



UNIVERSIDADE
ESTADUAL DE LONDRINA

JAQUELLYNE BITTENCOURT MORAES DUARTE DA SILVA

**DESENVOLVIMENTO DE INGREDIENTE MULTIFUNCIONAL
RICO EM FIBRAS ALIMENTARES A PARTIR DE RESÍDUOS
DA AGROINDÚSTRIA**

Londrina
2021

JAQUELLYNE BITTENCOURT MORAES DUARTE DA SILVA

**DESENVOLVIMENTO DE INGREDIENTE MULTIFUNCIONAL
RICO EM FIBRAS ALIMENTARES A PARTIR DE RESÍDUOS
DA AGROINDÚSTRIA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Biotecnologia, do Departamento de Bioquímica e Biotecnologia, à Universidade Estadual de Londrina - UEL, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Biotecnologia.

Orientador: Prof^a. Dra. Suzana Mali de Oliveira

Londrina
2021

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UEL

S586 Silva, Jaquellyne Bittencourt Moraes Duarte .
DESENVOLVIMENTO DE INGREDIENTE MULTIFUNCIONAL RICO EM FIBRAS ALIMENTARES A PARTIR DE RESÍDUOS DA AGROINDÚSTRIA / Jaquellyne Bittencourt Moraes Duarte Silva. - Londrina, 2021.
130 f.

Orientador: Suzana Mali.
Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) - Universidade Estadual de Londrina, Centro de Ciências Exatas, Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia, 2021.
Inclui bibliografia.

1. Resíduos agroindustriais - Tese. 2. Tratamento alcalino - Tese. 3. Fibras insolúveis - Tese. 4. Tratamento hidrotérmico - Tese. I. Mali, Suzana . II. Universidade Estadual de Londrina. Centro de Ciências Exatas. Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia. III. Título.

CDU 66

JAQUELLYNE BITTENCOURT MORAES DUARTE DA SILVA

**DESENVOLVIMENTO DE INGREDIENTE MULTIFUNCIONAL
RICO EM FIBRAS ALIMENTARES A PARTIR DE RESÍDUOS
DA AGROINDÚSTRIA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Biotecnologia, do Departamento de Bioquímica e Biotecnologia, à Universidade Estadual de Londrina - UEL, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Biotecnologia.

BANCA EXAMINADORA

Orientadora: Profa. Dra Suzana Mali de Oliveira
Universidade Estadual de Londrina – UEL

Profa. Dra. Maria Victória Eiras Grossmann
Universidade Estadual de Londrina – UEL

Profa. Dra Neusa F. Seibel Universidade
Estadual de Londrina – UEL

Londrina, 07 de dezembro de 2021.

“Este trabalho, é dedicado àquele que em nenhum momento, nem por um segundo se quer, deixou de acreditar no meu sonho. Obrigada por me incentivar e me ensinar a lutar pelos meus sonhos, você faz parte disso. Isso é por mim e por você, Vovô Duio!”

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, sou grata pela oportunidade de realizar meu sonho, em todos os momentos Deus me abençoou, protegeu, me deu forças e sabedoria para lidar com os momentos de dificuldade e superá-los.

Quero agradecer infinitamente à minha amada mãe, que me apoiou e acreditou no meu potencial e no meu sonho, me deu suporte para que eu chegasse até aqui. Minhas irmãs, Pollyana e Helloysa, assim como meu querido padrasto Adilson, que foram peças fundamentais para essa realização.

Eu não poderia jamais, deixar de agradecer ao meu avô, que infelizmente não se encontra mais aqui, mas tenho a convicção que ele estaria tão realizado quanto a mim por finalizar esta etapa. Foi ele quem me deu apoio emocional, grandes conselhos e sempre acreditou nos meus sonhos.

Sou grata pelas amizades conquistadas no mestrado, que serão levadas para a vida toda. Em especial minha companheira de laboratório, trabalhos e também de apoio emocional, Dâmaris, possivelmente sem ela, esta fase não teria sido levada de uma forma tranquila.

Agradeço a minha companheira de pesquisa, Mayara, pudemos compartilhar vivências no laboratório, como também compartilhar conhecimento.

Quero agradecer imensamente minhas queridas amigas de graduação, Ana Clara, Rebeca e Raísa, que se fizeram presente de muitas formas nesta etapa da minha vida. Me auxiliaram gentilmente no laboratório, na dissertação, e inúmeras vezes me escutaram, aconselharam e foram suporte.

Agradeço à minha querida orientadora Prof^ª. Dr^ª. Suzana Mali, pelos inúmeros ensinamentos, conselhos, sabedoria e paciência. Mas principalmente por dar o exemplo e ensinar como ser uma professora e pesquisadora de qualidade.

À minha querida Universidade Estadual de Londrina que me ofereceu a oportunidade de realizar o curso com todo o suporte e ferramentas necessárias. Assim como também, professores e funcionários que de alguma forma participaram e auxiliaram para finalizar esta etapa.

Pra finalizar, agradeço a todos os meus amigos e familiares estiveram presentes e que foram de extrema importância nessa fase da minha vida. A todos você o meu muito obrigada!

*“Nada é tão nosso quanto os nossos sonhos”
(Friedrich Nietzsche)*

*A não ser que eles sejam
realizados! Então, só nossas
realizações, podem ser mais nossas
do que os nossos próprios sonhos!
(Jaquellyne Bittencourt)*

RESUMO

Silva, Jaquellyne Bittencourt Moraes Duarte. **Desenvolvimento de ingrediente multifuncional rico em fibras alimentares a partir de resíduos da agroindústria**. 2021. 130 f. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia - Programa de Pós-graduação em Biotecnologia) – Centro de Ciências Exatas – CCE, Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2021.

A perda e o desperdício de alimentos quando descartados inadequadamente geram poluição ao meio ambiente. Os resíduos agroindustriais que são gerados pela indústria de alimentos e agricultura são matérias-primas subutilizadas, porém ricas em nutrientes, como carboidratos, proteínas, fibras, minerais e vitaminas. A valorização e transformação eficiente destes resíduos pode minimizar os impactos econômicos e ambientais negativos resultantes do seu descarte inadequado, inclusive a sua utilização como alimento ou ingrediente alimentar. O objetivo do presente trabalho foi desenvolver ingredientes multifuncional rico em fibras alimentares a partir da mistura de resíduos da agroindústria (casca de aveia, casca de café e casca de soja) tratados através da combinação de tratamentos químico e físico em etapa única. As cascas foram submetidas ao tratamento combinado, com solução de peróxido alcalino (2%, pH 11,5) em autoclave (1,5 atm, 121°C, 30 min). Empregou-se um delineamento de misturas ternárias para formular os ingredientes multifuncional a partir da mistura das cascas tratadas, e a metodologia de superfície de resposta foi utilizada para obtenção de modelos matemáticos cúbicos para a análise das propriedades funcionais dos resíduos e suas misturas tratadas. Os materiais obtidos foram caracterizados quanto à sua composição (teores de umidade, cinzas, proteínas, lipídios, fibras totais, solúveis e insolúveis, celulose, hemicelulose e lignina) e propriedades multifuncionais capacidade de absorção de água (CAA) e óleo (CAO), cor obtidos pelos parâmetros L^* , a^* e b^* , capacidade de intumescimento (CI), atividade emulsificante (AE), higroscopicidade (HI) e capacidade de formação de espuma (CFE). Em termos gerais, observou-se um decréscimo do teor de cinzas, proteínas e lipídios, no entanto o teor de fibras totais aumentou significativamente nos três resíduos tratados, e conseqüentemente nas misturas, em comparação aos resíduos *in natura*. A casca de café tratada apresentou o maior teor de celulose, com incremento em 205% após o tratamento em etapa única. As amostras tratadas mostraram uma capacidade de hidratação aumentada. Para a capacidade emulsificante, a casca de café se destacou, com valores de 49,20% no resíduo *in natura* e 30,83% após tratamento. Os modelos matemáticos obtidos a partir dos resultados das propriedades funcionais tiveram um coeficiente de determinação (R^2) $\geq 0,96$, exceto para o modelo da CAO ($R^2 = 0,85$), portanto estes foram considerados modelos válidos para o estudo das tendências das respostas das propriedades multifuncionais nas condições estudadas. Conclui-se com o trabalho, que o tratamento realizado em etapa única foi eficiente em aumentar o teor de fibras alimentares dos ingredientes obtidos, assim como a sua capacidade de hidratação, se mostrando uma alternativa promissora para obtenção de um novo produto rico em fibras a partir da transformação dos resíduos estudados.

Palavras-chave: casca de aveia; casca de soja; casca de café; tratamento hidrotérmico; peróxido alcalino.

ABSTRACT

Silva, Jaquellyne Bittencourt Moraes Duarte. **Development of a multifunctional ingredient rich in dietary fiber from agroindustrial residues**. 2021. 130 p. Dissertation (Master's Degree Biotechnology - Postgraduate Program in Biotechnology) — Center for Exact Sciences — CCE, State University of Londrina, Londrina, 2021.

The loss and waste of food when improperly disposed of causes pollution to the environment. Agroindustrial residues that are generated by the food and agriculture industry are underutilized raw materials, but they are rich in nutrients, such as carbohydrates, proteins, fibers, minerals and vitamins. The efficient recovery and transformation of these residues can minimize the negative economic and environmental impacts resulting from their inappropriate disposal, including their use as food or food ingredient. The objective of the present work was to develop fiber-rich ingredients from oat hull, soybean hull and coffee hull mixtures after their treatment through a combination of chemical and physical methods in a single step. The hulls were subjected to combined treatment with an alkaline peroxide solution (2%, pH 11.5) in an autoclave (1.5 atm, 121°C, 30 min). A ternary mixture design was used to formulate the multifunctional ingredients from the mixture of the treated hulls, and response surface methodology was used to obtain cubic mathematical models for the analysis of the functional properties of the residues and their mixtures. The materials obtained were characterized according to their composition (moisture, ash, proteins, lipids, total, soluble and insoluble fibers, cellulose, hemicellulose and lignin contents) and multifunctional properties water absorption capacity (CAA) and oil (CAO), color obtained by the parameters L^* , a^* and b^* , swelling capacity (CI), emulsifying activity (AE), hygroscopicity (HI) and foaming capacity (CFE). In general, it can be observed a decrease in ash, proteins and lipids contents in the residues subjected to the treatments, however the total fiber content significantly increased in the three treated residues, and consequently in their mixtures compared to the raw materials. The treated coffee hull showed the highest cellulose content, with an increase of 205% after the one-step treatment. The treated samples an increased their hydration capacity. Coffee hull presented the higher values for emulsifying capacity, 49.20% for the raw material and 30.83% after treatment. The mathematical models obtained from the results of the functional properties had a coefficient of determination (R^2) ≥ 0.96 , except for the CAO model ($R^2 = 0.85$), so these models were considered valid models for the study of the trends of the multifunctional properties under the studied conditions. It was concluded with this study that the treatment carried out in a single step (chemical and physical) was efficient in increasing the dietary fiber content of the obtained materials, as well as their hydration capacity, and it can be considered as a promising alternative for obtaining a new rich-fiber product.

Key-words: oat hull; soy hull; coffee hull; hydrothermal treatment; alkaline peroxide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	– Anatomia da cereja de café.....	25
Figura 2	– Obtenção dos grãos de café pelos processos úmido e seco	27
Figura 3	– Geração de subprodutos da soja	30
Figura 4	– Estrutura tridimensional lignocelulósica	34
Figura 5	– Estrutura química da celulose	35
Figura 6	– Componentes da fração de hemicelulose	37
Figura 7	– (A) p-cumaril, (B) coniferil e (C) sinapil: blocos de construção dominantes da lignina tridimensional	38
Figura 8	– Microscopia eletrônica de varredura dos resíduos in natura e tratados	63
Figura 9	– Coloração dos resíduos in natura e tratados.....	66
Figura 10	– Gráfico de Contorno da Capacidade de Absorção de Água (CAA)	72
Figura 11	– Gráfico de Contorno da Capacidade de Absorção de Óleo (CAO).....	73
Figura 12	– Gráfico de Contorno de Coloração para o parâmetro L*	74
Figura 13	– Gráfico de Contorno de Coloração para o parâmetro a*.....	75
Figura 14	– Gráfico de Contorno de Coloração para o parâmetro b*	76
Figura 15	– Gráfico de Contorno da Capacidade de Intumescimento (CI).	76
Figura 16	– Gráfico de Contorno da Atividade Emulsificante (AE)	77
Figura 17	– Gráfico de Contorno de Higroscopicidade (HI).....	78
Figura 18	– Gráfico de Contorno da Capacidade de Formação de Espuma (CFE).....	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Composição química da casca de soja.....	31
Tabela 2	– Proporção das misturas ternárias dos resíduos de casca de aveia, casca de café e casca de soja.....	48
Tabela 3	– Classificação de hirosopicidade de pós.....	52
Tabela 4	– Rendimento dos resíduos pós tratamento químico e físico.....	56
Tabela 5	– Comparação entre as médias da composição química dos resíduos in natura, tratados e suas misturas.....	59
Tabela 6	– Resultado da composição de celulose, hemicelulose e lignina nos resíduos in natura, tratados e suas misturas.....	60
Tabela 7	– Resultados das propriedades funcionais dos resíduos in natura e tratados	67
Tabela 8	– Resultados das propriedades funcionais dos resíduos tratados e suas misturas.	70
Tabela 9	– Coeficientes de regressão e ANOVA dos modelos matemáticos calculados para os resultados das propriedades funcionais.	71
Tabela 10	– Resultado das análises de fenóis totais e DPPH dos resíduos in natura e tratados	80

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AE	Atividade Emulsificacante
BE	Bioeconomia
CA	Casca de Aveia Tratada
CA <i>in natura</i>	Casca de Aveia <i>in natura</i>
CAA	Capacidade de Absorção de Água
CA-CC	Casca de Aveia e Casca de Café Tratadas
CA-CS	Casca de Aveia e Casca de Soja Tratadas
CA-CS-CC	Casca de Aveia, Casca de Soja e Casca de Café Tratadas
CAO	Capacidade de Absorção de Óleo
CC	Casca de Café Tratada
CC <i>in natura</i>	Casca de Café <i>in natura</i>
CFE	Capacidade de Formação de Espuma
CI	Capacidade de Intumescimento
CS	Casca de Soja Tratada
CS <i>in natura</i>	Casca de Soja <i>in natura</i>
CS-CC	Casca de Soja Casca de Café Tratadas
EC	Economia Circular
FAI	Fibra Alimentar Insolúvel
FAs	Fibras Alimentares
FAS	Fibra Alimentar Solúvel
FAT	Fibra Alimentar Total
HI	Higroscopicidade
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
2	OBJETIVOS	19
2.1	OBJETIVO GERAL	19
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3	REVISÃO DA LITERATURA	20
3.1	RESÍDUOS DA AGROINDÚSTRIA	20
3.2	CASCA DE CAFÉ	23
3.3	CASCA DE SOJA	27
3.4	CASCA DE AVEIA	30
3.5	COMPOSIÇÃO DOS RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS	31
3.5.1	Complexo Lignocelulósico	31
3.5.2	Celulose	32
3.5.3	Hemicelulose	33
3.5.4	Lignina	35
3.6	FIBRAS ALIMENTARES SOLÚVEIS E INSOLÚVEIS – EFEITOS FISIOLÓGICOS	36
3.7	TRATAMENTO DOS RESÍDUOS LIGNOCELULÓSICOS PARA OBTENÇÃO DE INGREDIENTES RICOS EM FIBRAS	39
3.8	PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DE INGREDIENTES RICOS EM FIBRAS	40
3.9	APLICAÇÕES DE INGREDIENTES RICOS EM FIBRAS EM ALIMENTOS	43
4	MATERIAL E MÉTODOS	45
4.1	MATERIAL	45
4.2	MÉTODOS	45
4.2.1	Tratamento dos Resíduos	45
4.2.2	Formulação dos Ingredientes	45
4.2.3	Rendimento e Perda de Massa dos Resíduos Pós Tratamento	46
4.2.4	Caracterização Química das Diferentes Formulações Obtidas	46
4.2.5	Propriedades Funcionais	48
4.3	ANÁLISE ESTATÍSTICA	51

5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	53
5.1	RENDIMENTO DOS RESÍDUOS PÓS TRATAMENTO	53
5.2	CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DAS DIFERENTES FORMULAÇÕES OBTIDAS	53
5.2.1	Composição Química	53
5.2.2	Celulose, Hemicelulose e Lignina.....	60
5.3	MORFOLOGIA E PROPRIEDADES FUNCIONAIS.....	62
6	CONCLUSÃO	80
	ANEXOS	103
	ANEXO A: Composition and technological properties of fibrous functional ingredient obtained from agroindustrial residues through one-step physical and chemical combined processes	104

1 INTRODUÇÃO

Dados da Organização das Nações Unidas para Alimentação e Agricultura (FAO, 2021) apontam que atualmente cerca de 690 milhões de pessoas passam fome e 3 bilhões não têm condições de manter uma dieta saudável. A fome tem aumentado nos últimos cinco anos, a pandemia COVID-19 está ameaçando a segurança alimentar e nutricional de mais 132 milhões de pessoas. Adicionalmente, o declínio do ecossistema e as consequências das mudanças climáticas são fatores a serem considerados neste contexto, e a perda e o desperdício de alimentos geram 8% das emissões globais de gases de efeito estufa.

Em contrapartida, os resíduos agroindustriais que são gerados pela indústria de alimentos e agricultura incluem vários materiais de origem vegetal, como palhas, caules, folhas, cascas, sementes, polpas, bagaços, dentre outros, e de forma geral, são matérias-primas subutilizadas, porém ricas em nutrientes, como carboidratos, proteínas, fibras, minerais e vitaminas. A valorização e transformação eficiente destes resíduos pode minimizar os impactos econômicos e ambientais negativos resultantes do seu descarte inadequado, inclusive a sua reutilização como alimento ou ingrediente alimentar (LOPES; LIGABUE-BRAUN, 2021). Adicionalmente, estes resíduos, quando descartados de maneira inadequada, aumentam o potencial poluidor de solos, de corpos hídricos devido a lixiviação de compostos, de forma a acarretar problemas de saúde pública (ROSA *et al.*, 2011).

Nas últimas duas décadas a comunidade científica vem discutindo este problema a fim de buscar estratégias e soluções tecnológicas para o uso destes resíduos, para além da ração animal ou fertilização orgânica, mas também como matéria-prima para novos produtos alimentícios com alto valor nutritivo (AYALA-ZAVALA *et al.*, 2010; FREITAS *et al.*, 2021; LAUFENBERG *et al.*, 2003).

A fim de promover o fortalecimento e o crescimento econômico, com redução do uso de recursos fósseis, impactos ambientais, e a projeção de novos negócios e oportunidades de trabalho a bioeconomia circular tem sido discutida universalmente (KALMYKOVA *et al.*, 2018). A Comissão Europeia pontua a importância da bioeconomia circular na produção de recursos

biológicos renováveis, a conversão dos mesmos em produtos de alto valor nutritivo como alimentos, rações, produtos de base biológica e bioenergia (EUROPEAN COMMISSION, 2011).

Os resíduos agroindustriais podem ser considerados como matérias-primas que desempenham um papel muito importante dentro da bioeconomia circular, estando em consonância com o conceito de biorrefinaria (MOHAN *et al.*, 2016). As biorrefinarias englobam um sistema integrado e planta de processamento diversificada, onde as matérias-primas oriundas das biomassas lignocelulósicas são convertidas em uma ampla gama de produtos de maior valor agregado, de modo que se tenha cadeias de valor similares aos derivados do petróleo, porém, com redução de impactos negativos ao meio ambiente e uma abordagem de desperdício zero (BHOWMICK *et al.*, 2018). A biorrefinaria foi projetada para processar diversas matérias-primas de biomassa, como as lignocelulósicas de algas (BASTIAENS *et al.*, 2017), de resíduos alimentares (DAHIYA *et al.*, 2018), de resíduos microbianos (MOHAN *et al.*, 2016) e adubos (CHEN *et al.*, 2005).

Anualmente, são produzidos cerca de 1,3 bilhão de toneladas de biomassa lignocelulósica, e apenas 3% são consumidas por processos bioquímicos, bioenergéticos e produtos não relacionados a alimentos (BARUAH *et al.*, 2018). Os resíduos agrícolas representam 25% desta biomassa (VAZ, 2017), sendo provenientes principalmente de palhas de cevada, casca de coco, palha de milho, cacho de frutas, arroz, bagaço de cana, caules de sorgo, trigo e madeira, dentre outros. A composição majoritária destes materiais consiste em celulose, hemicelulose e lignina, que podem ser convertidos em vários produtos, e compõem a fração de fibra alimentar insolúvel do material (ZHANG, 2008).

As fibras alimentares nos últimos anos veem ganhando mercado entre os consumidores, por serem componentes que interagem fisiologicamente fornecendo inúmeros benefícios à saúde, que vão muito além do apoio à regularidade intestinal. Os benefícios vão desde a saúde digestiva, minimização do risco de doença cardíaca coronária, diabetes, auxílio de controle de peso, e também no bem-estar geral (HE; SAMPERS; RAES, 2021; MANN; CUMMINGS, 2009).

As propriedades físico-químicas e nutricionais de resíduos ricos em fibras podem ser alteradas através do emprego de tratamentos físicos e

químicos. Tratamentos térmicos combinados ao tratamento químico com peróxido de hidrogênio alcalino podem promover a deslignificação do material, assim como, diminuir a cristalinidade da celulose por levar ao rompimento das ligações de hidrogênio que mantêm a sua estrutura supramolecular, o que resulta em materiais com maior capacidade de absorção de água e melhores propriedades sensoriais (GALDEANO; GROSSMANN 2005; YOSHIDA; PRUDÊNCIO, 2020). Vários autores relatam a melhoria nas propriedades de hidratação e o teor de fibras solúveis da casca de aveia, casca de café e casca de arroz (GALDEANO; GROSSMANN, 2005; VILELA *et al.*, 2016; YOSHIDA; PRUDÊNCIO, 2020).

A indústria alimentícia pode se beneficiar da relevância da bioeconomia dado o olhar diferenciado as diversas fontes de fibras alimentares existentes, como os resíduos agroindustriais que, como dito anteriormente, em geral são subvalorizados e descartados. Nesse sentido, o alto volume destes resíduos pode ser reintroduzido na cadeia alimentar como biomassa de alto valor nutritivo. Vai ao encontro de seu reuso os compostos bioativos, como polifenóis e óleos essenciais, sendo rentável não só para a indústria de alimentos, para também a farmacêutica e a cosmética (HE; SAMPERS; RAES, 2021; LOPES; LIGABUE-BRAUN, 2021).

Trabalhos recentes buscam estudar a possibilidade da introdução de ingredientes alternativos na indústria alimentícia, na forma de farinhas. A aplicação destes ingredientes envolve seu desempenho nas propriedades tecno-funcionais em determinados alimentos processados (GUIMARÃES *et al.*, 2012; TAVARES *et al.*, 2012). Neste contexto, ingredientes ricos em fibras alimentares provenientes de resíduos já foram aplicados em produtos de panificação (biscoitos, *muffins*, pães e *cookies*) (SILVEIRA *et al.*, 2016; BORA; RAGAE; ABDEL-AAL, 2019), como também em produtos cárneos, buscando a substituição de gordura (SUMMO, 2020).

O desenvolvimento deste trabalho vem de encontro com a necessidade de uma destinação adequada aos resíduos da agroindústria, propondo a produção de um ingrediente funcional a base de fibras, por meio da casca de aveia, casca de soja e casca de café. O objetivo é a reintrodução, utilização e valorização dos resíduos, repensando os vínculos entre os recursos sustentáveis e a prosperidade econômica.

2 OBJETIVOS -

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver ingredientes multifuncional rico em fibras alimentares a partir da mistura de resíduos da agroindústria (casca de aveia, casca de café e casca de soja) tratados através da combinação de tratamentos químico e físico em etapa única.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar o tratamento dos resíduos a fim de aumentar a sua composição em fibras alimentares e modificar as suas propriedades funcionais empregando-se a combinação de método físico (tratamento hidrotérmico em autoclave) e químico (peróxido de hidrogênio alcalino);

- Empregar um delineamento de misturas ternárias para formular ingredientes multifuncional rico em fibras alimentares a partir da mistura das cascas tratadas;

- Determinar a composição química dos resíduos *in natura*, tratados e suas misturas.

