew Arabica and Robusta coffee beverages. *LWT - Food Science and Technology*, 143, 1-9.
- Sánchez, L. J. A., Wellinger, M., Gloess, A. N., Zimmermann, R., & Yeretziyan, C. (2016). Extraction kinetics of coffee aroma compounds using a semi automatic machine: On-line analysis by PTR-ToF-MS. *International Journal of Mass Spectrometry*, 401, 22–30.
- Santos, R. A., Prado, M. A., Pertierra, R. E., & Palacios, H. A. (2018). Análises de açúcares e ácidos clorogênicos de cafés colhidos em diferentes estádios de maturação e após o processamento. *Brazilian Journal of Food Technology*, 21.
- SCA - Specialty Coffee Association (2020). *Towards a new brewing chart*. <https://sca.coffee/sca-news/25/issue-13/towards-a-new-brewing-chart>.
- Silva, I. A., Verissimo, C. M., & Arruda, L. L. A. L. (2021). Cold brew como tendência: principais variáveis que impactam na composição da bebida. *A indústria de alimentos e a economia circular: alimentando uma nova consciência*. 402- 410.

- Silva, S. C. S., & Silva, S. P. (2021). Gourmetização Do Café No Brasil. *A Gourmetização do Café no Brasil*. 18-38.
- Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965). Colorimetry of Total Phenolics with Phosphomolybdic-Phosphotungstic Acid Reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16, 144-158.
- Skeie, T. R. (2003). *Norway and coffee*. [https://web.archive.org/web/20031011091223/http://roastersguild.org/052003\\_norway.shtml](https://web.archive.org/web/20031011091223/http://roastersguild.org/052003_norway.shtml).
- Wang, X., William, J., Fu, Yucheng., & Lim, L-T. (2016). Effects of capsule parameters on coffee extraction in single-serve brewer. *Food Research International*, 89(1), 797-805.
- Ward, J. H. (1963). Hierarchical Grouping to Optimize an Objective Function. *Journal of the American Statistical Association*, 58(301), 236-244.
- Wellinger, M., Smrke S., & Yeretian, C. (2017). Water for Extraction-Composition, Recommendations, and Treatment. *The Craft and Science of Coffee*. 381-198.
- Yeager, S. E., Batali, M. E., Guinard, J-X., & Ristenpart, W. D. (2021). Acids in coffee: A review of sensory measurements and metaanalysis of chemical composition. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1-27.