- Estudar o efeito da modificação e das misturas nas propriedades físicas, químicas e funcionais dos ingredientes produzidos.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 RESÍDUOS DA AGROINDÚSTRIA

A população mundial atualmente é de cerca de 7,6 bilhões de pessoas, com uma taxa de crescimento anual de aproximadamente 74 milhões de pessoas (OSORIO; FLÓREZ-LÓPEZ; GRANDE-TOVAR, 2021), e a ONU (Organização das Nações Unidas) estima que até o ano de 2050, deve ultrapassar 9,7 bilhões. Visto isto, a demanda alimentar deve aumentar cerca de 60% para que toda a população seja alimentada. Vale ressaltar que cerca de 30% dos alimentos produzidos para o consumo humano, o que equivale à 1,3 bilhões de toneladas/ano ou um quarto das calorias destinadas à alimentação humana, resultam em perda ou resíduos. Ou seja, há o desperdício em toda a cadeia produtiva, do campo à mesa (FAO, 2021; HE; SAMPERS; RAES, 2021).

Nos últimos 50 anos, com o alto índice de atividades agrícolas e agroindustriais, houve um aumento significativo na produção e no acúmulo de grandes quantidades de resíduos. Estes resíduos, quando descartados de forma inadequada, são geradores de poluição e um problema ambiental a ser gerenciado (FREITAS *et al.*, 2021). A biomassa agrícola quando sofre deterioração emite metano no meio ambiente, que pode ser lixiviado, contribuindo para a contaminação da água, do solo e do ar, e com as mudanças climáticas (ROSA *et al.*, 2011).

De forma a contornar problemas ambientais, se faz necessário tanto esforços governamentais, como também de entidades industriais, para o uso eficiente dos resíduos produzidos, de forma a utilizá-los e gerar diferentes tipos de recursos renováveis. Sendo estes com alto valor agregado, garantindo uma produção sustentável e limpa para que sejam economicamente viáveis, ambientalmente saudáveis e socialmente benéficas (FREITAS *et al.*, 2021; HE; SAMPERS; RAES, 2021; LOPES; LIGABUE-BRAUN, 2021; SANTANA-MÉRIDAS *et al.*, 2012).

Os resíduos de culturas agrícolas, de acordo com a legislação do meio ambiente da união europeia, os caracteriza como materiais sendo simplesmente resíduos ou não. Ela ainda define os resíduos, por meio da diretiva-quadro de resíduos como:

“Resíduos: são materiais que o detentor, descarta ou pretende ou é obrigado a descartar. Resíduo de produção: um material que não é deliberadamente produzido em um processo de produção que pode ou não ser um resíduo. Subproduto: um resíduo de produção que pode ser usado diretamente, sem qualquer outro processamento além da prática industrial normal (EUROPEAN UNION, 2006).

Os resíduos de culturas agrícolas podem ser classificados em dois tipos principais: de culturas (gerados na propriedade produtora) e agroindustriais (gerados durante o processo de pós-colheita).

Os resíduos de cultura, são aqueles deixados no campo após a colheita, são ditos, resíduos de biomassa primária, estas são partes não comestíveis, como os caules, palha, gravetos, folhas, raízes, que são produzidos a partir de sementes, frutas, nozes, vegetais e culturas energéticas. Já os resíduos provenientes da agroindústria, são aqueles de biomassa secundária, provenientes do processamento do produto, para se produzir um recurso natural. Nestes resíduos as principais indústrias produtoras são as madeireiras e de alimentos, sendo estes na forma de bagaço, cascas, palhas e sabugo (MANDE, 2005; PHILIPPOUSSIS, 2009; SINGH NEE 'NIGAM *et al.*, 2009).

Parfitt, Barthel e Macnaughton (2010) relatam que as diferentes definições sobre os desperdícios de alimentos com relação às complexidades das cadeias de abastecimento estão relacionadas ao fato das diferentes legislações jurídicas no mundo.

A FAO atualizou no ano de 2018 a definição de desperdício de alimentos, incluindo a fração relacionada à perda de alimentos que podem ser destinados ao consumo, porém são descartados ou deixados para estragar como resultado de decisões tomadas pelos consumidores. A mesma agência, relata que a perda de alimentos é descrita como o que é produzido para consumo humano, porém, não é consumido. Tanto a perda, como o desperdício, acontecem em diferentes estágios da cadeia produtiva e de abastecimento, causadas por diferentes forças condutoras.

Diante das evidências atuais sobre o desperdício e a grande

perda resíduos, é fundamental no cenário agroindustrial que todos os sistemas produtivos e funcionais do planeta entrem em consonância com a sustentabilidade, uma vez que os recursos naturais produzidos são finitos e existe uma capacidade limitada de absorver o impacto ambiental causado pela produção industrial. A economia fundamentada linearmente deve ser substituída pela “Economia Circular”, pois ela exige um consumo sustentável e a produção de recursos que sejam renováveis (MOHAN *et al.*, 2019; OSORIO; FLÓREZ-LÓPEZ; GRANDE-TOVAR, 2021).

A Economia Circular (EC) é um modelo que exige a remodelação do ciclo de vida dos produtos, de forma que haja a redução de qualquer impacto ambiental, reduzindo o consumo de recursos e a geração de resíduos. Portanto, ao se pensar em economia sustentável a EC e a Bioeconomia (BE) estão interligadas e integradas. Então, há a premissa de conciliar os objetivos econômicos, sociais e ambientais que a EC exige, juntamente com a ação da BE atuando como mecanismos de um futuro sustentável (MOHAN *et al.*, 2019).

A Comissão Europeia (2018) definiu a BE como a criação de diferentes recursos biológicos renováveis (biomassa), convertendo-os em diferentes produtos de base biológica com elevado valor agregado, incluindo alimentos, rações, produtos bioquímicos, como também a bioenergia, ao passo que haja a diminuição de efeitos nocivos ao meio ambiente. A Organização para Cooperação e Desenvolvimento Econômico (OCDE), julga a BE como “como um mundo onde a biotecnologia contribui para uma parcela significativa da produção econômica”. Ela incorpora os conhecimentos da área de genética, bioprocessos, biomassa renovável, e suas possíveis aplicações em diversos setores da biotecnologia (OECD, 2009).

Dentro da interação entre BE e EC, portanto, pode-se então, definir o termo “Bioeconomia Circular”, que é potencializada com as biorrefinarias. Esta é delineada por uma infraestrutura com diversas tecnologias de conversão, como a termoquímica, bioquímica, combustão e de crescimento de microrganismos, que se integram para a produção máxima e eficiente dos recursos, substituindo matéria-prima fóssil, por biomassa, incluindo resíduos gerados a partir de outro processamento, convertendo-os em produtos de base biológica como biocombustíveis, bioquímicos, bioenergia e outros bio-produtos de alto valor (CHERUBINI, 2010; FERREIRA, 2017; OSÓRIO; FLÓREZ-LÓPEZ;

GRANDE-TOVAR, 2021).

A biomassa lignocelulósica é considerada uma das mais abundantes no mundo, com uma produção anual de 1,3 bilhões de toneladas, contribuindo com aproximadamente 90% de todas as formas de biomassa. Esta pode estar inserida nas matérias-primas de segunda geração (BARUAH *et al.*, 2018). Estes materiais podem ser diferentemente agrupados em três principais categorias:

- I. Resíduos agrícolas (incluem principalmente palhas, cascas, espigas e bagaço);
- II. Resíduos florestais;
- III. Culturas energéticas (DHAMODHARAN *et al.*, 2020).

As composições destes materiais podem variar, no entanto há uma constituição básica incluindo a celulose, hemicelulose e lignina. A celulose é um polímero linear que se encontra em maiores proporções, de 25-53%, seguido pela hemicelulose, heteropolissacarídeo composto majoritariamente por xilose, com 20-35%, e a lignina (20-25%), que é uma biomolécula complexa de polifenóis, que tem como função barreira aos microrganismos e enzimas (ASCENCIO *et al.*, 2019).

Estes resíduos, por sua composição, apresentam grande potencial para aplicações em sistemas de biorrefinarias, primeiramente por serem produzidos globalmente, segundo, por serem boas fontes de carboidratos, proteínas e outros nutrientes relevantes, e por último, por terem a capacidade de serem hidrolisados por meio de pré-tratamentos adequados. Adicionalmente, podem ser utilizados de diferentes formas na conversão de produtos biotecnológicos de acordo com as demandas do mercado (KHORAIRI *et al.*, 2021; KUMAR; YAASHIKAA, 2020). Portanto, estes se tornam, produtos atraentes para agregar valor nas cadeias de suprimentos por meio de resíduos subvalorizados, diminuindo os impactos ambientais negativos (MOHAN *et al.*, 2019).

3.2 CASCA DE CAFÉ

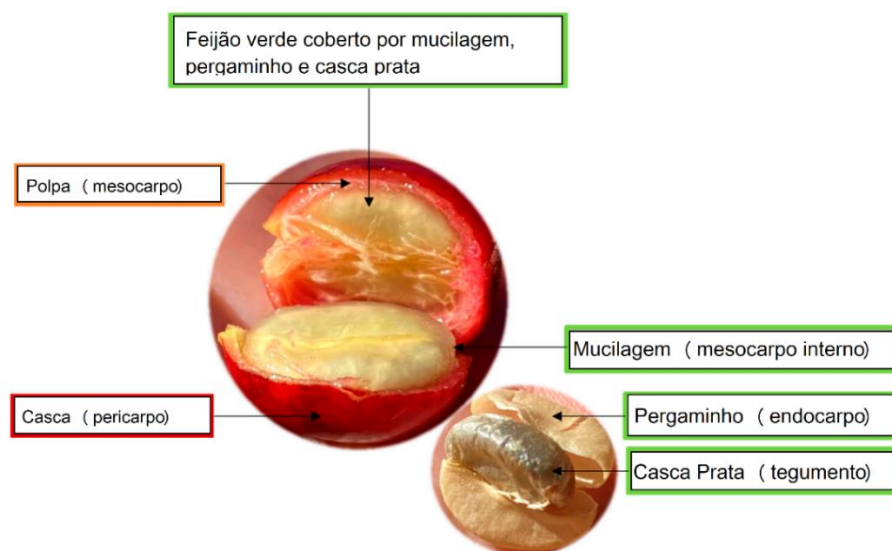
O gênero *Coffea*, que pertence à família *Rubiaceae*, abrange

duas das espécies vegetais mais importantes do comércio internacional de café: *Coffea arabica* L. e *Coffea canephora* Pierre, amplamente conhecidas como Arábica e Robusta, respectivamente (ALVES *et al.*, 2011; HOSEINI *et al.*, 2021).

A cafeicultura está inserida no contexto do agronegócio nacional e mundial e o café é considerado a segunda maior *commodity* em nível mundial, perdendo apenas para o petróleo (HOSEINI *et al.*, 2021; PESHEV *et al.*, 2018). Em 2020, o Brasil produziu 69,9 milhões de sacas (60 kg) (USDA, 2021), estando em 5º lugar na exportação das *commodities* do agronegócio brasileiro (CONAB, 2020).

A cereja do café é constituída por uma casca externa que recobre toda extensão dos frutos e sua polpa macia e doce, e na extremidade possuem a cor avermelhada quando maduros (Figura 1). Então, segue-se constituído por uma camada de mucilagem altamente hidratada e composta por pectina, um endocarpo fino de cor amarelada, denominado pergaminho, e finalmente, um tegumento (casca prateada) que recobre cada hemisfério do grão de café verde (ESEQUIVEL; JIMÉNEZ, 2012; HOSEINI *et al.*, 2021; VINCENT, 1987).

Figura 1 - Anatomia da cereja de café



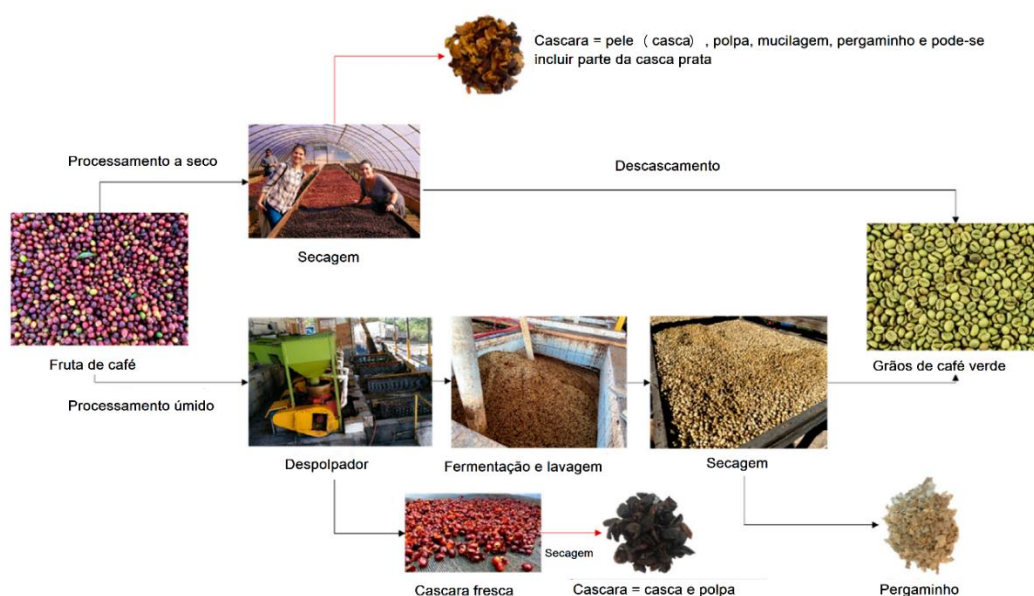
Fonte: Iriondo–Dehond *et al.* (2020)

Para a obtenção do café torrado são empregados geralmente dois processos: o seco e o úmido. O processo a seco é um método mais simples, eficaz e ecológico, as cerejas recém colhidas são secas à luz do sol, por aproximadamente de 2 a 4 semanas, até que sua umidade fique entre 10% e

12%, e então, elas são descascadas mecanicamente, fazendo a separação do grão, retirando a casca, polpa, mucilagem e pergaminho (Figura 2) (ALVES *et al.*, 2017; HOSEINI *et al.*, 2021; MURTHY; NAIDU, 2012a; VINCENT, 1987). Os resíduos sólidos gerados compreendem cerca de 12% da cereja em peso seco e, para cada tonelada de frutos de café colhidos são produzidas cerca de 0,18 toneladas em cascas, que são constituídos da casca externa, pergaminho e polpa (ALVES *et al.*, 2017; MURTHY; NAIDU, 2012b).

O processo úmido (Figura 2), é comumente utilizado para produção do café Arábica, obtendo-se um produto de maior qualidade. Inicialmente, a casca e a polpa são removidas por meio de um despulpador, gerando um resíduo formado pela casca e pela polpa (MURTHY; MADHAVA, 2012a). Em seguida, a mucilagem que recobre o grão será eliminada no processo fermentativo, que pode ocorrer por 24 a 72h (ALVES *et al.*, 2017). O grão, que ainda contém o pergaminho, será lavado e então seco, até chegar à umidade de 10% a 12%, após este processo, o grão passará pelo descasque, onde será removido o pergaminho (MURTHY; NAIDU, 2012b). No geral, cerca de 1 tonelada de casca e polpa são obtidas a cada 2 toneladas de café produzido (MURTHY; NAIDU, 2012a).

Figura 2- Obtenção dos grãos de café pelos processos úmido e seco



Fonte: Iriondo–Dehond *et al.* (2020)

A produção, processamento e o consumo do café vêm gerando

cada vez mais uma quantidade elevada de resíduos (PESHEV *et al.*, 2018). Só no processamento, dependendo do processo (úmido ou seco) a produção de resíduos varia de 30% a 50% do peso total de café produzido (MATOS, 2008; PESHEV *et al.*, 2018). Considerando os dez principais países produtores (Brasil, Vietnã, Colômbia, Indonésia, Etiópia, Índia, Honduras, Uganda, México e Guatemala) são gerados anualmente mais de dez milhões de toneladas de resíduos totais. Nos países produtores de café, os resíduos e os subprodutos de processamento de grãos de café constituem cerca de 60% do peso úmido da fruta fresca e representam uma importante fonte de poluição e ameaça ambiental (ECHEVERRIA; NUTI, 2017).

Os resíduos mais importantes do tratamento das cerejas de café são a polpa gerada na via úmida e as cascas resultantes na via seca, e como 80% do café produzido no Brasil é proveniente do método de via seca, as cascas de café são o principal resíduo produzido no país (ECHEVERRIA; NUTI, 2017; FAN *et al.*, 2006).

As cascas de café derivadas do processamento a seco apresentam em sua composição cerca de 35% de carboidratos, 30% de fibras, 8-11% de proteínas, 0,5 a 3% de lipídios, 3 a 7% de minerais, 1% de cafeína e 5% de taninos (ECHEVERRIA; NUTI, 2017).

Os resíduos obtidos do processamento do café são conhecidos pelo seu alto teor de compostos bioativos, como o ácido clorogênico, cafeína e os taninos, que estão associados a benefícios à saúde humana, como antibióticos, antiinflamatórios, hepatoprotetores e antioxidantes (JANISSEN; HUYNH, 2018). A extração e recuperação destes compostos, principalmente os fenólicos, tornam este resíduo promissor, fazendo dele, um subproduto com alto valor agregado (MURTHY; NAIDU, 2012b).

O teor de fibras nas cascas do café é elevado, e estas podem estar associadas aos compostos fenólicos, o que pode gerar um efeito interessante, fazendo que os compostos fenólicos cheguem no cólon intactos, e então após a fermentação pela microbiota intestinal poderão ser obtidos vários metabólitos importantes, promovendo um ambiente antioxidante que pode fornecer proteção à saúde do corpo humano (MACAGNAN; DA SILVA; HECKTHEUER, 2016).

Dentre as aplicações propostas para os resíduos do

processamento do café podemos destacar o seu uso como fertilizantes (IRIONDO-DEHOND *et al.*, 2020), para compostagem ou vermicompostagem (IRIONDO-DEHOND *et al.*, 2020), como bioadsorventes (OLIVEIRA *et al.*, 2008) para produção de bioetanol (GOUVEA *et al.*, 2009) ou ração animal (MAZZAFERA, 2002). Sua composição em taninos e açúcares fermentáveis os torna substratos ideais para bioprocessos (FAN *et al.*, 2006; MURTHY; NAIDU, 2012; MUSSATTO *et al.*, 2011; PANDEY *et al.*, 2000). Há também relatos na literatura do uso destes resíduos na área de alimentos, como forma de aumentar a quantidade de fibras, assim como de compostos bioativos, visto que estes são benéficos à saúde. A produção de produtos de valor agregado, como enzimas, ácidos orgânicos, compostos de sabor e aroma também tem sido estudada (PANDEY *et al.*, 2000; RODRÍGUEZ-DURÁN *et al.*, 2014).

3.3 Casca de soja

A soja (*Glycine max* (L.) Merr.) é uma leguminosa originária da Ásia Oriental, cultivada há mais de 3.000 anos atrás. Existem hoje mais de 3.500 variedades do grão, amplamente utilizado na alimentação humana e de animais (GAZZONI; DALL'AGNOL, 2018). Esta leguminosa tem sido considerada de grande importância mundial, sua safra atingiu a marca de 362,9 milhões de toneladas em 2021 (EMBRAPA, 2021), e segundo a CONAB (2021) o Brasil é o maior produtor mundial, produzindo 135 milhões de toneladas/ano.

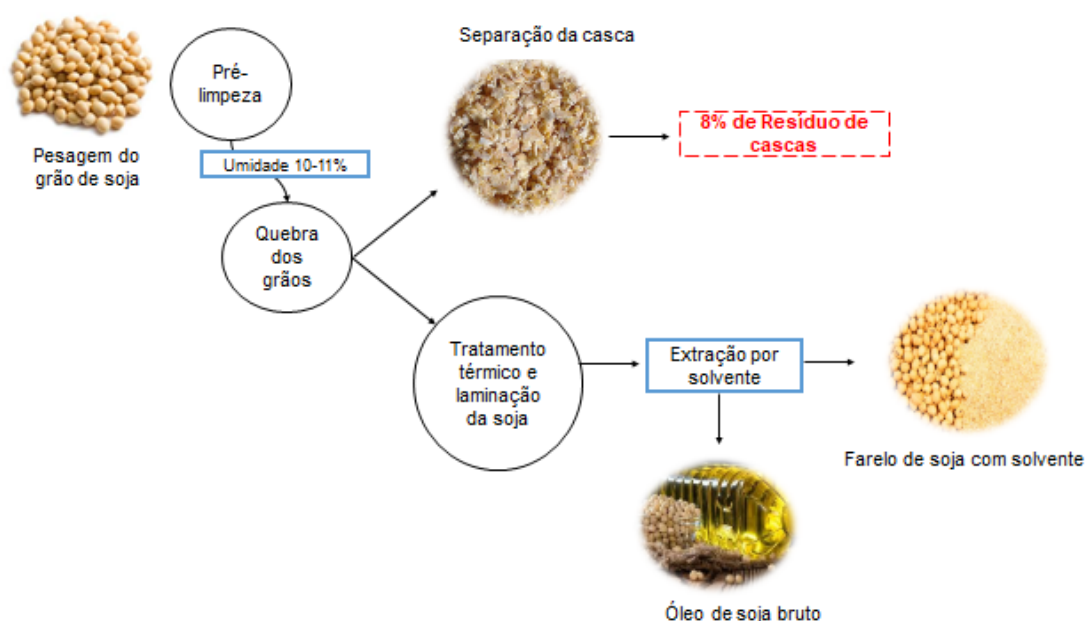
A importância da respectiva cultura alimentar se deve ao seu elevado teor de proteínas, além de possuir todos os aminoácidos essenciais. O teor de proteínas da soja é de cerca de 38%, ao passo que outras culturas semelhantes, como ervilha e feijão, contém um teor de aproximadamente 27% e 24% respectivamente (VOZIAN *et al.*, 2016). Devido à sua preciosa combinação química e nutricional, a soja tem sido amplamente utilizada como matéria-prima por indústrias no mundo todo, principalmente na extração de óleo vegetal comestível e proteína (YANG *et al.*, 2019).

A composição da soja vai além de proteínas e aminoácidos, também já foram descritos numerosos compostos fitoquímicos presentes na leguminosa, como as isoflavonas, saponinas, ácidos fítics, fitoesteróis, inibidores de tripsina e peptídeos bioativos. As isoflavonas e polifenóis estão

ligados à diversas atividades biológicas antioxidantes, podendo auxiliar na redução da ocorrência de doenças não transmissíveis, como o câncer e as cardiovasculares (ISANGA; ZHANG, 2008).

Geralmente, milhares de toneladas de resíduos agrícolas são gerados durante processamento da leguminosa (Figura 3), e normalmente apenas uma pequena parcela deles são utilizados para ração animal, e então descartados e desperdiçados em aterros sanitários, causando grandes problemas ambientais (YANG *et al.*, 2019).

Figura 3 – Geração de subprodutos da soja



Fonte: Adaptado de Mandarinino e Hirakuri (2015)

A casca de soja é um dos resíduos gerados no processamento do óleo. No ano de 2018 foram produzidos aproximadamente 5,7 bilhões de kilos do óleo (CONAB, 2018), e as cascas representam de 8 a 10% do peso seco total dos grãos (AYO; KAJO, 2016; YOO *et al.* 2011).

A casca de soja é um resíduo de baixo valor comercial (KIM *et al.*, 2015), são relatadas na literatura algumas aplicações, dentre as quais para a suplementação na dieta de ruminantes (LIU; LI, 2017), para tratamentos de águas residuais (MÓDENES *et al.*, 2015), como fibra alimentar, após o processamento de hidrólise ácido-base e tratamento hidrotérmico (YANG *et al.*, 2014), pode ser adicionada em bebidas, molhos e laticínios como espessante e

emulsificante (SEELI; PRABAHARAN, 2017), como também na produção de bioetanol (YOO *et al.*, 2011). Porém a maior parte do resíduo produzido é descartado (LIU; LI, 2017).

Este é um resíduo rico em polissacarídeos não amiláceos, contendo quantidades variáveis de celulose, hemicelulose, lignina e pectina (Tabela 1), portanto, é uma ótima fonte de fibras alimentares de alta qualidade com grande potencial para desenvolvimento de ingredientes funcionais (YANG *et al.*, 2019a). Em um comparativo, foi possível verificar que o farelo de trigo possui uma quantidade menor em fibras alimentares, cálcio e ferro que as cascas de soja (CHEE *et al.*, 2005; JOHNSON *et al.*, 1985).

Tabela 1- Composição química da casca de soja.

Componentes (bs)	Casca de Soja (%)
Celulose	29-51
Hemicelulose	10–25
Lignina	1–4
Pectina	4-8
Proteínas	11-15
Referência	Rojas <i>et al.</i> , (2014); Merci <i>et al.</i> , (2015); Flauzino-Neto <i>et al.</i> , (2016)

Cabezudo *et al.* (2021) na investigação sobre o conteúdo de polifenóis na casca de soja, concluíram que mesmo a soja sendo um resíduo recalcitrante, ainda assim tem uma excelente fonte de antioxidantes fenólicos naturais. Os polissacarídeos da casca da soja ainda possuem uma ampla aplicabilidade na área de alimentos, visto que possuem propriedades espessantes, emulsificantes e principalmente são ótimos ingredientes como fibra alimentar (SEELI; PRABAHARAN, 2017).

As propriedades dos monossacarídeos, massa molecular e a presença ou ausência de quelantes de proteínas na casca da soja purificada podem afetar o desempenho emulsificante do polissacarídeo, como também diferem na capacidade da ligação do ácido biliar. Portanto, a conformação

estrutural, pode vir a afetar as propriedades funcionais e aplicabilidade da casca da soja (LAI, 2010).

3.4 Casca de aveia

A aveia (*Avena sativa* L.) é um cereal pertencente à família das gramíneas, tribo Aveneae e gênero *Avena*. É um grão que se originou na Ásia e Mediterrâneo (GUTKOSKI; PEDÓ, 2000).

O grão de aveia tem sido uma cultura que cada vez mais tem atraído à atenção ao seu consumo pelas descobertas dos benefícios à saúde, e por consequência aumentado a sua produtividade global (SCHMITZ; KARLSSON; ADLERCREUTZ, 2020). Mundialmente, no ano de 2010 sua produção foi de aproximadamente 19 milhões de toneladas, no ano de 2021, houve um acréscimo de aproximadamente 30%, com uma produção global de 24 milhões de toneladas. No ranking dos maiores produtores mundiais deste grão, a União Europeia é a maior, sendo responsável por 30% da produção, o Brasil por sua vez se encontra em 6º lugar, colaborando com 4% da produção mundial (USDA, 2021).

A aveia apresenta um formato cilíndrico com sua extremidade pontiaguda na localização do gérmen, e uma característica importante, possui uma casca não comestível aderida firmemente, o que faz necessária a sua retirada (TAKEITI, 2020). A casca da aveia é um resíduo obtido pelo processamento do cereal, mais especificamente pela moagem, compreendendo cerca de 25-30% do peso do grão (REDAELLI; BERARDO, 2007; WANG; KLOPFENSTEIN, 1993).

Atualmente, as cascas de aveia têm baixo valor agregado, e por isso têm tido sua aplicação limitada, sendo utilizadas como ingredientes alimentícios para ração animal, mas principalmente na conversão de energia por combustão (AMOAHI *et al.*, 2019; CORTIVO *et al.*, 2018). No entanto, este resíduo possui um alto teor de fibra insolúvel, sendo aproximadamente 80% do seu peso total (REDAELLI; BERARDO, 2007), ou seja, é superior ao trigo (47%) ou o farelo de milho (67%), podendo ser este um potencial ingrediente em diversas formulações alimentares para aumento de teor de fibras (GOULD *et al.*, 1989).

A composição química consiste em fibra insolúvel, sendo os componentes majoritários celulose (17 - 37%), hemicelulose (28 - 35%) e lignina (19 - 23%) (DAMIREL *et al.*, 2018; SKIBA *et al.*, 2017; TAMANINI *et al.*, 2004), cinzas de 4 - 6% (SCHMITZ; KARLSSON; ADLERCREUTZ, 2020; TAMANINI *et al.*, 2004), com teor de lipídios médio de 0,9 a 2,0%, e o conteúdo de proteínas de 1,4 – 3,0% (BRYNGELSSON *et al.*, 2002). Alguns estudos relatam quantidades de amido presente nas cascas (2,5%) dependendo das diferentes condições climáticas em que a aveia é cultivada (SCHMITZ; KARLSSON; ADLERCREUTZ, 2020)

A casca de aveia ao ser introduzida em alimentos pode provocar textura arenosa e a degradação de propriedades tecnológicas importantes, isso se deve ao fato deste material se hidratar apenas superficialmente, pela recalcitrância que existe entre as fibras (GOULD *et al.*, 1989). As propriedades tecnológicas da casca podem ser melhoradas por meio de tratamentos físico-químicos com o objetivo de solubilizar a lignina e reduzir a cristalinidade da celulose, obtendo-se um material com maior capacidade de absorção de água e intumescimento da fibra, alterando e melhorando as características sensoriais do produto (GALDEANO; GROSSMANN, 2005; GOULD *et al.*, 1989).

3.5 COMPOSIÇÃO DOS RESÍDUOS AGROINDUSTRIAIS

3.5.1 Complexo Lignocelulósico

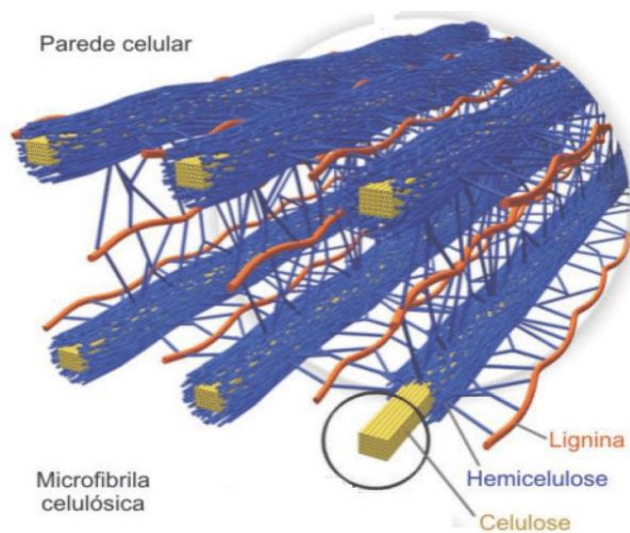
A biomassa lignocelulósica representa um recurso natural de grande valor, sendo o mais abundante em plantas lenhosas (YANG *et al.*, 2019b) e herbáceas (De BHOWMICK *et al.*, 2018). Este tipo de biomassa é formado majoritariamente por celulose, hemicelulose e lignina (Figura 4), juntamente com outros compostos, em pequenas quantidades como grupos acetil, minerais e fenólicos, no qual formam composições relativas distintas, dependentes das espécies, tecido e maturidade da parede celular (ISIKGOR; BECER, 2015; NANDA *et al.*, 2014). Normalmente, a celulose e a hemicelulose compõem cerca de 80-90% do peso total seco, e a lignina correspondendo a uma porcentagem de até 10-25% (NANDA *et al.*, 2014).

A celulose é o componente predominante, com função estrutural na parede vegetal, e também responsável pela resistência mecânica dos tecidos

das plantas. A hemicelulose, também, constitui a parede celular vegetal, sendo formada por polímeros pentoses e hexoses. Já a lignina, é constituída por três tipos de álcoois aromáticos de forma biossintética, formando uma proteção ao redor dos outros dois componentes da parede celular vegetal (ANWAR *et al.*, 2014).

Uma vez esses compostos do complexo tridimensional separados, podem ser convertidos em diversos produtos biológicos de alto valor agregado, substituindo os fósseis. Os resíduos lignocelulósicos, são provenientes principalmente de setores industriais e humanos, como a fração orgânica de resíduos sólidos municipais, das indústrias de celulose e papel e de alimentos (ANWAR *et al.*, 2014).

Figura 4 – Estrutura tridimensional lignocelulósico



Fonte: Adaptado de Canilha *et al.* (2010).

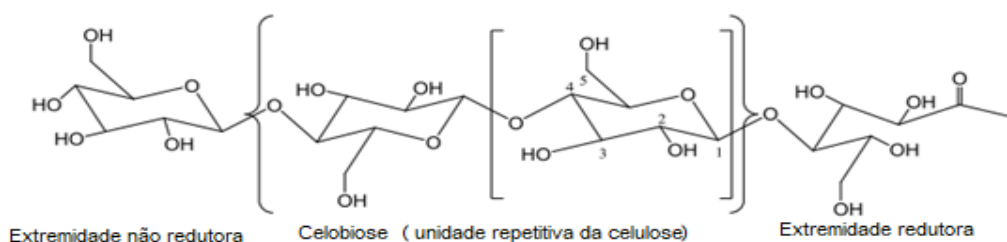
3.5.2 Celulose

A celulose é um polímero de grande valor agregado na natureza, e tem sido o mais abundante na terra (URRUZOLA *et al.*, 2014). Ela está incorporada nas paredes das células vegetais juntamente com uma matriz de outros componentes da fibra alimentar, como hemiceluloses, pectinas e ligninas (SALDÍVAR; SOTO, 2020).

A celulose é um biopolímero altamente estável, formado por unidades repetitivas de glicose, unidas por ligações glicosídicas β (1-4),

resultando em unidades que se repetem ao longo da cadeia, denominadas celobiose. A fórmula química da celulose é $(C_6H_{10}O_5)_n$, e sua estrutura linear, como cadeia de um polímero está representada na Figura 5 (ANWAR *et al.*, 2014).

Figura 5 – Estrutura química da celulose



Fonte: Adaptado de Klemm *et al.* (2005).

O grau de polimerização da longa cadeia de celulose pode ser da ordem de 7.000 a 10.000 monômeros de glicose dependendo da fonte botânica, unidas por ligações de hidrogênio e forças de van der Waals em seu estado nativo, conferindo rigidez e tornando-a altamente insolúvel e resistente a maioria dos solventes orgânicos (ANWAR *et al.*, 2014; HA, *et al.*, 1998).

As cadeias de celulose se alinham lado a lado, estendidas na mesma direção, se interligando por meio de ligações de hidrogênio, que formam as microfibrilas. Estas são formadas por regiões diferentes, que podem ser cristalinas (altamente organizadas) ou amorfas (menos organizadas), constituídas por 1 a 30 nm de diâmetro (RAMOS, 2003).

3.5.3 Hemicelulose

A hemicelulose, diferente da celulose, é um polímero de cadeia curta, heterogêneo e altamente ramificado, composto por diferentes unidades como D-glicose, D-manose e D-galactose (hexoses) e, em maior quantidade, por D-xilose, L-arabinose (pentoses), podendo ainda apresentar quantidades variáveis de ácidos urônicos e grupos acetila (Figura 6) (GÍRIO *et al.*, 2010). A

xilose é o monômero mais importante, seguido pelos ácidos galacturônico e manurônico. As hemiceluloses são normalmente classificadas pelos monômeros de carboidrato predominante presente em xilanos (arabinoxilanos e glucoxilanos), β -D glucanos e xiloglucanos (SALDÍVAR; SOTO, 2020).

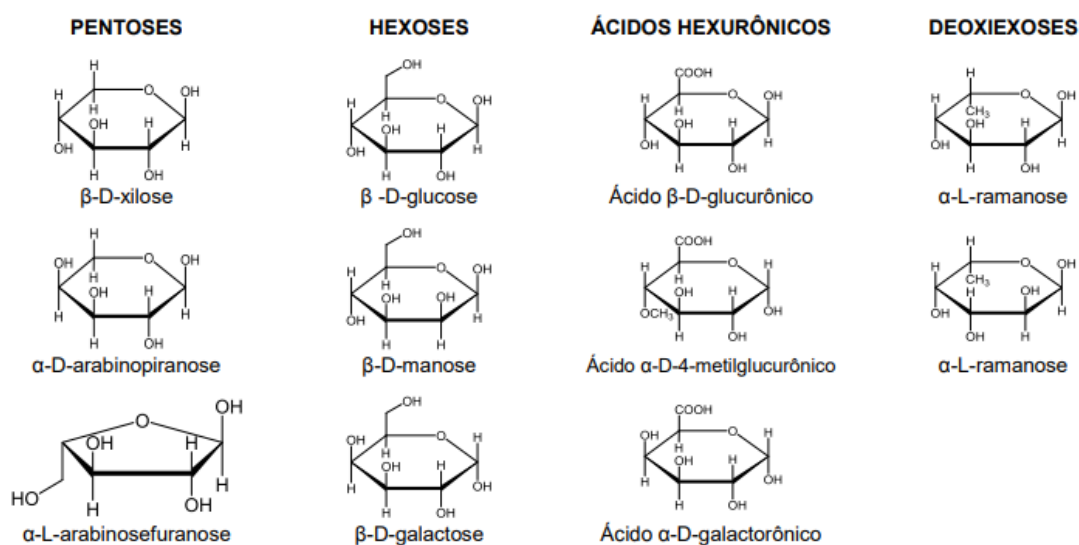
Os arabinoxilanos, são conhecidos como pentosanos, que apresentam algumas características importantes físico-químicas, como solubilidade, viscosidade, propriedades de gelificação e hidratação que estão intimamente relacionadas com sua estrutura química, tamanho e interação molecular, e arranjo espacial (SAULNIER *et al.* 2007). Estes compostos estão presentes em abundância, nas paredes celulares do endosperma de cereais, principalmente no centeio e trigo, seguidos pelo milho, arroz e aveia. Estes pentosanos podem ser considerados prebióticos, tendo potencial na diminuição do índice glicêmico de cereais (BROEKAERT *et al.* 2011) e na prevenção do diabetes tipo II (ABBEELE *et al.* 2011).

Os β -glucanos formam uma estrutura linear principalmente com ligações β -glicosídicas 1-3 ou 1-4, variando sua massa molecular. Quando associados a grãos de cereais não possuem ramificações e possuem sequencias de até 15 resíduos unidos por ligações 1-3 β -glicosídicas (STONE, 2009). Possuem propriedades importantes para a saúde, como prebióticos, imunomoduladores e hipocolesterolêmicos, sendo também ótimos agentes gelificantes (BROWN; WILLIAMS, 2009; ZEKOVIC *et al.*, 2005).

Além da diferença em composição química, as hemiceluloses também se diferem em relação ao grau de polimerização, estando na faixa de 100 a 200 unidades de monossacarídeos. Devido à sua estrutura amorfa, são menos resistentes à hidrólise química, podendo ser hidrolisadas facilmente, por ácidos ou bases diluídos, além de enzimas (ZOGHLAMI; PAES, 2018), e por isso possuem maior fermentabilidade e efeitos prebióticos no intestino posterior ou cólon (LINEBACK, 1999).

No que tange ao uso da hemicelulose nas indústrias, a sua separação da celulose aumenta a acessibilidade das enzimas às microfibrilas de celulose, de forma que ocorra o aumento da digestibilidade da celulose (HENDRIKS; ZEEMAN, 2009).

Figura 6 – Componentes da fração de hemicelulose



Fonte: Bajpai (2016).

3.5.4 Lignina

A lignina é o segundo polímero mais abundante na natureza, sendo formada por unidades de fenilpropanos ligados de forma complexa tridimensionalmente, incluindo-se entre os seus monômeros os álcoois p-cumaril, coniferil e sinapil (Figura 7) (ZOGHLAMI; PAES, 2019).

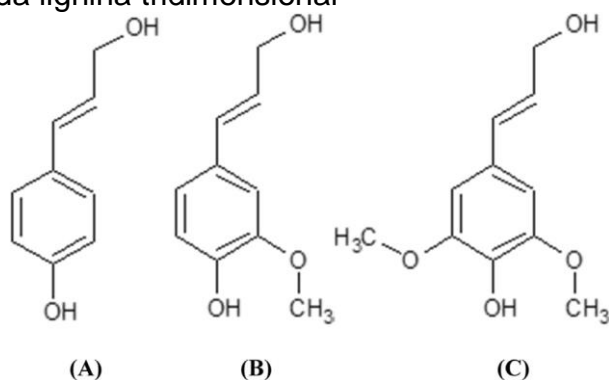
É importante ressaltar que as ligninas não possuem apenas uma espécie, sua constituição é variável e complexa, além de que sua estrutura ainda não foi bem definida, pelo fato de diferir entre espécies de plantas, por formar padrões complexos com proteínas e estruturas de polissacarídeos (SALDÍVAR; SOTO, 2020).

A lignina, está intimamente ligada à celulose e hemicelulose,

pelo fato de preencher os vazios deixados pelos dois polímeros, interagindo de forma covalente com as duas cadeias, conferindo rigidez estrutural à parede celular, hidrofobicidade e formando uma barreira físico-química contra o ataque microbiano (KAPARAJU *et al.*, 2009; ZOGHLAMI; PAES, 2019).

Esta estrutura tem sido considerada parte importante das fibras dietéticas, em particular as insolúveis, ela tem sido incluída pelo fato de sua associação química com os polissacarídeos da parede celular e pelo fato de ser má digerida no trato gastrointestinal (SALDÍVAR; SOTO, 2020).

Figura 7 – (A) *p*-cumaril, (B) coniferil e (C) sinapil: blocos de construção dominantes da lignina tridimensional



Fonte: Boerjan; Ralph; Baucher (2003)

A lignina pode desenvolver um papel negativo na conversão da celulose, por sua composição e estrutura, formando uma barreira às enzimas celulolíticas, que ficam inacessíveis à celulose (PEREZ-CARRILLO; HEREDIA-OLEA, 2018). No entanto, uma fração da lignina pode ser despolimerizada, formando monômeros de baixa massa molecular, que podem se redistribuir na superfície das paredes das células vegetais (JUNG *et al.*, 2018). A deslignificação, pode ocorrer por meio de soluções alcalinas quentes, ou por ação de agentes oxidantes, transformando uma porcentagem de lignina, em lignina solúvel (CHEN, 2014).

3.6 FIBRAS ALIMENTARES SOLÚVEIS E INSOLÚVEIS – EFEITOS FISIOLÓGICOS

No mundo todo há diversas definições sobre o que são fibras alimentares, elas podem ser baseadas em seus métodos analíticos ou nas propriedades fisiológicas que exercem (SLAVIM, 2003). Desde o ano de 1974,

o autor Trowell define fibras de forma consistentemente como fibra alimentar sendo a soma dos polissacarídeos vegetais que são resistentes à hidrólise digestiva, por ácidos e enzimas do trato gastrointestinal humano e da lignina.

De acordo com a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA, 2003), fibra alimentar é qualquer material comestível que não seja hidrolisado pelas enzimas endógenas do trato digestivo humano.

As fibras alimentares (FAs) ainda podem ser definidas como algumas plantas ou carboidratos comestíveis que não são digeríveis e absorvíveis no intestino delgado humano, e que podem sofrer fermentação parcial ou completa no intestino grosso. Os principais alimentos compostos por FAs são de origem vegetal, como as frutas, verduras, cereais e outros grãos, sendo 50% da ingestão diária das fibras proveniente dos cereais, seguindo pelos vegetais (30-40%), frutas (16%) e os outros 3% vem de outras fontes (RODRÍGUEZ *et al.*, 2006).

As FAs são classificadas de acordo com a solubilidade que tem no intestino, podendo ser solúveis ou insolúveis (GRIGELMO-MIGUEL *et al.*, 1999; RODRÍGUEZ *et al.*, 2006). Segundo Saura-Calixto (1993) as proporções entre fibras alimentares solúveis (FAS) e insolúveis (FAI) nas frutas e vegetais são mais equilibradas, entretanto, a maioria das fontes de FAs possuem maior porcentagem da fração insolúvel do que da solúvel, com exceção de frutas cítricas (MARLETT; VOLLENDORF, 1994). Além disso, as frutas e vegetais estão ligados a vários compostos bioativos, principalmente os polifenóis, o que os compõe com uma fibra dietética com alta capacidade antioxidante (SAURA-CALIXTO 1998; UCHOA *et al.* 2009).

A fibra alimentar solúvel tem um potencial de se solubilizar parcialmente em água, formando uma estrutura semelhante a um gel (GALLANGER; SCHNEEMAN, 2001). Além da solubilidade em água, as FAS apresentam viscosidade e são fermentescíveis pelas bactérias do cólon. Nesta classificação estão inclusos os polissacarídeos não amiláceos, como pectinas, β -glucanos, gomas, mucilagem, oligossacarídeos e inulina (QUIRÓS-SAUCEDA *et al.* 2014).

A capacidade de formação de gel se torna relevante para as fibras solúveis, visto que, quando consumidas, não apenas aumentam o volume do conteúdo do trato gastrointestinal, mas também a viscosidade, levando ao

retardo do esvaziamento gástrico e aumentado o poder de saciedade. Com o aumento do bolo alimentar como material viscoso, ocorre redução da taxa do processo de digestão, diminuindo a difusão das enzimas digestivas em direção ao seu substrato (DAYIB *et al.*, 2020; MORRIS, 1990). Estes compostos metabolicamente sofrem um processo fermentativo no organismo, no qual produzem produtos finais importantes, que exercem efeitos na saúde humana, como a modulação da absorção de glicose e lipídios, melhoria da microbiota intestinal, com aumento da resposta do sistema imune (GALLANGER; SCHNEEMAN, 2001).

No cólon, quando as fibras solúveis são fermentadas pelas bactérias da flora intestinal, são produzidos ácidos graxos de cadeia curta, como os ácidos acético, butírico e propiônico, que podem apresentar uma série de efeitos benéficos à saúde. O incremento na produção dos ácidos graxos de cadeia curta resulta na diminuição do pH intracelular e colônico. O meio mais ácido inibe a proliferação de organismos patogênicos bem como a formação de produtos de degradação tóxicos, além de reduzir a solubilidade dos ácidos biliares e facilitar a absorção de cálcio, interferindo no metabolismo ósseo (BERNAUD; RODRIGUES, 2013; DAYIB *et al.*, 2020).

Em contraste, a fibra alimentar insolúvel não forma gel e apresenta fermentação limitada. A sua ingestão aumenta o volume fecal, promovendo o estímulo mecânico do peristaltismo, o que leva ao aumento da progressão fecal, da frequência de evacuações, da excreção de sais biliares, esteróides e gorduras, com efeitos semelhantes aos medicamentos que aumentam a evacuação (BERNAUD; RODRIGUES, 2013; DAYIB *et al.*, 2020). Sua composição inclui celulose, lignina, fração maior de hemicelulose, celulose modificada e quitina (QUIRÓS-SAUCEDA *et al.*, 2014).

O consumo médio total de fibra alimentar deve estar entre 21 e 40 g / dia (OMS/FAO, 2003), o que pode ser obtido aumentando-se o consumo de frutas e verduras, mas também a ingestão de produtos alimentícios enriquecidos com fibras. Nesse sentido, vários resíduos lignocelulósicos podem ser considerados como matérias-primas em potencial para obtenção de ingredientes funcionais ricos em fibras.

3.7 TRATAMENTO DOS RESÍDUOS LIGNOCELULÓSICOS PARA OBTENÇÃO DE INGREDIENTES RICOS EM FIBRAS

Nos últimos anos vários autores têm relatado a modificação de resíduos agroindustriais, incluindo métodos químicos, físicos ou enzimáticos, ou a combinação dos mesmos, visando melhorias das suas propriedades nutricionais e tecnológicas (GALDEANO; GROSSMANN, 2005; BUGGENHOUT *et al.*, 2015; YOSHIDA; PRUDENCIO, 2020; ZHANG *et al.*, 2018).

Embora a biomassa lignocelulósica apresente certa resistência à degradação devido às ligações existentes e o empacotamento molecular unindo os constituintes poliméricos da celulose, hemicelulose e lignina nas paredes celulares, como também à cristalinidade da celulose, o tratamento hidrotérmico pode causar o fracionamento da biomassa, e posteriormente a hidrólise parcial dos polissacarídeos, alterando a sua composição e propriedades tecnológicas (KRISTENSEN *et al.*, 2008; PEDERSEN *et al.*, 2010; SUN *et al.*, 2016).

O tratamento hidrotérmico, com água ou vapor tem como função a autoionização da água em H_3O^+ e OH^- onde ela atuará como um catalizador, para induzir a liberação de acetato de xilana e hidrólise das ligações glicosídicas presentes principalmente na hemicelulose, ocorrendo, por consequência a diminuição do pH do meio (KAPU *et al.*, 2016; PEDERSEN *et al.*, 2010), e favorecendo a despolimerização da hemicelulose (CHORNET; OVEREND, 2017; OVEREND; CHORNET, 1987).

O processamento hidrotérmico pode ser afetado por uma ampla gama de condições operacionais, por exemplo, temperatura, tempo de residência, tamanho de partícula, relação água para biomassa sólida, entre outros. Geralmente é realizado em temperaturas entre 120–230 °C por 10–50 min. De forma geral, quando os resíduos lignocelulósicos são submetidos ao processamento hidrotérmico, a estrutura da celulose, incluindo cristalinidade e grau de polimerização sofrem ligeira alteração, e as frações cristalinas são menos afetadas que as amorfas. Dentre os principais componentes da biomassa lignocelulósica, as hemiceluloses são as mais termolábeis, sendo mais afetadas que a celulose pelo processamento hidrotérmico. A lignina é considerada o componente mais recalcitrante dentre os biopolímeros de parede celular vegetal.

No tratamento hidrotérmico pode haver solubilização de uma fração da lignina. De forma geral, a solubilização das hemiceluloses e de uma fração da lignina resultam em materiais onde a celulose está mais acessível à ação enzimática (RUIZ *et al.*, 2020).

Dentre os tratamentos químicos empregados na modificação de resíduos lignocelulósicos, o uso do peróxido alcalino, tem se mostrado eficiente em melhorar as propriedades nutricionais e tecnológicas de resíduos lignocelulósicos (YOSHIDA; PRUDÊNCIO, 2020).

Quando o resíduo é disperso em peróxido alcalino, ocorrerá a penetração do reagente, então a parede celular começará a inchar, principalmente a secundária, o que levará ao processo de deslignificação. A lignina é solubilizada no estágio inicial do tratamento, visto que um nível mais alto de deslignificação na lamela média do canto da célula deve ser medido, verificando a possibilidade de refazer o processo para diminuição da lignina (JI *et al.*, 2014a, JI *et al.*, 2014b). O sucesso do processo se deve a parâmetros como concentração do reagente, tempo de reação, temperatura e o pH, este deve estar entre 11,5-11,6, para a melhor solubilização da lignina e hemicelulose (GALDEANO; GROSSMANN, 2005).

A principal desvantagem deste tratamento é pelo fato de que, ao solubilizar parcialmente a hemicelulose, ela pode gerar alguns compostos tóxicos, que podem vir a afetar os processos de hidrólise e fermentação (ALVIRA *et al.*, 2010; KUMAR *et al.*, 2009).

A combinação de tratamentos químicos e físicos pode ser vantajosa, requer de forma geral uma menor quantidade de reagentes, e os resultados em degradação da hemicelulose e disposição da lignina resultam em um ótimo potencial à hidrólise da celulose (ALVIRA *et al.*, 2010; MANTOVAN *et al.*, 2021).

3.8 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DE INGREDIENTES RICOS EM FIBRAS

Os resíduos agroindustriais podem ser empregados na obtenção de ingredientes ricos em fibras com claros benefícios para a saúde, porém, simultaneamente, podem apresentar propriedades tecnológicas interessantes para aplicação em uma série de produtos na indústria de alimentos (YOSHIDA;

PRUDÊNCIO, 2020).

De acordo com Benitez *et al.* (2019), os efeitos fisiológicos e as propriedades tecnológicas e funcionais dos ingredientes ricos em fibras são dependentes das suas propriedades físico-químicas bem como da composição e características estruturais das paredes das células vegetais, portanto, se faz necessário não apenas conhecer os benefícios potenciais à saúde, mas também estimar suas propriedades tecnológicas.

De acordo com Buggenhout *et al.* (2015), além dos efeitos fisiológicos benéficos reconhecidos, as propriedades tecnológicas desempenham um papel importante no desenvolvimento de ingredientes ricos em fibras, dentre as quais, as propriedades de hidratação e texturização são as mais importantes.

Uma das propriedades mais relevantes que a fibra alimentar pode ter, é a capacidade de se ligar a água (BORDERÍAS *et al.*, 2005), essa capacidade é relativa à quantidade de água que é retida na estrutura, após a exposição de forças externas ou estresse, pelo fato dos alimentos passarem por diferentes operações (centrifugação, homogeneização, amassamento e mistura em alta velocidade, e extrusão). Essas propriedades de hidratação das fibras alimentares são afetadas por alguns fatores, o predominante e mais importante é a fonte de fibra alimentar, pela sua composição química, a microestrutura (tamanho das partículas) e as condições de processamento (MUDGIL; BARAK, 2019). Estes fatores determinarão a aplicabilidade ideal da fibra em alimentos, pelo fato de corresponder a textura desejável no alimento processado (RAGHAVENDRA *et al.*, 2006).

Em geral, as fibras alimentares apresentam boas propriedades de hidratação por causa da presença de compostos hidrofílicos (por exemplo, celulose, pectina e hemiceluloses), sendo importante a determinação da sua capacidade de absorção de água, capacidade de intumescimento, capacidade de gelificação e emulsificação para poder direcionar as suas aplicações em potencial. Adicionalmente, em geral, uma boa capacidade de hidratação pode ser um bom indicativo para um ingrediente funcional a ser empregado para reduzir calorias ou modificar a viscosidade e textura de alimentos formulados (BENITEZ *et al.*, 2019).

Quando adicionados nas formulações de alguns alimentos

produzem efeitos indesejáveis, incluindo textura áspera e arenosa, além da redução volume do produto, o que limita seu uso (GALDEANO; GROSSMANN, 2005). Alguns processos físicos e químicos podem ser empregados para modificação das propriedades das fibras em resíduos lignocelulósicos, dentre os quais tratamentos físicos, químicos e biológicos. Os tratamentos causam hidrólise parcial dos polissacarídeos, levando à melhora porosidade do material, e, como resultado, melhorar as propriedades técnico-funcionais e nutricionais.

As fibras solúveis possuem uma alta capacidade de retenção de água, diferente das insolúveis, no qual a natureza hidrofóbica da lignina deprime a capacidade de ligação (WISKER *et al.*, 1985), no entanto alguns colaboradores, relataram que as cascas de grãos, podem se ligar várias vezes o seu peso em água, suas propriedades podem ser aumentadas por meio da trituração, aumentando sua afinidade para reter água dentro matriz da fibra (AUFFRET *et al.*, 1994; CADDEN, 1987).

As fibras, ainda podem ser dispersíveis ou ter a capacidade se ligar ao óleo e/ou gordura. A ligação com o óleo é um fator importante, pois os lipídios podem adentrar as porosidades presentes na fibra, ocorrendo sua absorção (BORDERÍAS *et al.*, 2005). Este fato, pode auxiliar em vários produtos alimentícios, a pectina ou inulina quando adicionada em queijos, no estágio do processamento, reduz o teor de gordura, sem reduzir as características predominantes do produto, como a textura e sabor (MENSINK *et al.*, 2015; RODRÍGUEZ *et al.*, 2006). Além disso, as fibras ao serem adicionadas em produtos cárneos, podem aumentar o seu rendimento de cozimento, como também melhorar os aspectos de textura dos produtos, pelo fato de evitar a perda significativa de gordura e água (RAGHAVENDRA *et al.*, 2006).

Outra propriedade tecnológica que as fibras podem conferir aos produtos alimentícios, é a viscosidade. Fibras como as pectinas, gomas, β -glucanas extraídas de algas, quando misturados em água tonam-se extremamente viscosos, normalmente são utilizados como agentes espessantes em alimentos, em concentrações baixíssimas (BORDERÍAS *et al.*, 2005). Fibras altamente solúveis, compostas por polímeros ramificados ou de cadeia relativamente curta, como a goma arábica, arabinogalactanos isolados, possuem baixa viscosidade, utilizadas geralmente para modificar a textura e reologia dos produtos, de forma tal, a gerenciar a migração de água, que influência nas

propriedades coligativas dos alimentos, e que assim proporcionam a melhoria de atributos dos produtos funcionais (TUNGLAND; MEYER, 2002).

A fibra alimentar, ainda pode ser utilizada em formulações, por sua capacidade de formação de géis, ou seja, as fibras solúveis, como pectina, goma e mucilagem, por sua associação de unidades poliméricas que estabelecem uma rede onde água e outros solutos estão inclusos, formam o gel (BORDERÍAS *et al.*, 2005). Esta formação dependerá de alguns requisitos, tipo de fibra utilizada, concentração, temperatura, presença de íons, pH e a presença de outros modificadores reológicos no sistema alimentar (PEERAJIT *et al.*, 2012).

3.9 APLICAÇÕES DE INGREDIENTES RICOS EM FIBRAS EM ALIMENTOS

A recuperação, transformação e o reaproveitamento de resíduos agroindustriais pela indústria de alimentos tem se tornado possível e viável nos últimos anos através do desenvolvimento de novos processos e soluções tecnológicas, dando uma destinação a estas matérias-primas, além de contribuir para alavancar a sustentabilidade geral da cadeia de produção alimentar, tanto do ponto de vista econômico, quanto ambiental (UDUGAMA *et al.*, 2020; LAI *et al.*, 2017).

Bora, Ragae e Abdel-Aal (2019) relataram que os consumidores têm procurado cada vez mais por produtos de panificação mais saudáveis, de forma que a indústria tem buscado ingredientes funcionais inovadores para capitalizar as novas tendências do mercado. Nesse contexto, vem sendo realizados diferentes estudos para a produção de *cookies*, biscoitos e *muffins*, com diversos resíduos agroindustriais, que se destacam por suas propriedades funcionais e bioativas.

Alguns estudos têm proposto o uso da casca de café, como fonte de antocianinas e fibras alimentares, utilizando-as no desenvolvimento de biscoitos salgados com alto teor de fibras, enriquecidas com compostos fenólicos que possuem capacidade antioxidante (MORENO *et al.*, 2019). Iriundo-DeHond *et al.* (2020) verificaram que o uso das fibras isoladas da casca de café (3,0 a 4,5%) em pães resultou em aumento no rendimento da massa, com miolo com menor firmeza e maior elasticidade, além de ser um produto sem glúten, como

também rico em fibras e proteínas.

Outra aplicação para os resíduos é em barras de cereais, visto que estas são considerados produtos alimentares que tem como base vitaminas, minerais, carboidratos, proteínas e fibras e se destacam por serem refeições pequenas, leves e práticas para o consumo (LARA *et al.*, 2018). Portanto, este é um mercado substancialmente importante para a aplicação de ingredientes ricos em fibras para agregação de valor nutricional e funcional.

Os colaboradores Balentic *et al.* (2018) produziram barras de cereais utilizando como ingrediente alternativo cascas da amêndoa do cacau, farinha de soja e a farinha de banana verde, objetivando o melhoramento nutricional, destacando-se em sua composição o alto teor de compostos fenólicos, antioxidantes e fibras alimentares.

Os ingredientes ricos em fibras também têm sido utilizados como substitutos de gordura devido às suas características tecnológicas, tais como a capacidade de aumentar a formação de gel e viscosidade, além do fornecimento de sabor e textura pelo fato de aumentar a capacidade de retenção de água (DERVISOGLU; YAZICI, 2006). Produtos como sorvetes e chocolates já foram testados. Os colaboradores Crizel *et al.* (2013) realizaram a substituição de 70% da gordura no sorvete por fibra do resíduo da laranja, obtendo-se um produto sem mudanças significativas nas propriedades de cor, odor e textura.

Summo (2020) relatou o uso de ingrediente à base de casca de aveia como substituto de gordura para produzir hambúrguer com baixo teor de gordura e alto teor de beta-glucanos. A substituição teve efeito satisfatório no produto pelas características funcionais e tecnológicas da fibra que são semelhantes às da gordura, capazes de formar um gel compacto e reter água no produto, contribuindo com a maciez e suculência, mesmo com baixos teores de gordura.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Os resíduos empregados neste trabalho foram doados, as cascas de soja e aveia pela empresa SL alimentos (Mauá da Serra – PR) e a casca de café pelo Instituto de Desenvolvimento Rural do Paraná (IDR, Londrina – PR). Os materiais foram lavados em água destilada, secos por 12 h a 45 °C em estufa com circulação de ar (Marconi MA 035, São Paulo), e então moídos e tamizados (180 a 300 µm).

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Tratamento dos Resíduos

Os resíduos foram tratados individualmente pela combinação do método químico (peróxido de hidrogênio alcalino) e físico (tratamento hidrotérmico em autoclave) em etapa única como descrito por Debiagi *et al.* (2019), com algumas modificações. Cada resíduo (20 g) foi disperso em 200 mL de solução de peróxido alcalino (2%, pH 11,5). A solução foi autoclavada (Primatec, SC, São Paulo, Brasil) (1,5 atm, 121 °C, 30 min), e em seguida as amostras foram neutralizadas com diversas lavagens com água destilada até atingir o pH entre 5,5 e 6,5, filtradas a vácuo e secas em estufa com circulação de ar (Marconi MA 035, São Paulo) (60 °C, 12-24h).

4.2.2 Formulação dos Ingredientes

A formulação dos ingredientes foi realizada por meio de diferentes proporções dos resíduos, casca de aveia, casca de soja e casca de café (*in natura* e tratadas). As misturas ternárias foram definidas por meio da Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) utilizando-se um delineamento de

misturas simplex-centróide com 7 experimentos (Tabela 2) com o objetivo de se estudar o efeito das diferentes proporções dos resíduos sobre as propriedades das formulações obtidas.

Tabela 2 – Proporção das misturas ternárias dos resíduos de casca de aveia, casca de café e casca de soja.

Experimento	RESÍDUOS		
	Casca de Aveia X ₁	Casca de Soja X ₂	Casca de Café X ₃
CA	1	0	0
CS	0	1	0
CC	0	0	1
CA-CS	1/2	1/2	0
CS-CC	0	1/2	1/2
CA-CC	1/2	0	1/2
CA-CS-CC	1/3	1/3	1/3

CA= Casca de aveia tratada; CS = Casca de soja tratada; CC= Casca de café tratada; CA-CS = Mistura da casca de aveia e de soja tratadas; CS-CC = Mistura da casca de soja e casca de café tratadas; CA-CC= Mistura da casca de aveia e casca de soja tratadas; CA-CS-CC = Mistura dos três resíduos tratados (casca de aveia, soja e café).

Fonte: o próprio autor

4.2.3 Rendimento e perda de massa dos resíduos pós tratamento

O rendimento e a perda de massa dos resíduos foram calculados de acordo com as Equações 1 e 2.

$$\% \text{ Rendimento do tratamento} = \frac{\text{Peso final do resíduo pós tratamento} \times 100}{\text{Peso inicial do resíduo}} \quad (1)$$

$$\% \text{ Perda massa} = 100 - \% \text{ Rendimento do Tratamento} \quad (2)$$

4.2.4 Caracterização Química das Diferentes Formulações Obtidas

4.2.4.1 Composição química dos resíduos

As análises de composição química foram realizadas de acordo com as metodologias oficiais AOAC - Official methods of analysis of AOAC (2012).

- Umidade (925.09): as amostras foram secas em estufas à 105°C até peso constante.

- Cinzas (930.30): as amostras foram incineradas em mufla à temperatura de 550°C.
- Lipídios (920.39,C): o método de extração ocorreu pelo equipamento sohxlet com refluxo por 6h.
- Proteínas (990.03): o método utilizado foi por destilação em Kjeldahl.
- Fibra alimentar total (FAT) (985.29), fibra alimentar insolúvel (FAI) e a fibra alimentar solúvel (FAS) (991.42) foram determinadas pelo processo de enzimático gravimétrico.
- Para o teor de carboidratos realizou-se os cálculos da diferença total de proteínas, lipídios, cinzas, umidade e fibras dietéticas.

4.2.4.2 Composição em celulose, hemicelulose e lignina

A fração de celulose e hemicelulose, dos resíduos *in natura*, nos resíduos tratados e nas misturas, foram determinados de acordo com a metodologia descrita por Van Soest (1965), com algumas modificações. Inicialmente papel filtro qualitativo foi previamente seco e anotado sua massa. Utilizou-se 0,5 g de cada amostra em erlenmeyer e adicionou-se 50 mL de reagente FDA (detergente ácido, utilizado para solubilizar a hemicelulose e grande parte da proteína insolúvel, o qual conterà lignina e celulose) ou FDN (detergente neutro utilizado solubilização das proteínas, gorduras, carboidratos solúveis, pectina e outros compostos solúveis em água, no qual conterà celulose, hemicelulose, lignina e proteína lignificada). Os recipientes foram tampados com papel alumínio, levados ao Banho Maria (Ma 127, Marconi, Brazil) por 1 h. Após este processo, as amostras foram lavadas à vácuo com papel filtro, até que parassem de espumar, e então fazendo a última lavagem com 40mL de acetona. Posteriormente, às amostras foram secas em estufa (Marconi MA 035, São Paulo) à 60°C (12 h).

O resultados das pesagens de ambos os procedimentos foram utilizados para o cálculo das porcentagens em FDN e FDA (Equação 3 e 4).

$$\%FDN = \frac{(\text{Peso da amostra final})}{\text{Peso da amostra inicial (base seca)}} \times 100 \quad (3)$$

$$\%FDA = \frac{(\text{Peso da amostra final})}{\text{Peso da amostra inicial (base seca)}} \times 100 \quad (4)$$

O teor de hemicelulose foi calculado por (%FDN - %FDA), e o teor de celulose por (%FDA - %Lignina).

Determinou-se o teor de lignina insolúvel, nos resíduos, de acordo com metodologia descrita por TAPPI (1999), utilizando o procedimento T222 om-88. Inicialmente papel filtro qualitativo foi previamente seco e anotado sua massa. Um béquer contendo 1g dos resíduos, foram tratados com 10 mL de H₂SO₄ 72% (v/v) em Banho Maria à 60 °C, sob agitação vigorosa por 7 min. Ao tratamento foi adicionado 275 mL de água destilada, e então transferido para erlenmeyer de 500 mL e autoclavado (Prismatec, SC, São Paulo, Brasil) por 30 min. Após a autoclavagem, a fração sólida foi separada por meio de filtração à vácuo, com papel filtro. O material retido no papel filtro foi enxaguado com água destilada e seco em estufa (Marconi MA 035, São Paulo) com temperatura de 60°C até chegar ao peso constante. A porcentagem de lignina insolúvel foi calculada de acordo com a Equação 5.

$$\%L_{ki} = \frac{M_k - M_c}{M_A} \times 100 \quad (5)$$

L_{ki}: Lignina insolúvel;

M_k: Massa de lignina insolúvel seca;

M_c: massa de cinzas;

M_A: Massa da amostra seca.

4.2.5 Propriedades Tecno-funcionais

4.2.5.1 Capacidade de absorção de água (CAA)

A capacidade de retenção de água foi realizada seguindo a metodologia descrita por Fernández-Lopez *et al.* (2009) com pequenas

modificações. Em tubos de ensaio foram adicionados um grama de amostra e adicionado 30 mL de água destilada. Homogeneizou-se a suspensão em vórtex por 1 min, e então deixada sob repouso por 24 h. Posteriormente, a suspensão foi centrifugada (5804 R, Eppendorf, Germany) por 20 min à 3000 xg. O sobrenadante foi descartado, e o resíduo pesado. A capacidade de retenção de água foi expressa em g H₂O/ g de resíduo.

4.2.5.2 Capacidade de absorção de óleo (CAO)

A capacidade de retenção de óleo foi realizada seguindo a metodologia descrita por Fernández-Lopez *et al.* (2009) com algumas modificações. Em tubos de ensaio foram adicionados um grama de amostra e adicionado 30 mL de óleo de girassol. A suspensão foi homogeneizada em vórtex por 1 min, e então deixada sob repouso por 24 h. Posteriormente, centrifugou-se (5804 R, Eppendorf, Germany) a suspensão por 20 min à 3000 xg. O sobrenadante foi descartado, e o resíduo pesado. A capacidade de retenção de óleo foi expressa em g óleo de girassol/ g de resíduo.

4.2.5.3 Capacidade de intumescimento (CI)

Em proveta graduada de 10mL foi adicionado cerca de 250 mg de resíduo, adicionado 5mL de água destilada e então agitados em mesa agitadora orbital (MA 140 CFT, Brasil) em 125 rpm por 30 min, para que as bolhas de ar fossem eliminadas. Após agitação, as provetas foram deixadas em repouso por 20 h. O volume (mL) ocupado pela amostra foi medido e dividido pela massa (g) da amostra, obtendo-se a capacidade de intumescimento (mL / g) (MATEOS-APARICIO *et al.*, 2010).

4.2.5.4 Morfologia antes e após tratamento (MEV)

A morfologia das amostras antes e após os tratamentos será observada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde os resíduos serão fixados em porta-espécime com fita adesiva dupla observado

pelo equipamento com um zoom entre 40 e 1500 e tensão de aceleração de 5,0 kV e 15 kV. Será empregado Microscópio Eletrônico de Varredura FEI Quanta 200 (Oregon, USA).

4.2.5.5 Cor

A cor foi medida em um colorímetro (CR400, Konica Minolta, Osaka, Japão) de acordo com Yoshida e Prudêncio (2020), e os valores foram obtidos de L* (luminosidade, onde 0 = preto e 100 = branco), da coordenada a*, que varia do verde ao vermelho (-60=Verde e +60=Vermelho), e da coordenada b* = que varia do azul ao amarelo (-60=Azul e +60=Amarelo).

4.2.5.6 Higroscopicidade (HI)

A higroscopicidade dos resíduos e suas misturas foram medidas utilizando 1g de amostra, colocadas em placas de Petri previamente tarada e sua massa anotada. As placas foram dispostas dentro do dessecador por 5 dias seguidos, contendo uma solução saturada de NaCl (0,4 g/mL, UR 76%) (Castro-Munhoz *et al.*, 2015). Finalizados os dias, foram realizadas a pesagem da amostra, e então o percentual de higroscopicidade foi calculado (Equação 6).

$$\% \text{ Higroscopicidade} = \frac{\text{Peso amostra final} - \text{Peso amostra inicial}}{\text{Peso amostra inicial}} \times 100 \quad (6)$$

De acordo com o GEA Niro Research Laboratory (2010) a categorização do percentual de higroscopicidade pode ser classificado de acordo com a Tabela 3.

Tabela 3 – Classificação de higroscopicidade de pós

Higroscopicidade	
Não higroscópico	<10%
Ligeiramente higroscópico	10,1 – 15%
Higroscópico	15,1 – 20%
Muito higroscópico	20,1 – 25%

Extremamente higroscópico

>25%

Fonte: GEA Niro Research Laboratory (2010)

4.2.5.7 Atividade emulsificante (AE)

A atividade emulsificante das amostras foi determinada de acordo com Seibel e Beléia (2009). Em tubos de ensaio cerca de 1 g de cada amostra foi misturada com 10mL de água destilada e 10 mL de óleo de soja. Foi verificada e medida o volume total da suspensão no tubo. Então, estes foram emulsificados em turrax (Turratec TE-102 Tecnal, Brazil) por 1min, com velocidade moderada (16000 rpm). A suspensão emulsificada foi centrifugada (5804 R, Eppendorf, Germany) por 1500 rpm por 5 min. Foi então medida o volume da camada emulsificada. A atividade emulsificante foi expressa de acordo com a Equação 7.

$$\% \text{ Atividade Emulsificante} = \frac{\text{Vol. Camada emulsificada}}{\text{Vol. Total do tubo}} \times 100 \quad (7)$$

4.2.5.8 Capacidade de formação de espuma (CFE)

A capacidade de formação de espuma foi determinada de acordo com Benitez *et al.* (2013), com algumas modificações. Cerca de 0,5 g de cada amostra foi misturada em 20 mL água destilada em um tubo de centrífuga graduado (50 mL), e o volume registrado. Em seguida, em turrax (Turratec TE-102 Tecnal, Brazil) realizou-se a agitação (16000 rpm) por 2 min. A capacidade de formação de espuma foi expressa como (%) de aumento de volume em relação ao volume inicial.

4.3 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados foram expressos como valores médios \pm desvios

padrão. A comparação das médias das amostras foi realizada pelo teste de comparação de Tukey utilizando-se o software R (R Foundation for Statistical Computing, Viena, Áustria). O nível de significância utilizado foi de 5% ($p \leq 0,05$).

Para a análise dos resultados de caracterização das formulações empregando-se o delineamento de misturas ternárias foram obtidos modelos matemáticos cúbicos (Equação 10) empregando-se o software Statistica 10.0 (Statsoft, Oklahoma, USA):

$$Y = \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 + \beta_{123} X_1 X_2 X_3 \quad (10)$$

onde Y corresponde a variável dependente ou resposta, β_1 , β_2 , β_3 , β_{12} , β_{13} , β_{23} , e β_{123} são os parâmetros estimados para cada termo linear e de interação obtidos nos modelos, e as variáveis independentes foram a casca de aveia (X_1), casca de soja (X_2) e casca de café (X_3). Gráficos de contorno foram obtidos para a análise dos efeitos das variáveis estudadas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 RENDIMENTO DOS RESÍDUOS PÓS TRATAMENTO

Na Tabela 4 estão apresentados os resultados em rendimento e perda de massa de cada resíduo após ser submetido aos tratamentos químico e físico em etapa única. O maior rendimento e menor perda de massa foi obtido para a casca de aveia com 56,9% e 43,1%, respectivamente.

A casca de café apresentou o menor rendimento (28,3%) e a maior perda de massa (71,3%). A perda de massa dos resíduos pode estar ligada a uma série de fatores, Nakanishi *et al.* (2018) relata que tratamentos químicos e físicos podem levar à remoção de componentes importantes, como proteínas, lipídios, carboidratos e cinzas de materiais lignocelulósicos, ocorrendo a diferença em massa. É provável que também durante o tratamento e as lavagens, possa ter ocorrido perda de amostra, e por consequência ocorrendo a diminuição de seu rendimento.

Tabela 4 – Rendimento dos resíduos pós tratamento químico e físico

Amostra	<i>In natura</i> (g)	Tratado (g)	Rendimento (%)	Perda de massa (%)
Casca de Aveia	476,5	271,4	56,9	43,1%
Casca de Soja	657,2	297,7	45,3	54,3%
Casca de Café	706,5	199,9	28,3	71,3%

Fonte: o próprio autor

5.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DAS DIFERENTES FORMULAÇÕES OBTIDAS

5.2.1 Composição Química

A seguir estão reportados na Tabela 5 os resultados das análises de composição química dos resíduos *in natura*, a casca de aveia (CA *in natura*), casca de soja (CS *in natura*) e casca de café (CC *in natura*) e após tratamento, estes foram denominados de CA, CS e CC, respectivamente. Em termos gerais, foi possível verificar que o teor de cinzas, proteínas, e lipídios diminuíram nos resíduos pós tratamento. A diminuição destes componentes pode ser justificada pela sua perda na etapa de lavagem após o tratamento

químico.

O teor de umidade foi significativamente menor (teste de Tukey, $p \leq 0,05$) nas amostras após serem tratadas, ficando abaixo de 9%, atendendo aos requisitos de pós ricos em fibras alimentares comerciais proposto pelo autor Larrauri (1999).

O teor de cinzas foi maior na CC *in natura* (5,77%), seguido pela CA *in natura* (4,54%) e CS *in natura* (3,80%), ocorrendo então, uma queda no teor deste componente nas amostras tratadas (puras e nas misturas) (Tabela 5). Na literatura, os colaboradores Bekalo e Reinhardt (2009) relataram 6,2% na CC *in natura*, resultado próximo ao obtido no presente trabalho. Para CA *in natura* o teor encontrado em estudos recentes foi de 5,70% (CHOPDA *et al.*, 2020), inclusive, os autores Schmitz *et al.* (2020) relataram que as cinzas são os componentes mais abundantes na CA *in natura* depois da celulose, hemicelulose e lignina. Já na CS *in natura* o resultado descrito por Rojas *et al.* (2014), com o teor de 4%, se aproximou ao obtido neste estudo.

O menor teor de cinzas foi verificado na CS (1,94%) após tratamento. A literatura relata que a perda de materiais inorgânicos pode acontecer pelo processo decorrente ao tratamento realizado (NAKANISHI *et al.*, 2018). Em contrapartida, Gomes *et al.* (2014) utilizaram tratamento alcalino (pH 11,5, 35°C, 4,3% v/v de peróxido) no bagaço de caju, e observaram que o teor inicial de cinzas no produto *in natura* foi de 1,6% e, após 6 h de reação, houve um aumento para 16,7%, e presumiram que o aumento poderia estar ligado à maior concentração de íons fixados na matriz após o tratamento.

A CS *in natura* apresentou o maior teor de proteínas dentre os resíduos *in natura*, com valor 15,7% (Tabela 5), estando de acordo com a literatura, onde os autores Rojas *et al.* (2014) encontraram um teor de 15,4%, Cassales *et al.* (2011) obtiveram um resultado inferior (13%), no entanto esses resultados demonstram que esta é uma biomassa importante diante do seu alto teor de proteínas. A CC *in natura* (8,09%) apresentou a segunda maior concentração, e a CA *in natura* o menor, com 2,96% (Tabela 5). Após o tratamento em etapa única, a CC *in natura* apresentou diminuição de 48,8% no seu teor de proteínas, apresentando teor de 4,11%, enquanto a CS após tratamento teve uma redução maior, seu teor foi para 2,49% de proteínas, ou seja, houve uma perda de 84,1%. Galdeano e Grossmann (2006) tiveram

resultados diferentes deste trabalho, relataram um aumento no teor de proteínas em cascas de aveia tratadas com peróxido de hidrogênio (pH 11,5, 7% v/v) via extrusão, o material *in natura* obteve 4,3% de proteínas, este teor aumentou para 6,7% após o tratamento. O aumento relativo de proteínas provavelmente está associado a redução de outros componentes.

O teor de lipídios também diminuiu nos resíduos ao serem tratados. O maior conteúdo foi encontrado na CS *in natura* (7,53%), seguido pela CA *in natura* (4,46%) e CA (3,63%). Na literatura é reportado que as cascas de aveia possuem um baixo teor de lipídios, provavelmente, por revestir apenas a camada superficial das cascas, não penetrando em camadas mais profundas (BRYNGELSSON *et al.*, 2002). O trabalho realizado por Schmitz *et al.* (2020) com quatro diferentes cultivares de aveia apresentou um resultado abaixo do aqui reportado, com um conteúdo de lipídios entre 0,5%-1,5%. MOSIER *et al.*, (2004) explicaram que a modificação estrutural da lignina e cristalinidade da celulose altera a composição química do material lignocelulósico, de modo que possam ser perdidos constituintes no processo do tratamento. O material *in natura*, pela sua recalcitrância estrutural impede a passagem de solventes, e com a desestruturação lignocelulósica isso tende a melhorar a passagem de soluções na matriz celular, auxiliando na extração de lipídios.

Considerando-se os três resíduos *in natura*, ao analisar os resultados obtidos para fibras totais (Tabela 5) verifica-se que as três amostras tiveram seu teor aumentado ao passar pelo tratamento químico e físico em etapa única. A CC *in natura* (50,30%) apresentou o menor conteúdo de fibras quando comparada às outras duas amostras *in natura*, porém, ao passar pelo tratamento este conteúdo aumentou significativamente para 76,81%, o maior entre as amostras tratadas. A CA *in natura* apresentou um alto teor de fibras totais (82,48%), e o seu aumento pós tratamento foi de apenas 7,83%. Pode-se verificar que as misturas com os maiores teores de fibras totais apresentam na sua composição a CC e CA, devido a estes componentes terem em sua composição a maior concentração de fibra alimentar total. Murthy e Naidu (2010) e Brand *et al.* (2001) relataram teores de fibras totais para a casca do café *in natura* de 26 e 31%, respectivamente, valores menores do que os observados neste trabalho.

Todos os resíduos após o tratamento realizado em etapa única

apresentaram um aumento significativo no teor de fibras totais (Tabela 5). O maior conteúdo esteve presente na CA (86,70%) e na mistura CA-CC (85,57%). O menor conteúdo deste componente pós tratamento, foi na CS (83,10%), em percentual este resíduo tratado teve um aumento de 49,70%.

Em relação ao teor de fibras insolúveis, a CC *in natura* apresentou o menor percentual de fibra alimentar insolúvel (FAI) (40,92%), e com o tratamento, este teor aumentou significativamente para 84,45%, um aumento de 106,38% (Tabela 5). O elevado teor de FAI se deve à presença das frações de celulose, hemicelulose e lignina, que naturalmente compõe a matriz destes resíduos agroindustriais (BORRELI *et al.*, 2004).

O percentual de fibra alimentar solúvel (FAS) presente nas três amostras trabalhadas foram menores que as insolúveis (Tabela 5), e verificou-se os maiores teores para a casca de soja e café *in natura*, com teores de 7,56% e 9,37%, respectivamente. Ambos os resíduos ao passarem pelo tratamento, tiveram este componente diminuído significativamente, para 3,47% (CS) e 2,64% (CC). Diferente, das outras duas amostras, a casca de aveia *in natura* teve o teor de FAS aumentado após ser tratada, passando de 1,12% para 2,24%. O conteúdo em menor porcentagem, comparativamente entre FAS e FAI é devido a fonte de fibra no material trabalhado, a fibra solúvel é composta principalmente de mucilagens, gomas e pectina e de algumas hemiceluloses (SÁENZ, 1997), materiais estes que são mais susceptíveis à degradação e remoção com tratamentos químicos e físicos.

Tabela 5 – Composição química dos resíduos *in natura*, tratados e suas misturas.

Amostras	Umidade (%)	Cinzas (%)	Proteínas (%)	Lipídios (%)	Fibra	Fibra Solúvel	Fibra Total	Carboidratos (%)
					Insolúvel- FAI (%)	- FAS (%)	- FAT (%)	
CA <i>in natura</i>	10,38 ± 0,17 ^b	4,54 ± 0,07 ^b	2,96 ± 0,04 ^{de}	4,46 ± 1,06 ^b	81,36 ± 0,57 ^d	1,12 ± 0,08 ^g	82,48 ± 0,66 ^c	77,64 ± 0,92 ^e
CS <i>in natura</i>	11,23 ± 0,13 ^b	3,80 ± 0,08 ^c	15,70 ± 0,68 ^a	7,53 ± 0,48 ^a	55,51 ± 0,77 ^e	7,56 ± 0,14 ^b	63,08 ± 0,65 ^d	61,71 ± 1,07 ^g
CC <i>in natura</i>	15,09 ± 1,46 ^a	5,77 ± 0,02 ^a	8,09 ± 0,24 ^b	2,47 ± 0,27 ^{cd}	40,92 ± 0,40 ^f	9,37 ± 0,03 ^a	50,30 ± 0,42 ^e	68,56 ± 1,44 ^f
CA	5,02 ± 0,07 ^f	2,77 ± 0,01 ^d	0,52 ± 0,06 ^h	3,63 ± 0,56 ^{bc}	86,70 ± 0,31 ^a	2,24 ± 0,15 ^f	88,94 ± 0,16 ^a	88,03 ± 0,61 ^a
CS	7,29 ± 0,04 ^{cde}	1,94 ± 0,01 ^h	2,49 ± 0,14 ^{ef}	1,49 ± 0,02 ^d	83,10 ± 0,63 ^{cd}	3,47 ± 0,07 ^c	86,46 ± 0,54 ^b	86,76 ± 0,16 ^{abc}
CC	8,15 ± 0,13 ^c	2,39 ± 0,05 ^f	4,11 ± 0,18 ^c	1,62 ± 0,30 ^d	84,45 ± 0,21 ^{bc}	2,64 ± 0,22 ^{def}	86,87 ± 0,10 ^b	83,69 ± 0,53 ^d
CA-CS	6,16 ± 0,05 ^{ef}	2,35 ± 0,01 ^f	1,51 ± 0,09 ^g	2,57 ± 0,29 ^{cd}	84,68 ± 0,15 ^{bc}	2,88 ± 0,07 ^{de}	87,70 ± 0,35 ^{ab}	87,40 ± 0,25 ^{ab}
CS-CC	6,59 ± 0,09 ^{de}	2,58 ± 0,03 ^e	2,32 ± 0,02 ^f	2,63 ± 0,27 ^{cd}	83,78 ± 0,30 ^c	3,10 ± 0,10 ^{cd}	86,66 ± 0,32 ^b	85,23 ± 0,39 ^{cd}
CA-CC	7,72 ± 0,08 ^{cd}	2,16 ± 0,03 ^g	3,30 ± 0,11 ^d	1,55 ± 0,15 ^d	85,57 ± 0,26 ^{ab}	2,44 ± 0,18 ^{ef}	87,90 ± 0,13 ^{ab}	85,86 ± 0,33 ^{bc}
CA-CS-CC	6,82 ± 0,07 ^{cde}	2,36 ± 0,02 ^f	2,37 ± 0,07 ^f	2,25 ± 0,19 ^d	84,66 ± 0,39 ^{bc}	2,78 ± 0,15 ^{de}	87,33 ± 0,27 ^{ab}	86,18 ± 0,26 ^{abc}

Valores médios ± desvio padrão (n=3). Média seguidas por letras diferentes, na mesma coluna, diferem entre si, pelo teste de Tukey ($p \geq 0,05$); CA *in natura* = Casca de aveia *in natura*; CS *in natura* = Casca de soja *in natura*; CC *in natura* = Casca de café *in natura*; CA = Casca de aveia tratada; CS = Casca de soja tratada; CC = Casca de café tratada.

5.2.2 Celulose, Hemicelulose e Lignina

Na Tabela 6 estão descritos os resultados dos teores de celulose, hemicelulose e lignina nos resíduos *in natura* e após o tratamento (puros e em misturas). O percentual de celulose aumentou significativamente para todos os resíduos tratados e nas suas respectivas misturas. Entre os resíduos *in natura*, o maior teor de celulose foi observado para CS (38,79%), seguido de CA (26,25%) e CC (16,71%), e estes valores foram consistentes com a literatura relatada por outros autores para CS *in natura* (Merci *et al.*, 2015), CA (Cardoso *et al.*, 2016; Schmitz *et al.*, 2021). Oliveira *et al.* (2021) reportaram valores de 28% de celulose para casca de café *in natura*. A percentagem de celulose aumentou significativamente para todos os resíduos tratados, e CC teve o maior aumento comparando os resíduos, de 16,51% para 50,40% na amostra tratada, o que corresponde a um aumento de 205%. CA teve um aumento de 120% no seu teor de celulose e CS de 63%.

Tabela 6 – Resultado da composição de celulose, hemicelulose e lignina nos resíduos *in natura*, tratados e suas misturas

Amostra	Celulose (%)	Hemicelulose (%)	Lignina (%)	Total de Fibras Insolúveis (%)
CA <i>in natura</i>	26,2 ± 1,9 ^g	35,5 ± 0,7 ^a	27,3 ± 1,0 ^a	88,6 ± 1,9 ^{abd}
CS <i>in natura</i>	38,7 ± 0,2 ^f	19,2 ± 0,8 ^{bc}	2,6 ± 0,2 ^e	59,8 ± 0,2 ^d
CC <i>in natura</i>	16,5 ± 2,6 ^h	2,9 ± 1,2 ^f	27,0 ± 0,1 ^a	46,5 ± 2,6 ^e
CA	57,7 ± 0,1 ^{bc}	23,0 ± 1,3 ^b	13,8 ± 0,9 ^d	94,1 ± 1,9 ^a
CS	63,2 ± 1,6 ^a	10,0 ± 2,1 ^{ef}	12,2 ± 0,9 ^d	85,2 ± 1,6 ^c
CC	50,4 ± 1,4 ^e	12,5 ± 2,7 ^{cde}	26,8 ± 0,6 ^a	89,5 ± 1,4 ^{abd}
CA-CC	54,0 ± 0,7 ^d	17,7 ± 1,2 ^{bcd}	20,3 ± 0,7 ^b	91,8 ± 0,6 ^{ab}
CA-CS	60,4 ± 0,6 ^{ab}	16,3 ± 1,7 ^{bcde}	13,0 ± 0,1 ^d	89,6 ± 0,7 ^{abc}
CS-CC	56,8 ± 1,5 ^{cd}	11,1 ± 2,4 ^{de}	19,5 ± 0,1 ^{bc}	87,3 ± 1,5 ^{bc}
CA-CS-CC	56,8 ± 0,9 ^{cd}	15,0 ± 2,1 ^{cde}	17,5 ± 0,2 ^c	89,5 ± 0,9 ^{abc}

Valores médios ± desvio padrão (n=3). Média seguidas por letras diferentes, na mesma coluna, diferem entre si, pelo teste de Tukey ($p \geq 0,05$); CA *in natura* = Casca de aveia *in natura*; CS *in natura* = Casca de soja *in natura*; CC *in natura* = Casca de café *in natura*; CA = Casca de aveia tratada; CS = Casca de soja tratada; CC= Casca de café tratada.

Para fração hemicelulose (Tabela 6), observou-se que a CC *in natura* (12,5%) em comparação ao resíduo tratado, obteve uma elevação na concentração do componente. No entanto para os outros resíduos *in natura*, CA e CS, ao serem tratados, o teor de hemicelulose diminuiu significativamente em 35,2% para CA e 47,9% para CS. O tratamento químico com peróxido de

hidrogênio alcalino solubiliza a hemicelulose (Galdeano & Grossmann, 2005; Yoshida & Prudêncio, 2020). As hemiceluloses são classificadas como polímeros altamente ramificados, baixa cristalinidade e grau de polimerização que atuam como ligamentos em materiais lignocelulósicos, tornando assim a sua estrutura fácil de deestruturar durante o pré-tratamento com peróxido alcalino (Meng *et al.*, 2019).

A lignina (Tabela 6) teve comportamento diferente nos três resíduos pós tratamento. A CA *in natura* ao ser processada teve uma redução de 50,5% no seu teor de lignina. Já a CC *in natura* não apresentou alteração significativa no seu teor ao passar pelo tratamento, e a CS tratada, quando comparada à CS *in natura* apresentou aumento de 21,3% no seu teor de lignina. Essas diferenças no comportamento da lignina em cada resíduo podem ser decorrentes ao fato de que esse componente é muito mais difícil de se hidrolisar em comparação à hemicelulose. O complexo lignocelulósico de cada resíduo possui características estruturais e morfológicas únicas, e muitas vezes apenas um único método de tratamento não é eficiente na remoção total da lignina. Portanto o uso de dois ou mais tratamentos podem auxiliar no aumento da degradação da lignina e na solubilização da hemicelulose (NANDA *et al.*, 2014).

Embora o teor de lignina não tenha diminuído em todos os resíduos pós tratamento, analisando o teor de fibra insolúvel total (soma de celulose, hemicelulose e lignina) descrita na Tabela 6, verifica-se que houve um aumento importante em todos os resíduos tratados.

O tratamento combinado em etapa única se mostrou efetivo em aumentar o teor de fibras das amostras. De acordo com Abdullah *et al.* (2016) e Ramos (2003), o tratamento hidrotérmico em autoclave modifica a estrutura tridimensional do complexo lignocelulósico, hidrolisando parcialmente a hemicelulose e modificando quimicamente a lignina. Adicionalmente, o uso do meio alcalino auxilia no processo de clivagem das ligações éster entre a lignina e hemicelulose, causando a ruptura das ligações de hidrogênio intermoleculares entre a celulose e a hemicelulose, liberando as frações não celulósicas, podendo obter-se um material rico em celulose (AHUJA *et al.*, 2018; FARHAT *et al.*, 2017). Portanto, o principal efeito obtido por meio da combinação dos tratamentos empregados neste trabalho foi o aumento da concentração de celulose e, conseqüentemente, no teor de fibras insolúveis das amostras. Vale ressaltar que

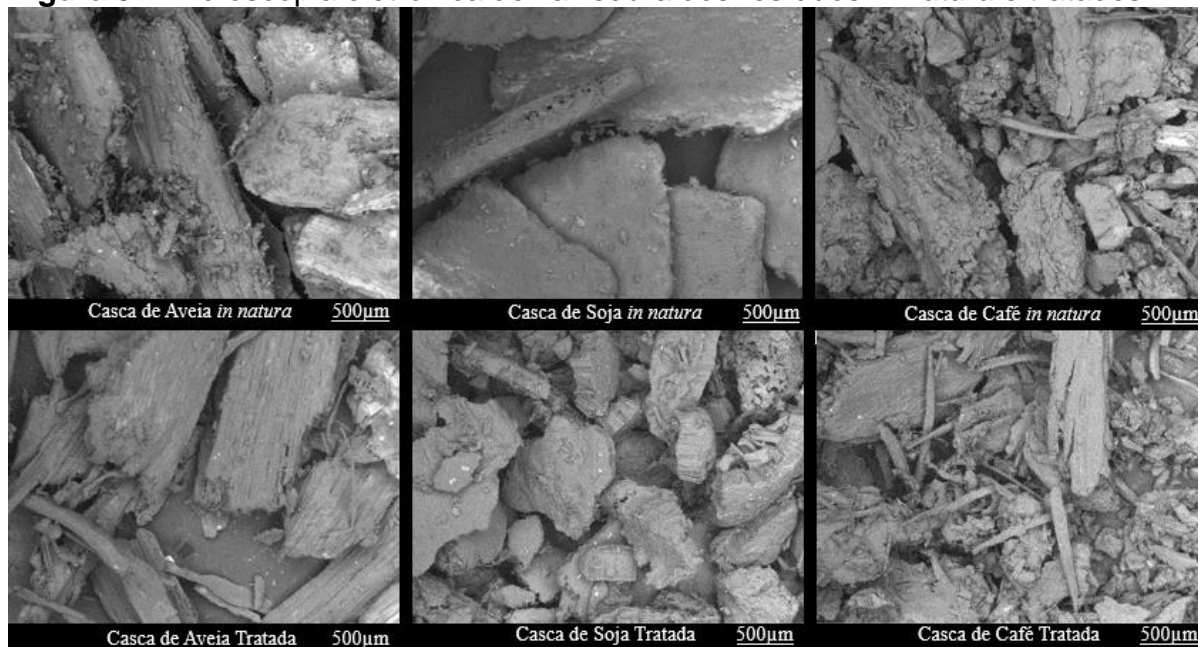
a fibra alimentar insolúvel não forma gel e apresenta fermentação limitada, no entanto, a sua ingestão aumenta o volume fecal, promovendo o estímulo mecânico do peristaltismo, aumentando a evacuação (BERNAUD; RODRIGUES, 2013; DAYIB *et al.*, 2020), sendo ingredientes interessantes a serem incorporados em uma série de produtos, que incluem produtos de panificação, massas alimentícias, dentre outros.

5.3 MORFOLOGIA E PROPRIEDADES FUNCIONAIS

A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Figura 8) foi utilizada para investigação da morfologia dos resíduos antes e pós tratamento. Verificou-se que os três resíduos *in natura* apresentam estrutura bem organizada e compacta, típica de materiais lignocelulósicos. Segundo Ahmadzadeh *et al.* (2018) a camada externa de um material lignocelulósico é composta por hemicelulose, lignina, pectina e ceras, que protegem a celulose em seu interior, formando uma camada compacta e recalcitrante.

O tratamento químico e físico em etapa única resultou em remoção parcial da hemicelulose e lignina, resultando em alterações na morfologia dos três resíduos (Figura 8), estes apresentaram o rompimento parcial do complexo lignocelulósico, com feixes de fibras mais expostos e menos fragmentados, diminuindo sua recalcitrância. As superfícies externas ficaram mais irregulares e porosas, sendo um indicativo da remoção parcial da camada não celulósica. Essas mudanças estruturais auxiliam na penetração e ligação de água, podendo levar a incrementos nas capacidades de absorção de água e intumescimento. Yoshida e Prudêncio (2020) tiveram resultados semelhantes a este estudo utilizando tratamento alcalino e extrusão em okara (resíduo fibroso resultante da extração do extrato de soja).

Figura 8 – Microscopia eletrônica de varredura dos resíduos *in natura* e tratados



Fonte: o próprio autor

Na Tabela 7 estão apresentados os resultados das propriedades funcionais dos resíduos *in natura* em comparação com os resíduos puros tratados. Para os três resíduos *in natura* estudados, a capacidade de absorção de água (CAA) foi significativamente menor (teste de Tukey, $p \leq 0,05$) em comparação com as amostras tratadas. Comparando-se os resíduos entre si, a CC *in natura* apresentou o maior valor de CAA. O tratamento realizado nas amostras com peróxido alcalino possivelmente promoveu a solubilização da lignina e hemicelulose, e resultou em alterações morfológicas observadas pelo MEV, com superfícies externas mais irregulares e porosas, o que possivelmente contribuiu para o aumento da CAA permitindo a melhor hidratação da fibra. Cardoso et al. (2016) relataram que em cascas de aveia quando tratados com peróxido de hidrogênio alcalino via extrusão reativa, apresentavam maior absorção de água, e atribuíram este efeito à maior exposição das hidroxilas presentes na celulose após a hidrólise de algumas frações de lignina pelo tratamento químico. Salientaram também que a remoção da camada exterior resultou em vazios que facilitam a entrada de água nos espaços intersticiais da parede celular, que ficaram mais acessíveis após o tratamento químico.

Sette *et al.* (2021), relatam que as características físico-químicas e estruturais das fontes de fibras afetam as suas propriedades de hidratação, uma vez que são definidas como a capacidade do material da parede celular de absorver água na sua matriz. Também relataram que o aumento da porosidade e da área superficial pode aumentar o movimento e retenção de água. Meng *et al.* (2019) observaram que o tratamento com peróxido alcalino pode melhorar a CAA em materiais lignocelulósicos ao remover parcialmente proteínas e hemiceluloses, melhorando a área de superficial do material e expondo mais grupos hidrofílicos.

Larrea *et al.* (1997) utilizaram o tratamento com solução de peróxido de hidrogênio alcalino (pH 11,5, 50°C, 12h, 1% v/v) seguido de extrusão para a modificação da casca de arroz, e obtiveram como resultado melhora nas propriedades funcionais da fibra, com um aumento de 95% na CAA e 138% na capacidade de intumescimento no material pós tratamento. Já Galdeano e Grossmann (2005), utilizando o processamento do material com peróxido de hidrogênio alcalino a 7%, associado à extrusão, relataram que as propriedades de hidratação na casca de aveia melhoraram 70% na capacidade de retenção de água e de 55% no volume de intumescimento.

A capacidade de absorção de óleo (CAO) de materiais lignocelulósicos depende das características da superfície, da densidade total da carga e da hidrofobicidade das partículas dos ingredientes (Meng *et al.*, 2019). Foi verificado que para a CAO o tratamento em etapa única levou ao aumento desta propriedade para as amostras de CS e CC, enquanto que para a CA a CAO não apresentou diferença significativa entre a amostra *in natura* e tratada (Tabela 7). As possíveis alterações observadas na morfologia das fibras (MEV), com a melhora da área de superfície, bem como a atração capilar, contribuíram para o aumento do aprisionamento físico do óleo.

Os valores das CAO obtidos neste estudo são elevados em comparação com os das frações de fibra alimentar de chia (2,02 g/g) e fibra de cevada (2,00 g/g) (Alfredo *et al.*, 2009), e bagaço de laranja tratado por uma combinação de um tratamento hidrotérmico em meio alcalino (1,67 g/g) (Mantovan *et al.*, 2021), mas inferior a CAO da fibra de ervilha (6,93 g/g) (Alfredo *et al.*, 2009). Vilela *et al.* (2016) relataram que os valores das CAO das borras de café branqueadas com peróxido alcalino 10% aumentaram de 2,64 g/g para 3,10

(g/g), e de acordo com estes autores, o peróxido alcalino em concentrações entre 5-25% resulta em aumento da CAO em materiais lignocelulósicos, enquanto que Moura *et al.* (2011), utilizando baixas concentrações de peróxido alcalino (0,3 - 0,9%) em cascas de soja, não relataram alterações CAO nas amostras tratadas..

Os resultados para a capacidade de intumescimento (CI) (Tabela 7) revelam que os materiais tratados tiveram uma capacidade de intumescimento significativamente (teste de Tukey, $p \leq 0,05$) maior que os resíduos *in natura*. O intumescimento ocorre pela fixação da água por meio da matriz fibrosa, ele é controlado pelas ligações intermoleculares. Nos materiais que são modificados com soluções alcalinas esta propriedade pode estar associada a mudança nas características das cadeias poliméricas e das ligações intermoleculares. Portanto, o tratamento com peróxido alcalino aumenta a capacidade da amostra intumescer, assim como a CAA, possivelmente pela modificação estrutural da lignina e da cristalinidade da celulose. De acordo com Mhraryan *et al.* (2004), a CI está ligada ao número de grupos hidroxilas que estão disponíveis no material, ou seja, quanto maior cristalinidade no material menor a capacidade de hidratação.

Os parâmetros de cor dos resíduos estão apresentados na Tabela 7 e na Figura 9. Pode-se verificar que a luminosidade (L^*) foi influenciada pelo tratamento nos resíduos, a CS e CC obtiveram uma luminosidade maior comparada às amostras *in natura*. Já a casca de aveia não apresentou diferença significativa após o tratamento. O aumento da luminosidade nos resíduos tratados pode ser um indicativo de que ocorreu a liberação da celulose no material, proporcionado pelo peróxido, que age como um agente de branqueamento.

Figura 9 – Intensidade de cor dos resíduos *in natura* e tratados



Fonte: o próprio autor

O parâmetro a^* posiciona a cor das amostras no eixo verde-vermelho. A intensidade de cor do vermelho, está presente principalmente nos resíduos *in natura*, para a CC e CS houve decréscimo do parâmetro a^* após o tratamento, em contrapartida, a CA apresentou um aumento (Tabela 7).

Tabela 7 – Resultados das propriedades funcionais dos resíduos *in natura* e tratados.

Amostra	CAA (g/g)	CAO (g/g)	L*	a*	b*	CI (mL/g)	AE (%)	HI (%)	CFE (%)
CA <i>in natura</i>	3,58 ± 0,35 ^c	3,60 ± 0,17 ^a	75,17 ± 0,44 ^b	4,74 ± 0,12 ^b	20,81 ± 0,29 ^b	4,12 ± 0,22 ^b	7,50 ± 0,01 ^e	12,16 ± 0,31 ^b	39,00 ± 1,41 ^a
CS <i>in natura</i>	4,62 ± 0,15 ^b	3,16 ± 0,08 ^b	69,51 ± 0,50 ^c	7,72 ± 0,10 ^a	25,93 ± 0,20 ^a	4,52 ± 0,23 ^b	22,00 ± 2,63 ^c	13,65 ± 0,09 ^b	24,00 ± 0,01 ^b
CC <i>in natura</i>	4,46 ± 0,52 ^b	3,07 ± 0,12 ^b	51,79 ± 0,98 ^d	7,64 ± 0,29 ^a	19,21 ± 0,29 ^b	4,26 ± 0,23 ^b	49,20 ± 1,37 ^a	20,54 ± 2,65 ^a	14,00 ± 0,02 ^d
CA	5,18 ± 0,20 ^b	3,70 ± 0,07 ^a	71,06 ± 0,33 ^b	7,41 ± 0,15 ^a	24,91 ± 0,15 ^a	5,58 ± 0,01 ^a	13,33 ± 1,44 ^d	10,86 ± 0,43 ^c	4,00 ± 1,41 ^e
CS	5,97 ± 0,39 ^a	3,53 ± 0,11 ^a	81,51 ± 0,35 ^a	3,22 ± 0,06 ^c	21,23 ± 0,50 ^b	5,71 ± 0,23 ^a	3,11 ± 1,06 ^f	9,52 ± 0,30 ^c	19,00 ± 1,45 ^c
CC	6,56 ± 0,29 ^a	3,67 ± 0,06 ^a	66,04 ± 0,31 ^c	4,64 ± 0,08 ^b	20,99 ± 0,23 ^b	5,58 ± 0,40 ^a	30,83 ± 1,44 ^b	9,77 ± 0,54 ^c	15,00 ± 0,01 ^d

Valores médios ± desvio padrão (n=3). Média seguidas por letras diferentes, na mesma coluna, diferem entre si, pelo teste de Tukey ($p \geq 0,05$); CA *in natura* = Casca de aveia *in natura*; CS *in natura* = Casca de soja *in natura*; CC *in natura* = Casca de café *in natura*; CA = Casca de aveia tratada; CS = Casca de soja tratada; CC = Casca de café tratada; CAA = capacidade de absorção de água; CAO = capacidade de absorção de óleo; CI = capacidade de intumescimento; AE = atividade emulsificante; HI = higroscopicidade; CFE = capacidade de formação de espuma.

O parâmetro b^* descreve a cor no objeto no eixo amarelo-azul. O efeito mais pronunciado pela intensidade de cor do amarelo foi principalmente na CS *in natura* (25,93) e CA (24,91) (Tabela 7). Yoshida e Prudêncio (2020) relataram o aumento do parâmetro b^* em okara tratado com peróxido de hidrogênio alcalino via extrusão reativa. Os autores ainda relataram que embora os mecanismos de alteração de cor de alimentos tratados com peróxido alcalino não estejam totalmente elucidados, possivelmente a oxidação de alguns componentes como proteínas e pigmentos possam explicar as alterações de cor.

Para a atividade emulsificante (AE) (Tabela 7), nenhum dos resíduos teve seu resultado estatisticamente igual, a CC *in natura* (49,20%) teve o maior potencial de emulsificação, seguido pela CC (30,83%) e a CS *in natura* (22,00%). A casca de café *in natura* teve a maior concentração de fibras solúveis (9,37%) e a segunda maior de proteínas (8,09%) (Tabela 5), este material ao ser tratado teve uma queda em ambas propriedades, para FAS seu percentual caiu em 28% e para proteínas 48,1%. Comparativamente a casca de soja *in natura* diminuiu em 84,1% no teor de proteínas e 45,9% em fibras solúveis. Os resultados para a AE podem ser justificados pela interação de proteínas e fibras solúveis que constituem a matriz de cada resíduo.

A higroscopicidade (HI) nos resíduos *in natura* diminuiu ao serem submetidos ao tratamento em etapa única (Tabela 7). A casca de café *in natura* (20,54%) foi a única amostra categorizada como pó higroscópico de acordo com a classificação da Norma GEA Niro Research Laboratory (2010) para higroscopicidade. A casca de aveia (12,46%) e de soja (13,65%) *in natura* tiveram a classificação de ligeiramente higroscópicos. Estes resíduos ao serem tratados resultaram em pós com menor propriedade higroscópica, não havendo diferença estatística entre si. Segundo Matins (2001), a higroscopicidade é uma propriedade importante na área de alimentos, ela refere-se a capacidade de adsorver umidade da atmosfera. Portanto, os resíduos *in natura* deste estudo absorvem mais umidade do ambiente que os materiais tratados. É importante relatar, que higroscopicidade de um alimento está ligada à sua estabilidade física, química e microbiológica, ou seja, o conhecimento do comportamento higroscópico de um produto é imprescindível para a sua aplicação em diferentes produtos (OLIVEIRA *et al.*, 2014).

A capacidade de formação de espuma (CFE) está relacionada ao teor de polissacarídeos, como também as moléculas de proteínas no comportamento interfacial gás-líquido, em função da incorporação de bolhas de ar estabilizadas nas amostras (TRIGUI *et al.*, 2018). A CA (39,00) e a CS (24,00) *in natura* (Tabela 7) tiveram a maior CFE. A formação de espuma é uma propriedade altamente dependente do pH e do processamento que o resíduo passa (KUMAR; SEHRAWAT; KONG, 2021). Verificou-se que a CS (19,00) e CC (15,00) apesar de passarem pela mudança de pH decorrente do tratamento, a capacidade de formação de espuma teve um resultado importante, diferente da CA que teve uma redução significativa de 89,74%, esta diminuição pode ser explicada pelo baixo teor de proteína que compõe a matriz deste resíduo.

Na Tabela 8 estão apresentados os resultados das propriedades funcionais dos resíduos tratados e suas misturas obtidas pelo delineamento de misturas ternárias, e na Tabela 9 os modelos matemáticos obtidos a partir dos resultados. Podemos observar na Tabela 9 que todos os coeficientes de determinação (R^2) foram maiores que 0,96, exceto para o modelo da CAO ($R^2 = 0,85$), portanto podem ser considerados modelos válidos para o estudo das tendências de resposta das propriedades funcionais das amostras.

Os modelos matemáticos para os parâmetros de cor L^* e b^* , CI e HI foram significativos em nível de 1% de significância ($p \leq 0,01$), enquanto que o modelo calculado para os parâmetros a^* e CFE foram significativos em nível de 5% ($p \leq 0,05$). Os modelos para a CAA e AE apresentaram valores de p de 0,0554 e 0,1085, respectivamente. O modelo para a CAO não foi significativo (Tabela 9).

Para a CAA, podemos observar que os três efeitos lineares foram positivos e significativos (Tabela 9), e que o coeficiente obtido para a casca de café (β_3) foi o maior. A amostra contendo 100% da casca de café apresentou o maior valor de CAA (6,56 g/g). A interação entre a casca de café e a casca de soja (β_{23}) foi a única com coeficiente negativo para a CAA. Esta tendência de aumento da CAA com aumento do teor da casca de café pode ser observada na Figura 10, onde está apresentado o gráfico de contorno para esta resposta.

Tabela 8 – Resultados das propriedades funcionais dos resíduos tratados e suas misturas

Amostra	CAA (g/g)	CAO (g/g)	L*	a*	b*	CI (mL/g)	AE (%)	HI (%)	CFE (%)
CA	5,18 ± 0,20	3,70 ± 0,07	71,06 ± 0,33	7,41 ± 0,15	24,91 ± 0,15	5,58 ± 0,01	13,33 ± 1,44	10,86 ± 0,43	4,00 ± 1,41
CS	5,97 ± 0,39	3,53 ± 0,11	81,51 ± 0,35	3,22 ± 0,06	21,23 ± 0,50	5,71 ± 0,23	3,11 ± 1,06	9,52 ± 0,30	19,00 ± 1,45
CC	6,56 ± 0,29	3,67 ± 0,06	66,04 ± 0,31	4,64 ± 0,08	20,99 ± 0,23	5,58 ± 0,40	30,83 ± 1,44	9,77 ± 0,54	15,00 ± 0,01
CA-CS	5,91 ± 0,19	3,60 ± 0,05	73,52 ± 1,05	6,87 ± 0,51	24,95 ± 0,75	5,85 ± 0,22	3,33 ± 1,44	8,22 ± 0,33	16,00 ± 1,41
CS-CC	6,31 ± 0,19	3,77 ± 0,06	67,08 ± 0,29	5,26 ± 0,41	22,16 ± 0,98	5,72 ± 0,22	8,80 ± 3,19	8,22 ± 0,54	28,00 ± 0,02
CA-CC	5,98 ± 0,26	3,51 ± 0,06	68,52 ± 1,74	4,42 ± 0,26	21,30 ± 0,29	5,85 ± 0,23	4,00 ± 2,98	7,68 ± 0,28	17,00 ± 1,41
CA-CS-CC	6,49 ± 0,12	3,74 ± 0,08	70,40 ± 0,51	5,11 ± 0,14	22,11 ± 0,13	5,98 ± 0,01	3,33 ± 1,44	8,08 ± 0,25	33,00 ± 1,50

Valores médios ± desvio padrão (n=3). Média seguidas por letras diferentes, na mesma coluna, diferem entre si, pelo teste de Tukey ($p \geq 0,05$); CA *in natura* = Casca de aveia *in natura*; CS *in natura* = Casca de soja *in natura*; CC *in natura* = Casca de café *in natura*; CA = Casca de aveia tratada; CS = Casca de soja tratada; CC = Casca de café tratada; CAA = capacidade de absorção de água; CAO = capacidade de absorção de óleo; CI = capacidade de intumescimento; AE = atividade emulsificante; HI = higroscopicidade; CFE = capacidade de formação de espuma.

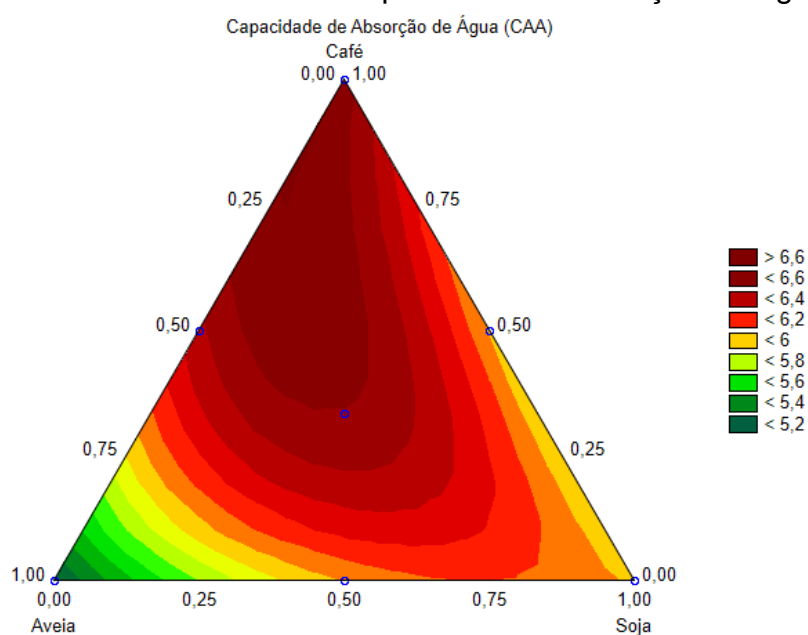
Tabela 9 – Coeficientes de regressão e ANOVA dos modelos matemáticos calculados para os resultados das propriedades funcionais.

Coeficiente	CAA	CAO	L*	a*	b*	CI	AE	HI	CFE
β_1	5,19**	3,69***	71,06***	7,42***	24,90***	5,59***	13,33**	10,86***	4,00
β_2	5,98**	3,53***	81,52***	3,23**	21,23***	5,72***	3,12	9,53***	19,00**
β_3	6,56**	3,68***	66,04***	4,65***	20,99***	5,59***	8,33**	9,78***	15,00**
β_{12}	1,70	-0,03	-11,08**	6,23**	7,54***	0,80***	-19,57	-7,86***	18,00
β_{13}	2,02	0,35	-5,86	-3,09	-3,15***	0,55***	-8,06	-8,37***	30,00
β_{23}	-1,13	-0,36	-21,02***	1,95	0,76	0,81***	-6,70	-7,81***	44,00**
β_{123}	8,19	3,08	52,20**	-15,18	-23,53**	3,16***	-30,11	21,21**	246,00**
R ²	0,98	0,85	0,99	0,99	0,99	0,99	0,96	0,99	0,98
p(modelo)	0,0554	0,3894	0,0068	0,0131	0,0072	0,0015	0,1085	0,0091	0,0302

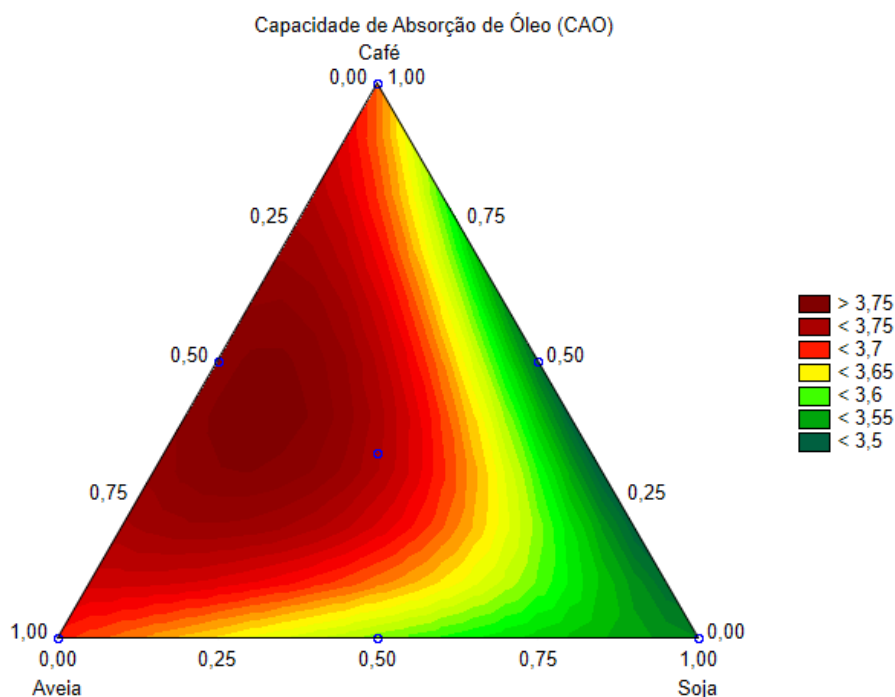
β_1 = casca de aveia tratada; β_2 = casca de soja tratada; β_3 = casca de café tratada; ** p ≤ 0,05; *** p ≤ 0,01; CAA = capacidade de absorção de água; CAO = capacidade de absorção de óleo; CI = capacidade de intumescimento; AE = atividade emulsificante; HI = higroscopicidade; CFE = capacidade de formação de espuma.

A CAO para os resíduos e suas misturas variou de 3,51 a 3,77 g/g (Tabela 8). Podemos observar que para os três resíduos os efeitos lineares foram positivos e significativos (β_1 , β_2 e β_3). Entre os coeficientes significativos, a CS (β_2) foi o componente que apresentou o menor valor (Tabela 9). No gráfico de contorno (Figura 11) verifica-se que a tendência do aumento da CAO está principalmente ligada com a elevação dos teores da casca de aveia e café.

Figura 10 – Gráfico de Contorno da Capacidade de Absorção de Água (CAA)



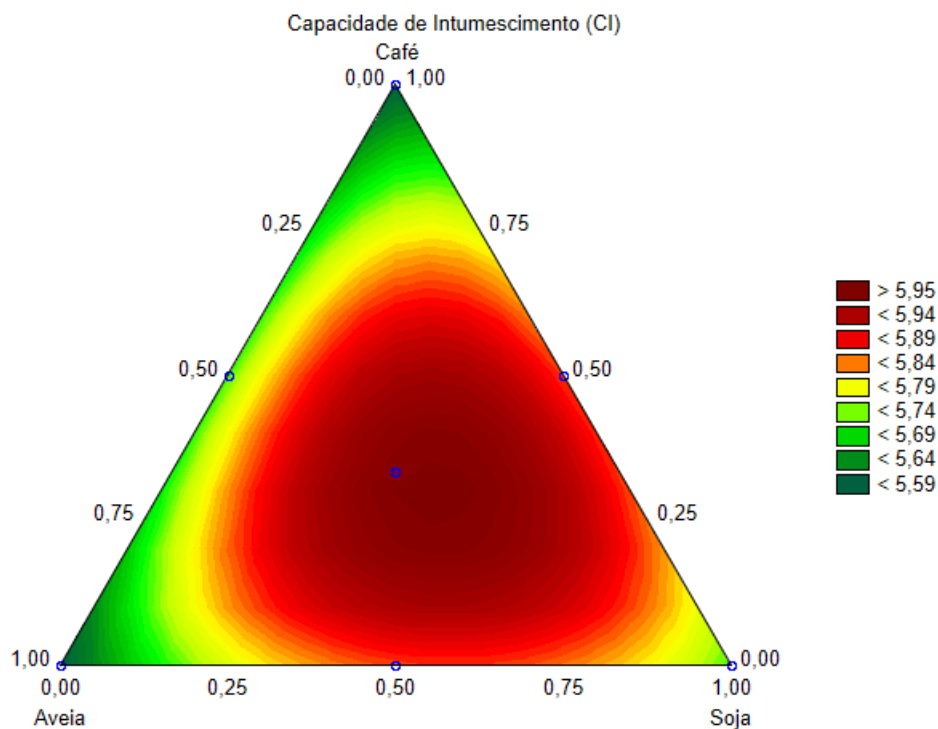
Fonte: o próprio autor

Figura 11 - Gráfico de Contorno da Capacidade de Absorção de Óleo (CAO)

Fonte: o próprio autor

Para o modelo matemático da CI (Tabela 9), os efeitos foram todos positivos e significativos, sendo que os efeitos lineares foram os mais importantes, seguidos pelo efeito da interação ternária. Na Tabela 8, observa-se que a CI variou de 5,58 a 5,98 mL/g, e os maiores valores foram obtidos nas misturas, principalmente na terciária CA-CS-CC (5,98). No gráfico de contorno (Figura 12) observa-se o efeito linear das três amostras e a tendência do ponto máximo ao ocorrer as interações entre resíduos.

Figura 12 - Gráfico de contorno da capacidade de intumescimento (CI)

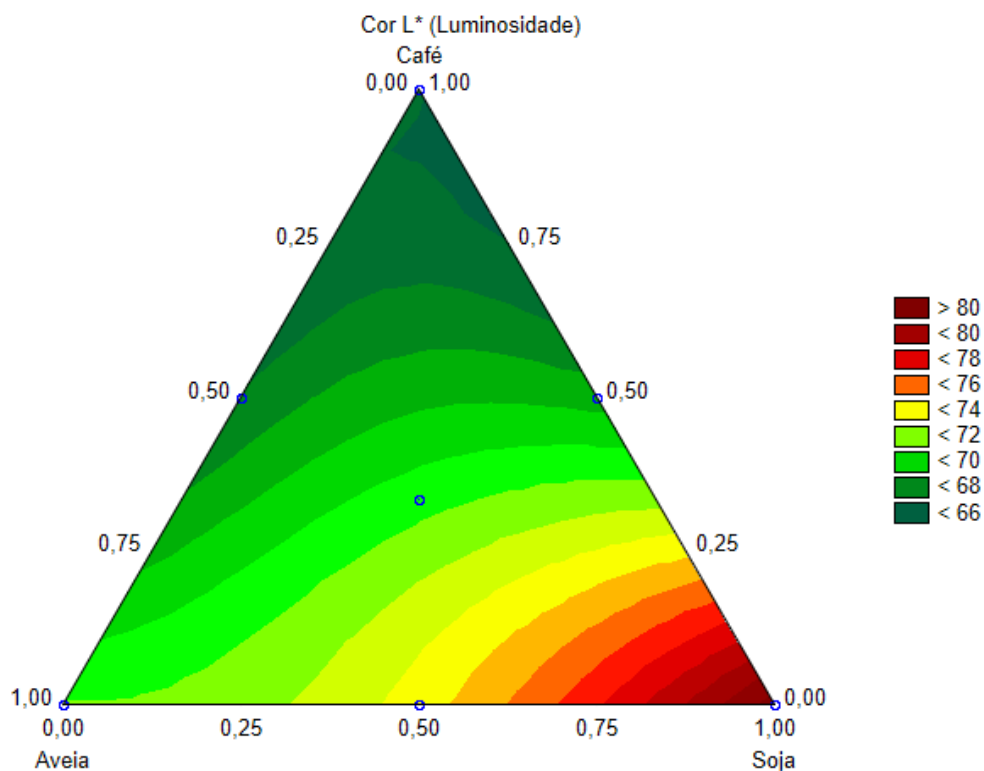


Fonte: o próprio autor

O parâmetro de cor em L^* (luminosidade) variou de 66,04 a 81,51 (Tabela 8), sendo o maior efeito observado para a casca de soja (X_2) (Tabela 9). Os coeficientes obtidos para as interações binárias entre a casca de aveia e a casca de soja (β_{12}) e entre a casca de soja e a casca de café (β_{23}) foram significativos e negativos, ou seja, a mistura destes componentes levou ao decréscimo da luminosidade. O coeficiente para a interação ternária (β_{123}) foi positivo e significativo. O gráfico de contorno para o parâmetro de luminosidade (L^*) está apresentado na Figura 13, no qual observa-se a tendência do aumento do parâmetro L^* com o aumento da concentração da casca de soja, assim como a tendência de decréscimo nas interações binárias.

Figura 13 – Gráfico de contorno da intensidade de cor para o parâmetro

L*

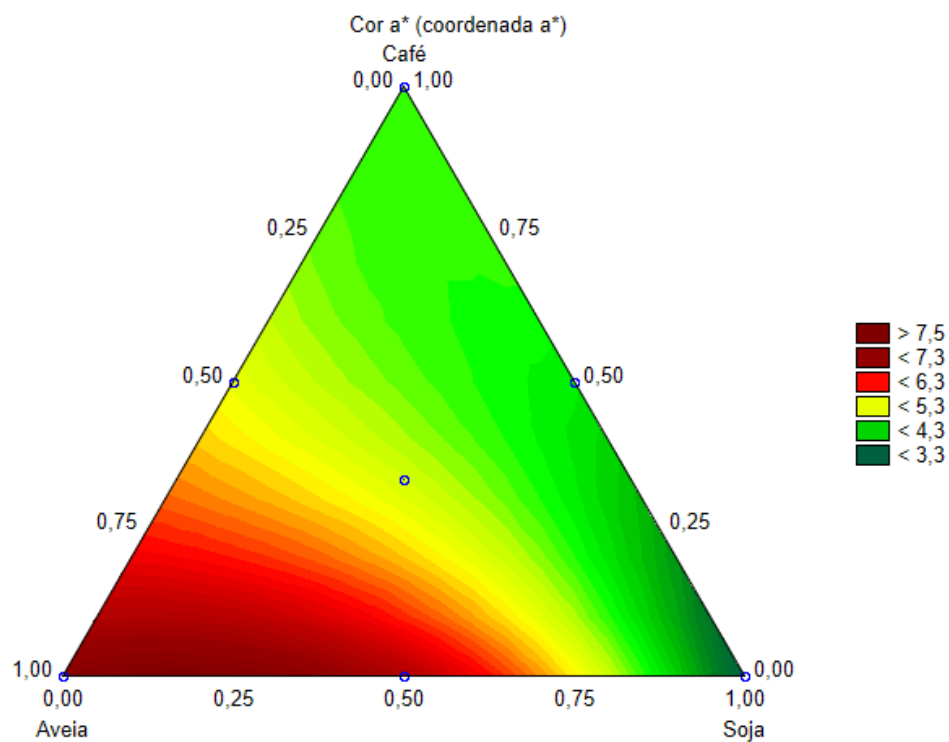


Fonte: o próprio autor

Os resultados obtidos para a da intensidade de cor no parâmetro a^* (intensidade vermelha) demonstram que as amostras tiveram uma variação entre 3,22 e 7,41 (Tabela 8), obtendo o maior efeito linear da casca de aveia. Os coeficientes das interações entre as misturas β_{23} (1,95), β_{13} (-3,09) e β_{123} (-15,18) não foram significativos. O gráfico de contorno (Figura 14) mostra que com o aumento da casca de aveia na mistura há um aumento na coloração avermelhada observado pelo aumento do parâmetro de cor a^* .

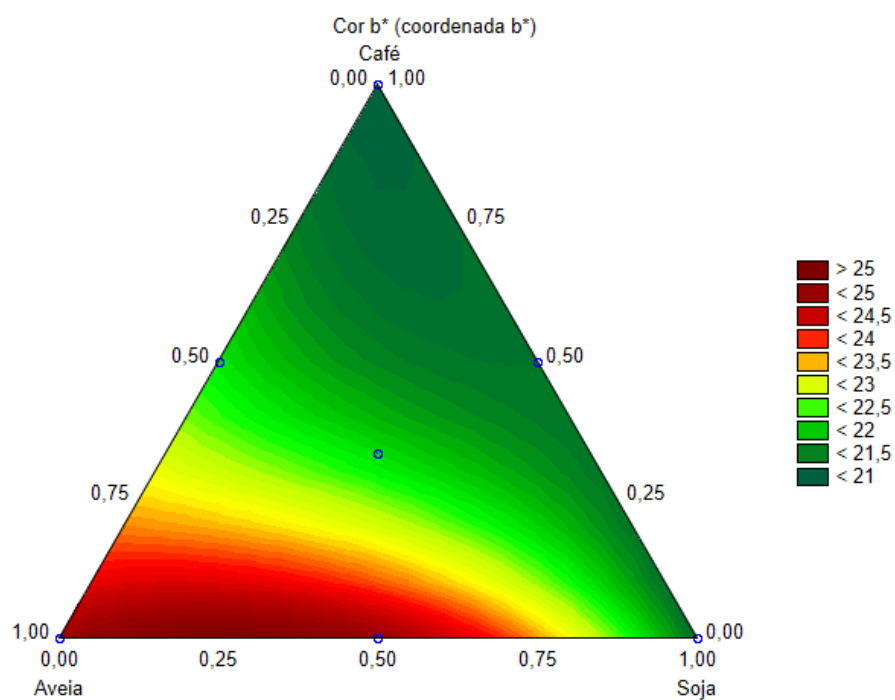
Para a coordenada b^* (intensidade amarela), todos os coeficientes obtidos para o modelo foram significativos, exceto a interação β_{12} . Observou-se a presença de coeficientes negativos para β_{13} e β_{123} (Tabela 9). O gráfico de contorno (Figura 15) demonstra a tendência de aumento para a coordena b^* com aumento principalmente de casca de aveia na mistura, e uma tendência de decréscimo com o aumento da casca de café.

Figura 14 – Gráfico de contorno da intensidade de cor para a coordenada a*



Fonte: o próprio autor

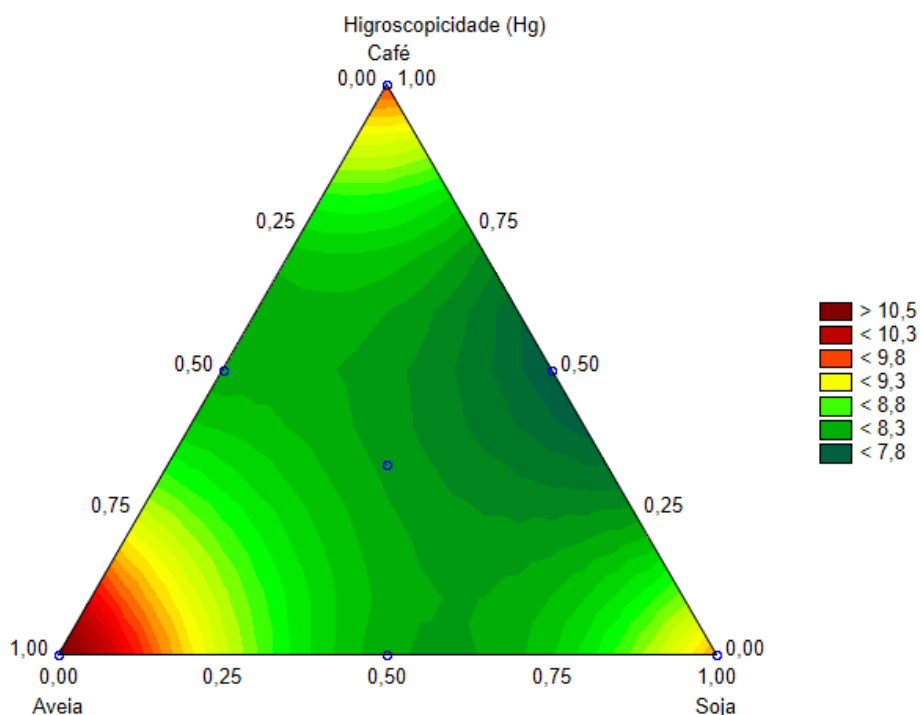
Figura 15 - Gráfico de contorno da intensidade de cor para a coordenada b*



Fonte: o próprio autor

Para a higroscopicidade, os coeficientes obtidos para os efeitos lineares dos três componentes (β_1 , β_2 e β_3) foram significativos e positivos, e o maior valor foi obtido para a CA (X_1), assim como a interação ternária entre os mesmos (β_{123}) (Tabela 9). Todas as interações binárias foram significativas e negativas, ou seja, a mistura binária destes componentes levou ao decréscimo da higroscopicidade. Na Figura 16 observa-se que a HI apresentou uma maior tendência de aumento quando aumentado o teor da casca de aveia (CA).

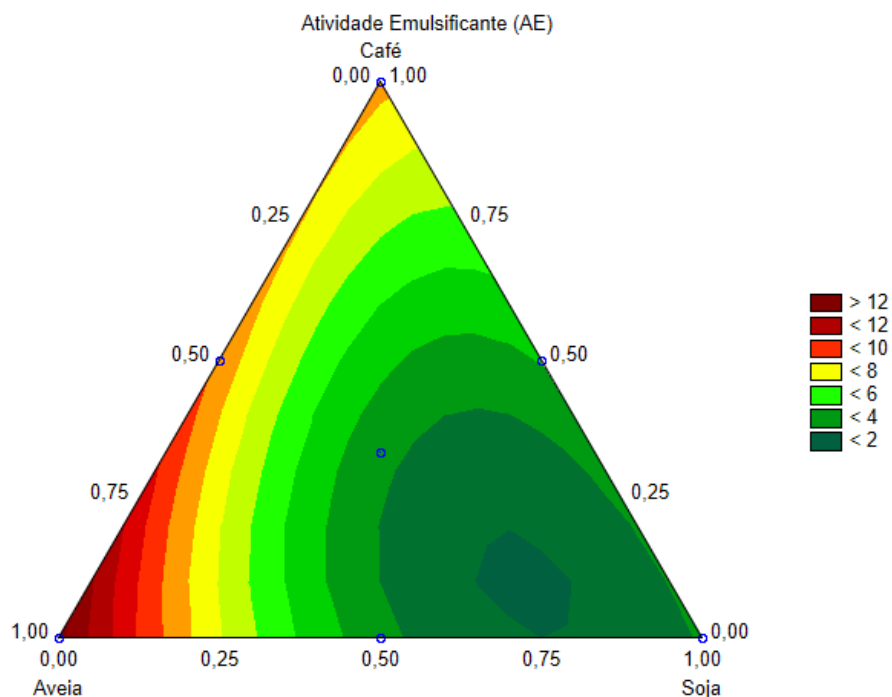
Figura 16 - Gráfico de contorno para a higroscopicidade (HI)



Fonte: o próprio autor

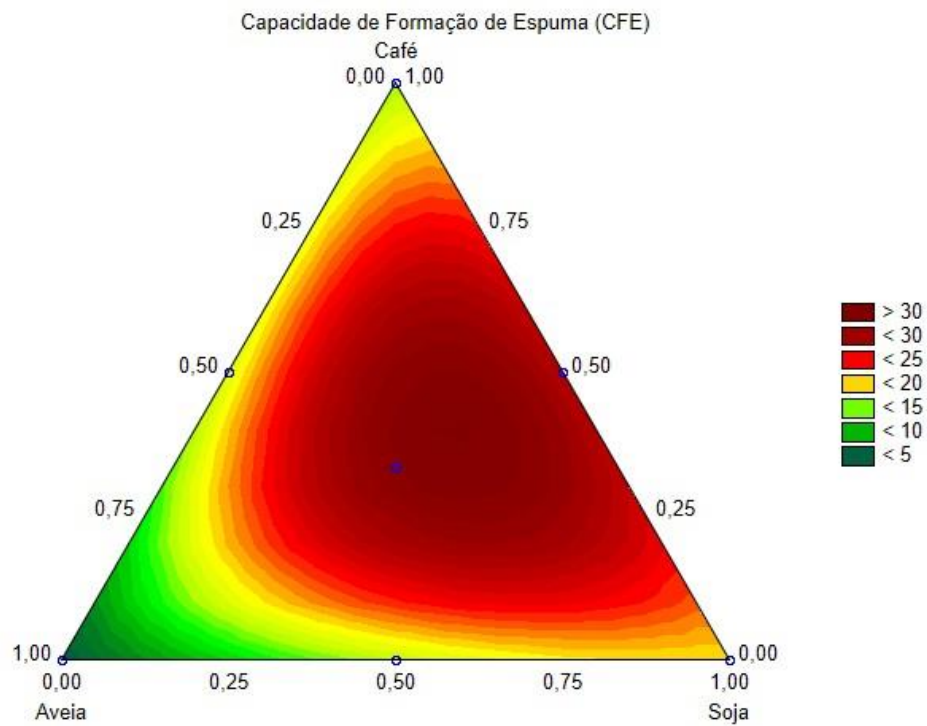
Para a AE, a CC foi destaque, tendo a maior atividade (30,83%), e a CS a menor (3,11%) (Tabela 8). Apenas os efeitos lineares da casca de aveia (β_1) e da casca de café (β_3) foram significativos (Tabela 9). O gráfico de contorno (Figura 17) indica que a atividade emulsificante tende a aumentar com a elevação do teor da casca de aveia, e diminuir com o aumento do teor da casca de soja.

Figura 17 - Gráfico de contorno da atividade emulsificante (AE)



Fonte: o próprio autor

Para a CFE foram observados efeitos positivos e significativos para β_2 (CS) e β_3 (CC), β_{23} , e β_{123} . É possível verificar por meio do resultado das propriedades funcionais na Tabela 8 como também no gráfico de contorno, que a formação de espuma tende a aumentar quando há a maior concentração da casca de café a casca de soja juntas, mas principalmente quando ocorre a união dos três resíduos.

Figura 18 – Gráfico de contorno da capacidade de formação de espuma (CFE)

Fonte: o próprio autor

6 CONCLUSÃO

O tratamento em etapa única, associando tratamento hidrotérmico e peróxido de hidrogênio alcalino, resultou em materiais ricos em fibras totais, especialmente as fibras insolúveis, com incremento do teor de celulose, indicativo de que os resíduos tratados e suas misturas apresentam potencial como ingrediente funcional fonte de fibras alimentares insolúveis. Este alto índice de fibras insolúveis exerce um papel importante e significativo na saúde, atuando principalmente na regulação da atividade intestinal.

Em relação às propriedades funcionais o tratamento em etapa única resultou em aumento da capacidade de absorção de água e intumescimento dos resíduos. A capacidade de hidratação torna estes resíduos matérias-primas interessantes para o emprego como aditivos alimentares em diferentes alimentos, como em produtos de panificação ou massas alimentícias.

Os resíduos *in natura* apresentaram uma maior capacidade emulsificante em relação aos resíduos tratados, e os resíduos *in natura* foram classificados como ligeiramente higroscópicos, diminuindo esta capacidade ao serem tratados.

Conclui-se com o presente trabalho que o tratamento com peróxido de hidrogênio alcalino em autoclave pode ser promissor na obtenção de um ingrediente funcional rico em fibras, principalmente as insolúveis, como também na alteração de algumas propriedades funcionais, podendo levar à modificação nas características físicas, químicas e tecnológicas de um produto.

REFERÊNCIAS

ABBEELE, P. V. D.; WIELE, T. V. D.; POSSEMIERS, S. Prebiotic effect and potential health benefit of arabinoxylans. **Supplement to Agrofood industry hi-tech**, v. 22, n. 2, p. 9–12, mar-apr. 2011. Disponível em: https://www.teknoscienze.com/Contents/Riviste/PDF/DIET_FIBRES_2011_RG_B_11-14.pdf. Acesso em: 01 jul. 2021.

ABDULLAH, M. A.; NAZIR, M. S.; RAZA, M. R.; WAHJOEDI, B. A.; YUSSOF, A. W. Autoclave and ultra-sonication treatments of oil palm empty fruit bunch fibers for cellulose extraction and its polypropylene composite properties. **Journal of Cleaner Production**, v. 126, p. 686–697, jul. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.03.107>.

AHMADZADEH, S.; NASIRPOUR, A.; HARCHEGANI, M. B.; HAMDAMI, N.; KERAMAT, J. Effect of electrohydrodynamic technique as a complementary process for cellulose extraction from bagasse: crystalline to amorphous transition. **Carbohydrate Polymers**, v. 188, p. 188–196, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.01.109>

AHUJA, D.; KAUSHIK, A.; SINGH M. Simultaneous extraction of lignin and cellulose nanofibrils from waste jute bags using one pot pre-treatment. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 107, part A, p. 1294–1301, feb. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.107>.

ALFREDO, V. O.; GABRIEL, R.R.; LUIS, C.G.; DAVID, B.A. Physicochemical properties of a fibrous fraction from chia (*Salvia hispanica* L.) **LWT - Food Science and Technology**, v. 42, p. 168-173, 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.05.012>

ALVES, R. C.; OLIVEIRA, M.B.P.P.; CASAL, S. Coffee authenticity. *In*: OLIVEIRA, M.B.P.P., MAFRA, I., AMARAL, J.S. **Current Topics on Food Authentication**. Kerala:Transworld Research Network, 2011, p.57-72.

ALVES, R. C.; RODRIGUES, F.; NUNES, M.A.; VINHA, A.F.; OLIVEIRA, M.B.P.P. State of the art in coffee processing by-products. *In*: GALANAKIS, C. **Handbook of Coffee Processing By-Products: Sustainable Applications**. London: Academic Press-Elsevier, 2017, p.1-26. DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811290-8.00001-3>

ALVIRA, P.; TOMÁS-PEJO, E.; BALLESTEROS, M.; NEGRO, M. J. Pretreatment technologies for an efficient bioethanol production process based on enzymatic hydrolysis: a review. **Bioresource Technology**, v. 101, n. 3, p. 4851-4861, jul. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.11.093>.

AMOAH J., KAHAR P., OGINO C., KONDO A. Bioenergy and biorefinery: feedstock, biotechnological conversion, and products. **Biotechnology Journal**, v. 14, n. 6, p. 1800494, jun. 2019. DOI: <https://doi->

org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1002/biot.201800494.

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - RDC nº 360, de 23 de dezembro de 2003. Regulamento Técnico sobre Rotulagem Nutricional de Alimentos Embalados. Diário Oficial da União da República Federativa do Brasil, Brasília, DF, dez. 2003.**

ANWAR, Z.; GULFRAZ, M.; IRSHAD, M. Agro-industrial lignocellulosic biomass a key to unlock the future of bio-energy: a brief review. **Journal of Radiation Research and Applied Sciences**, v. 7, n. 2, p. 163–173, 2014. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1016/j.jrras.2014.02.003>.

AOAC. Official methods of analysis of AOAC. 19th ed. **Association of Official Analytical Chemists**. Washington, EUA. 173 f., 2012.

ASCENCIO, J. J.; CHANDEL, A. K.; PHILIPPINI, R. R.; da SILVA, S. S. Comparative study of cellulosic sugars production from sugarcane bagasse after dilute nitric acid, dilute sodium hydroxide and sequential nitric acid-sodium hydroxide pretreatment. **Biomass Conversion and Biorefinery**, v. 10, p. 813–822, nov. 2019. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s13399-019-00547-6>.

AUFFRET, A.; RALET, M. C.; GUILLON, F.; BARRY, J. L.; THIBAUT, J. F. Effect of grinding and experimental conditions on the measurement of hydration properties of dietary fiber. **LWT – Food Science and Technology**, v. 27, n. 2, p. 166-172, apr. 1994. DOI: <https://doi.org/10.1006/fstl.1994.1033>.

AYALA-ZAVALA, J. F.; ROSAS-DOMÍNGUEZ, C.; VEGA-VEGA, V.; GONZALÉZ-AGUILAR, G. A. Antioxidant enrichment and antimicrobial protection of fresh-cut fruits using their own by-products: Looking for integral exploitation. **Journal Food Science**, v. 75, n. 8, p. 175–181, out. 2010. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1111/j.1750-3841.2010.01792.x>.

AYO, J. A.; KAJO, N. Effect of soybean hulls supplementation on the quality of acha based biscuits. **American Journal of Food and Nutrition**, v. 6, n. 2, p. 49-26, 2016. DOI: 10.5251/ajfn.2016.6.2.49.56.

BAJPAI, P. Structure of Lignocellulosic Biomass. *In*: BAJPAI, P. **Pretreatment of lignocellulosic biomass for biofuel production**. Singapore:Springer, 2016, p.7-12.

BALENTIĆ, J.P.; ACKAR, D.; JOKIĆ, S.; JOZINOVIĆ, A.; BABIĆ, J.; MILICEVIĆ, B.; SUBARIĆ, D.; PAVLOVIĆ, N. Cocoa shell: a by-product with great potential for wide application. **Molecules**, v. 23, p. 1404, 2018. DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules23061404>

BARUAH, J.; NATH, B. K.; SHARMA, R.; KUMAR, S.; DEKA, R.C.; BARUAH, D.C.; KALITA, E. Recent trends in the pretreatment of lignocellulosic biomass

for value-added products. **Frontiers in Energy Research**, v. 6, p.1–19, dez. 2018. DOI: <https://doi.org/10.3389/fenrg.2018.00141>.

BASTIAENS, L.; ROY, S. V.; THOMASSEN, G.; ELST, K. Biorefinery of Algae: Technical and economic considerations. In: GONZALEZ-FERNANDEZ, C.; MUÑOZ, R. **Microalgae-Based Biofuels and Bioproducts**. Belgium: Woodhead Publishing Series in Energy. 2017, p.327-345. DOI: <https://doi.org/10.1016/C2015-0-05935-4>

BEKALO, S. A.; REINHARDT, H. W. Fibers of coffee husk and hulls for the production of particleboard. **Materials and Structures**, v. 43, p. 1049–1060, oct. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1617/s11527-009-9565-0>.

BENITEZ, V.; REBOLLO-HERNANZ, M.; HERNANZ, S.; CHANTRES, S.; AGUILERA, Y.; MARTIN-CABREJAS, M. A. Coffee parchment as a new dietary fiber ingredient: Functional and physiological characterization. **Food Research International**, v.122, p.105-113, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.04.002>

BERNAUD, F. S. R.; RODRIGUES, T. C. Fibra alimentar – Ingestão adequada e efeitos sobre a saúde do metabolismo. **Arquivos Brasileiros de Endocrinologia e Metabolismo**, v. 57, n. 6, p.397-403. ago. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0004-27302013000600001>.

BHOWMICK, G. De.; SARMAH, A. K.; SEN, R. Lignocellulosic biorefinery as a model for sustainable development of biofuels and value-added products. **Bioresource Technology**, v. 247, p.1144–1154, jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.09.163>.

BOERJAN, W.; RALPH, J.; BAUCHER, M. Lignin biosynthesis. **Annual Review of Plant Biology**, v. 54, p. 519–546, 2003. DOI: [10.1146/annurev.arplant.54.031902.134938](https://doi.org/10.1146/annurev.arplant.54.031902.134938).

BORA, P.; RAGAEI, S.; ABDEL-AAL, E. M. Effect of incorporation of goji berry by-product on biochemical, physical and sensory properties of selected bakery products. **LWT - Food Science and Technology**, v. 112, p. 108225, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.05.123>

BORDERÍAS, A. J.; SÁNCHEZ-ALONSO, I.; PÉREZ-MATEOS, M. New applications of fibers in foods: addition to fishery products. **Trends in Food Science e Technology**, v. 16, n. 10, p. 458-465, oct. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2005.03.011>.

BORRELLI, R. C., ESPOSITO, F., NAPOLITANO, A., RITIENI, A., FOGLIANO, V. Characterization of a new potential functional ingredient: Coffee silverskin. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.52, p.1338-1343, 2004. DOI: [10.1021 / jf034974x](https://doi.org/10.1021/jf034974x)

BRAND, D., PANDEY, A., RODRÍGUEZ-LEÓN, J. A., ROUSSOS, S., BRAND, I., SOCCOL, C. R. Packed bed column fermenter and kinetic modeling for

upgrading the nutritional quality of coffee husk in solid-state fermentation. **Biotechnology Progress**, v.17, p.1065-1070, 2001. DOI: 10.1021 / bp010112 +.

BROEKAERT, W. F.; COURTIN, C. M.; VERBEKE, K.; VAN DE WIELE, T.; VERSTRAETE, W.; DELCOUR, J. A. Prebiotic and other health-related effects of cereal-derived arabinoxylans, arabinoxylan-oligosaccharides, and xylooligosaccharides. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 51, n. 2, p.178–194, feb. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1080/10408390903044768>.

BROWN, G.D.; WILLIAMS, D.L. (1,3)- β -glucans in innate immunity: mammalian systems. *In*: BACIC, A.; FINCHER, G.B.; STONE, B.A. **Chemistry, biochemistry and biology of (1–3) β -glucans and related polysaccharides**. Burlington: Academic, 2009, p.579–620.

BRYNGELSSON, S.; MANNERSTEDT-FOGELFORS, B.; AFAF KAMAL-ELDIN, A.; ANDERSSON, R.; DIMBERG, L. H. Lipids and antioxidants in groats and hulls of Swedish oats (*Avena sativa L.*). **Science of Food and Agriculture**, v. 82, p. 606-614, may. 2002. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1002/jsfa.1084>.

BUGGENHOUT, S. V.; WALLECAN, J.; CHRISTIAENS, S.; DEBON, S. J. J.; DESMET, C.; LOEY, A. V.; HENDRICKX, M.; MAZOYER, J. Influence of high-pressure homogenization on functional properties of orange pulp. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 30, p. 51–60, aug. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2015.05.004>.

CABEZUDO, I.; MEINI, M-R.; DI PONTE, C. C.; MELNICHUK, N.; BOSCHETTI, C. E.; ROMANINI, D. Soybean (*Glycine max*) hull valorization through the extraction of polyphenols by green alternative methods. **Food Chemistry**, v. 338, p.1–8 , feb. 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.128131>.

CADDEN, A.M. Comparative effect of particle size reduction on the physical structure and water binding properties of several plant fibers. **Journal of Food Science**, v.52, n.6, p.1595-1599, 1987. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1987.tb05886.x>

CANILHA, L.; MILAGRES, A. M. F.; SILVA, S. S.; SILVA, J. B. A; FELIPE, M. G. A.; ROCHA, G. J. M.; FERRAZ, A.; CARVALHO, W. Sacarificação da biomassa lignocelulósica através de pré-hidrólise ácida seguida por hidrólise enzimática: Uma estratégia de desconstrução da fibra vegetal. **Revista Analytica**, n. 44, p. 48–54, dez. 2010.

CARDOSO, M. A. P.; CARVALHO, G. M.; YAMASHITA, F.; MALI, S.; OLIVATO, J. B.; GROSSMANN, M.V. E. Oat fibers modification by reactive extrusion with alkaline hydrogen peroxide. **Polímeros**, v. 26, p. 320-326, 2016. DOI: <https://doi.org/10.1590/0104-1428.2316>.

CASSALES, A., de SOUZA-CRUZ, P.B., RECH, R., ZACHIAAYUB, M.A. Optimization ofsoybean hull acid hydrolysis and its characterization as a

potential substrate for bioprocessing. **Biomass Bioenergy**, v.35, 4675–4683, 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2011.09.021>

CASTRO-MUÑOZ, R.; BARRAGÁN-HUERTA, B. E.; YÁÑEZ-FERNÁNDEZ, J. Use of gelatin-maltodextrin composite as na encapsulation support for clarified juice from purple cactus pear (*Opuntia stricta*). **LWT – Food Science and Technology**, v. 62, n. 1, p. 242-248, jun. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.09.042>.

CHEE, K. M.; CHUN, K. S.; HUH, B. D.; CHOI, J. H.; CHUNG, M. K.; LEE, H. S.; SHIN, I. S.; WHANG, K. Y. Comparative feeding values of soybean hulls and wheat bran for growing and finishing swine. **Asian-Australasian Journal of Animal Sciences**, v. 18, n. 6, p.861–867, nov. 2005. DOI: <https://doi.org/10.5713/ajas.2005.861>.

CHEN, S.; WEN, Z.; LIAO, W.; LIU, C.; KINCAID, R. L.; HARRISON, J.H; ELLIOTT, D.C.; BROWN, M.D.; STEVENS, D.J. Studies into using manure in a biorefinery concept. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 124, p. 999–1015, 2005. DOI: <https://doi.org/10.1385/ABAB:124:1-3:0999>

CHEN, H. Chemical Composition and Structure of Natural Lignocellulose. *In*: CHEN, H **Biotechnology of Lignocellulose**. Dordrecht: Springer, 2014, p.25-71. DOI: https://doi.org/10.1007/978-94-007-6898-7_2

CHERUBINI, F. The biorefinery concept: Using biomass instead of oil for producing energy and chemicals. **Energy Conversion and Management**, v. 51, n. 7, p.1412–1421, jul. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2010.01.01>.

CHOPDA, R.; FERREIRA, J. A.; TAHERZADEH, M. J. Biorefining oat husks into high-quality lignin and enzymatically digestible cellulose with acid-catalyzed ethanol organosolv pretreatment. **Processes**, v. 8, n. 435, p. 1–13, apr. 2020. DOI: <https://doi.org/10.3390/pr8040435>.

CHORNET, E.; OVEREND, R. P. How the severity factor in biomass hydrolysis came about. *In*: RUIZ, H. A.; THOMSEN, M. H.; TRAJANO, H. L. **Hydrothermal Processing in Biorefineries**. Springer, Cham, p.1–3, 2017.

COLLAZO-BIGLIARDI, S.; ORTEGA-TORO, R.; BOIX, A. C. Isolation and characterisation of microcrystalline cellulose and cellulose nanocrystals from coffee husk and comparative study with rice husk. **Carbohydrate Polymers**, v.191, p. 205-215, jul. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.03.022>.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. **Acompanhamento da safra brasileira**. 1st ed. Brasília: CONAB; 2018.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. **Boletim da Safra de Grãos**. 2020. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info%20agro/safras/graos/boletim%20da%20safra%20de%20graos>.

Acesso em: 19 de nov. de 2020.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. **Soja. 2021**. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/analises-do-mercado-agropecuario-e-extrativista/analises-do-mercado/historico-mensal-de-soja/item/15750-soja-analise-mensal-maio-2021> Acesso em: 01 jul. 2021.

CONAB – Companhia Nacional de abastecimento. **Harvesting 2017/2018 of Brazil**, 2018. Disponível em: https://www.google.com/search?q=http%3A%2F%2F+www.conab.gov.br%2FOlalaCMS%2Fuploads%2Farquivos%2F18_03_+13_14_15_33_grao_marco_2018&oq=http%3A%2F%2F+www.conab.gov.br%2FOlalaCMS%2Fuploads%2Farquivos%2F18_03_+13_14_15_33_grao_marco_2018&aqs=chrome..69i57j69i58.410j0j4&sourceid=chrome&ie=UTF-8. Acesso em 8 nov. 2020.

CORTIVO, P. R. D., HICKERT, L. R., HECTOR, R.; AYUB, M. A. Z. Fermentation of oat and soybean hull hydrolysates into ethanol and xylitol by recombinant industrial strains of *Saccharomyces cerevisiae* under diverse oxygen environments. **Industrial Crops and Products**, v. 113, p. 10–18, jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.01.010>.

CRIZEL, T. M.; JABLONSKI, A.; RIOS, A. O.; RECH, R.; FLÔRES, S. H. Dietary fiber from orange byproducts as a potential fat replacer. **LWT - Food Science and Technology**, v. 53, n. 1, p. 9-14, sep. 2013. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2013.02.002>.

DAYIB, M.; LARSON, J.; SLAVIN, J. Dietary fibers reduce obesity-related disorders: mechanisms of action. **Micronutrient Supplementation and Functional Foods**, v. 23, n. 6, p. 445–450, nov. 2020. DOI: 10.1097/MCO.0000000000000696eISSN: 1473-6519.

DEBIAGI, F.; MADEIRA, T. B.; NIXDORF, S. L.; MALI, S. Pretreatment efficiency using autoclave high-pressure steam and ultrasonication in sugar production from liquid hydrolysates and access to the residual solid fractions of wheat bran and oat hulls. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 190, n. 1, p. 166-181, jul. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1007/s12010-019-03092-0>.

DEMIREL, F.; GERMEC, M., BUGRA, H., IRFAN, C.: Optimization of dilute acid pretreatment of barley husk and oat husk and determination of their chemical composition. **Cellulose**, v. 25, p. 6377–6393, aug. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10570-018-2022-x>.

DERVISOGLU, M.; YAZICI, F. The effect of citrus fibre on the physical, chemical and sensory properties of ice cream. **Food Science and Technology International**, v. 12, n. 2, p. 159-164, apr. 2006. DOI: <https://doi.org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1177/1082013206064005>.

DHAMODHARAN, K.; AHLAWAT, S.; KAUSHAL, M.; RAJENDRAN, K. “Economics and cost analysis of waste biorefineries”. In: KUMAR, R. P.; GNANSOUNOU, E.; RAMAN, J. K.; BASKAR, G. **Refining Biomass Residues**

for Sustainable Energy and Bioproducts. Massachusetts: Academic Press, 2019, p.545–565. DOI: <https://doi.org/10.1016/C2018-0-05005-7>

ECHEVERRIAL, M. C.; NUTI, M. Valorisation of the residues of coffee agro-industry: perspectives and limitations. **The Open Waste Management Journal**, v. 10, n. 1, p.13–22, jan. 2017. DOI: 10.2174/1876400201710010013.

EMBRAPA – EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA. Soja em números (safra 2020/21). Embrapa-soja. 2021. Disponível em: <https://www.embrapa.br/soja/cultivos/soja1/dados-economicos>. Acesso em: 01 jul. 2021.

ESQUIVEL, P.; JIMÉNEZ, V. M. Functional properties of coffee and coffee by products. *Food Research International*, v. 46, n. 2, p.488–495, may. 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.05.028>.

EUROPEAN UNION. Directive 2006/12/EC of the European Parliament and of the Council of 5 April 2006 on waste. **Official Journal of the European Union L114/9**. Disponível em: <https://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2006:114:0009:0021:EN:PDF>. Acesso em: 05 nov. 2020.

EUROPEAN COMMISSION. **A sustainable Bioeconomy for Europe: Strengthening the connection between economy, society and the environment**. Brussels, Belgium, 2018. Disponível em: <https://ec.europa.eu/transparency/regdoc/rep/1/2018/EN/COM-2018-673-F1-EN-MAIN-PART-1.PDF>. Acesso em: 07 nov. 2020.

EUROPEAN COMMISSION. Innovating for sustainable growth: A bioeconomy for europe. **European Commission**. Brussels, p.1-9, 2011. Disponível em: https://ec.europa.eu/research/bioeconomy/pdf/official-strategy_en.pdf. Acesso em: 07 nov. 2020.

FAN, L.; SOCCOL, A.T.; PANDEY, A. VANDENBERGHE, L.; SOCCOL, C.R. Effect of caffeine and tannins on cultivation and fructification of *Pleurotus* on coffee husks. **Brazilian Journal of Microbiology**, v. 37, n. 4, p. 420–424, dec. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1517-83822006000400003>.

FAO – Food and Agriculture Organization of the United Nations. **Food loss and waste and the right to adequate food: Making the connection**. Roma, p.1-48, 2018. Disponível em: <http://www.fao.org/3/ca1397en/CA1397EN.pdf>. Acesso em: 08 nov. 2020.

FARAH, C. A.; DONANGELO, M. Phenolic compounds in coffee. **Brazilian Journal of Plant Physiology**, v.15, n.1, 2006. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1677-04202006000100003>

FARHAT, W.; VENDITTI, R.; QUICK, A.; TAHA, M.; MIGNARD, N.; BECQUART, F.; AYOUB, A. Hemicellulose extraction and characterization for applications in paper coatings and adhesives. **Industrial Crops and Products**,

v. 107, p. 370–377, nov. 2017. DOI:
<https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.05.055>.

FERNÁNDEZ-LÓPEZ, J.; SENDRA-NADAL, E.; NAVARRO, C.; SAYAS, E.; VIUDA-MARTAS, M.; ALVAREZ, J. A. P. Storage stability of a high dietary fibre powder from orange by-products. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 44, n. 4, p. 748-756, mar. 2009. DOI:
<https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2008.01892.x>.

FERREIRA, A.F. Biorefinery Concept. *In*: RABAÇAL, M.; FERREIRA, A.F.; SILVA, C.A.M.; COSTA, M. **Biorefineries**. Cham: Springer International Publishing, p. 1–20, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-48288-0>

FLAUZINO-NETO, W. P.; MARIANO, M.; SILVA, I. S. V.; SILVÉRIO, H. A.; PUTAUXE, J. L.; OTAGURO, H.; PASQUINI, D.; DUFRESNE, A. Mechanical properties of natural rubber nanocomposites reinforced with high aspect ratio cellulose nanocrystals isolated from soy hulls. **Carbohydrate Polymers**, v. 153, p. 143–152, nov. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.07.073>.

FREITAS, L. C.; BARBOSA, J. R.; COSTA, A. L. C.; BEZERRA, F. W. F.; PINTO, R. H. H.; CARVALHO, R. N. From waste to sustainable industry: How can agro-industrial wastes help in the development of new products?, **Resources, Conservation and Recycling**, v.169, p. 1-14, 2021. DOI:
<https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2021.105466>

FUENTES-ZARAGOZA, E.; RIQUELME-NAVARRETE, M. L.; SÁNCHEZ-ZAPATA, E.; PÉREZ-ÁLVAREZ, J. A. Resistant starch as functional ingredient: A review. **Food Research International**. v. 43, n. 4, p. 931–42, may 2010. DOI:
<https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.02.004>.

GALDEANO, M. C.; GROSSMANN, M. V. E. Effect of treatment with alkaline hydrogen peroxide associated with extrusion on color and hydration properties of oat hulls. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 48, n. 1, p. 63–72, jan. 2005. DOI: <https://doi.org/10.1590/S1516-89132005000100010>.

GALDEANO, M. C.; GROSSMANN, M. V. E. Oat hulls treated with alkaline hydrogen peroxide associated with extrusion as fiber source in cookies. **Food Science and Technology**, n.1, v.26, p.123-126, 2006.DOI:
<https://doi.org/10.1590/S0101-20612006000100021>

GALLANGER, D.; SCHNEEMAN, B.O. Dietary fiber. *In*: BOWMAN, B.; RUSSEL, B. **Present knowledge in nutrition**. Washington, DC: ILSI; 2001. p. 805.

GEA, Niro Research Laboratory. Higroscopicity – Method N°14A. Düsseldorf; 2010. Disponível em: http://www.gea.com/en/binaries/A_14_a_-_Hygroscopicity_tcm11-30922.pdf. Acesso em: 05 maio 2020.

GÍRIO, F. M.; FONSECA, C.; CARVALHEIRO, F.; DUARTE, L. C.; MARQUES, S.; BOGEL-LUKASIK, R. Hemicelluloses for fuel ethanol: A review.

Bioresource Technology, v. 101, n. 13, p. 4775–7800, jul. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.01.088>.

GONÇALVES, L. R. B.; GOMES, S. D. L.; ALBUQUERQUE, T. L.; JÚNIOR, J. T. M.; ROCHA, M. V. P. Produção de xilitol e etanol a partir de hidrolisado enzimático de bagaço de caju. *Blucher Chemical Engineering Proceedings*, n.1, v.1, p. 1-6. 2014. DOI: <https://doi.org/10.5151/chemeng-cobec-ic-07-eb-149>

GOULD, J. M.; JASBERG, B. K.; DEXTER, L. B.; HSU, J. T.; LEWIS, S. M.; FAHEY, G. C. High-fiber, noncaloric flour substitute for baked foods. Properties of alkaline peroxide-treated lignocellulose. **Cereal Chemistry**, v. 66, n. 3, p. 201–205, 1989. Disponível em: https://www.cerealsgrains.org/publications/cc/backissues/1989/Documents/66_201.pdf. Acesso em: 07 nov. 2020.

GOUVEA, B. M.; TORRES, C.; FRANCA, A. S.; OLIVEIRA, L. S.; OLIVEIRA, E. S. Feasibility of ethanol production from coffee husks. **Biotechnology Letters**, v. 31, p. 1315–1319, may. 2009. DOI: 10.1007/s10529-009-0023-4.

GRIGELMO-MIGUEL, N.; GORINSTEIN, S.; MARTÍN-BELLOSO, O. Characterization of peach dietary fiber concentrate as a food ingredient. **Food Chemistry**, v. 65, n. 2, p.175-181, may. 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(98\)00190-3](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(98)00190-3).

GUIMARÃES, R. C. A.; FAVORO, S. P.; VIANA, A. C. A.; BRAGA NETO, J. A.; NEVES, A V.; HONER, M. R. Study of the proteins in the defatted flour and protein concentrate of baru nuts (*Dipteryx alata* Vog.). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas-SP, v. 32, n. 3, p. 464–470, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0101-20612012005000065>

GUTKOSKI, L. C.; PEDÓ, I. Aveia composição química, valor nutricional e processamento. São Paulo: Livraria Varela, 191p. 2000.

HA, M. A.; APPERLEY, D. C.; EVANS, B. W.; HUXHAM, I. M.; JARDINE, W. G.; VIETOR, R. J.; REIS, D.; VIAN, B.; JARVIS, M. C. Fine structure in cellulose microfibrils: NMR evidence from onion and quince. **The Plant Journal**, v. 16, n. 2, p.183–90, oct. 1998. Disponível em: <https://onlinelibrary-wiley.ez78.periodicos.capes.gov.br/doi/epdf/10.1046/j.1365-313x.1998.00291.x>. Acesso em: 07 nov. 2020.

HALLING, P.; WALSTRA, P. Protein-stabilized foams and emulsions, **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, n.2, v.15, p.155-203, 1981. DOI: <https://doi.org/10.1080/10408398109527315>

HE, C.; SAMPERS, I.; RAES, K. Dietary fiber concentrates recovered from agro-industrial by-products: Functional properties and application as physical carriers for probiotics. **Food Hydrocolloids**, v. 111, p. 1-10, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106175>

HENDRIKS, A. T. W. M.; ZEEMAN, G. Pretreatments to enhance the

digestibility of lignocellulosic biomass. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 1, p.10–8, jan. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2008.05.027>.

HOSEINI, M.; COCCO, S.; CASUCCI, C.; CARDELLI, V.; CORTI, G. Coffee by-products derived resources. A review. **Biomass and Bioenergy**, v. 148, p. 106009, 2021. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2021.106009>

IRIONDO–DEHOND, A.; IRIONDO–DEHOND, M.; DEL CASTILLO, M. D. Applications of Compounds from Coffee Processing By-Products, **Biomolecules**, v. 10, n. 1219, p. 1219, aug. 2020. DOI: <https://doi.org/10.3390/biom10091219>.

ISANGA, J.; ZHANG, G. N. Soybean Bioactive Components and their Implications to Health—A Review. **Food Reviews International**, v. 24, n. 2, p. 252–276, apr-jun 2008. DOI: 10.1080/87559120801926351.

ISIKGOR, F.; BECER, R. Lignocellulosic biomass: a sustainable platform for the production of bio-based chemicals and polymers. **Polymer Chemistry**, v. 6, n. 25, p. 4497–4559, may. 2015. DOI: [https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1039/C5PY00263J](https://doi.org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1039/C5PY00263J).

JANISSEN, B.; HUYNH, T. Chemical composition and value-adding applications of coffee industry by-products: A review. **Resources, Conservation and Recycling**, v.128, p.110-117, jan. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.10.001>

JOHNSON, C. D.; BERRY, M. F.; WEAVER, C. M. Soybean hulls as an iron source for bread enrichment. **Journal of Food Science**, v.50, p.1275-1277, 1985. DOI: <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1985.tb10460.x>

JI, Z.; LING, Z.; ZHANG, X.; YANG, G. H.; XU, F. Impact of Alkali Pretreatment on the Chemical Component Distribution and Ultrastructure of Poplar Cell Walls. **Bioresources**, v. 9, n. 3, p. 4159-4172, may. 2014a. DOI: <https://doi.org/10.15376/biores.9.3.4159-4172>.

JI, Z.; MA, J.; XU, F. Multi-Scale Visualization of Dynamic Changes in Poplar Cell Walls During Alkali Pretreatment. **Microscopy and Microanalysis**, v. 20, n. 2, p. 566-576, feb 2014b. DOI: <https://doi.org/10.1017/S1431927614000063>.

JUNG, S.; TRAJANO, H. L.; YOO, C. G.; FOSTON, M. B.; HU, F.; TOLBERT, A. K.; WYMAN, C. E.; RAGAUSKAS, A. J. Topochemical understanding of lignin distribution during hydrothermal flowthrough pretreatment. **Chemistry Select**, v. 3, n. 32, p. 9348–9352, aug. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1002/slct.201801837>.

KALMYKOVA, Y.; SADAGOPAN, M.; ROSADO, L. Circular economy—from review of theories and practices to development of implementation tools. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 135, p. 190–201, aug. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2017.10.034>.

- KAPARAJU, P.; SERRANO, M.; THOMSEN, A. B.; KONGJAN, P.; ANGELIDAKI, I. Bioethanol, biohydrogen and biogas production from wheat straw in a bio refinery concept. **Bioresource Technology**, v. 100, n. 9, p. 2562–2568, may. 2009. DOI: 10.1016/j.biortech.2008.11.011.
- KAPU, N. S.; YUAN, Z.; CHANG, X. F.; BEATSON, R.; MARTINEZ, D. M.; TRAJANO, H. L. Insight into the evolution of the proton concentration during autohydrolysis and dilute-acid hydrolysis of hemicellulose. **Biotechnology for Biofuels**, v. 9, oct. 2016. DOI: 10.1186/s13068-016-0619-6.
- KIM, H. W.; LEE, Y. J.; KIM, Y. H. B. Efficacy of pectin and insoluble fiber extracted from soy hulls as a functional non-meat ingredient, **LWT-Food Science and Technology**, v. 64, n. 2, p. 1071–1077, dec. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.07.030>.
- KLEMM, D.; BRIGITTE, H.; FINK, H.; ANDREAS, B. Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material. **Angewandte Chemie-International Edition**, v. 44, n. 22, p. 3358–3393, 2005. DOI: <https://doi.org/10.1002/anie.200460587>.
- KRISTENSEN, J. B.; THYGESEN, L. G.; FELBY, C.; JORGENSEN, H.; ELDER, T. Cell-wall structural changes in wheat straw pretreated for bioethanol production. **Biotechnology for Biofuels**, v.1, p. 1-5, apr. 2008. DOI: <http://dx-doi.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1186/1754-6834-1-5>.
- KUMAR, L.; SEHRAWAT, R.; KONG, Y. Oat proteins: A perspective on functional properties. **LWT- Food Science and Technology**, v.152, p. 112307, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.112307>
- KUMAR, P. S.; YAASHIKAA, P. R. “Sources and operations of waste biorefineries”. In: KUMAR, R. P.; GNANSOUNOU, E.; RAMAN, J. K.; BASKAR, G. **Refining Biomass Residues for Sustainable Energy and Bioproducts: Technology, Advances, Life Cycle Assessment and Economics**, Massachusetts: Academic Press, 2020, p.111–133.
- LAI, F.R. Physicochemical and functional properties of polysaccharides from soybean Hull and Okara, **Journal of South China University of Technology**, n.4, v.38, p.50–54, 2010. DOI: <https://doi.org/10.3969/j.issn.1000565X.2010.04.010>
- LAI, K. C.; YEAP, K. H.; LIM, S. K.; TEH, O. C.; NISAR, H. **An investigation on food waste recovery: a preliminary step of waste-to-energy (WtE) development. Energy Procedia**, v. 138, p. 169-174, 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.10.145>
- LARA, N. S.; de SOUSA, M.M.M., GANDRA, F. P. P., de ANGELIS-PEREIRA, M.C., CARNEIRO, J. D. S.; PEREIRA, R. G. F. A. Development of a functional food bar containing coffee. **British Food Journal**, v. 121, p. 441– 453, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1108/BFJ-03-2018-0135>

LARRAURI, J. A. New approaches in the preparation of high dietary fiber powders from fruit by-products. **Trends in Food Science & Technology**, v. 10, n. 1, p. 3-8, 1999. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(99\)00016-3](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(99)00016-3).

LARREA, M. A.; GROSSMANN, M. V. E.; BELÉIA, A. P.; TAVARES, D.Q. Changes in water absorption and swollen volume in extruded alkaline peroxide pretreated rice hulls. **Cereal Chemistry**, v.74, n.2, p. 98-101, 1997. DOI: <https://doi.org/10.1094/CCHEM.1997.74.2.98>

LAUFENBERG, G.; KUNZ, B.; NYSTROEM, M. Transformation of vegetable waste into value added products: (a) the upgrading concept; (b) practical implementations. **Bioresource Technology**, v. 87, n. 2, p.167–198, apr. 2003. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(02\)00167-0](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(02)00167-0).

LINEBACK, D. R. The chemistry of complex carbohydrates. *In*: CHO, S. S.; PROSKY, L.; DREHEREDS, M. **Complex carbohydrates in foods**. Marcel Dekker, Inc, New York, 1999.

LIU, H. M.; LI, H. Y. Application and Conversion of Soybean Hulls. *In*: KASAI, M. **Soybean - The Basis of Yield, Biomass and Productivity**. InTech., 2017.

LOPES, F. C.; BRAUAN, R. L. Agro-Industrial Residues: Eco-Friendly and Inexpensive Substrates for Microbial Pigments Production. **Front. Sustain. Food Syst.**, v.5, p.1-16, 2021. DOI: <https://doi.org/10.3389/fsufs.2021.589414>

MANDARINO, J. M. G.; HIRAKURI, M. H. **Tecnologia para produção de óleo de soja: descrição das etapas, equipamentos, produtos e subprodutos**. Embrapa – Soja, Documentos 171, 2015. ISSN 2176-2937. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/126080/1/Doc171-OL.pdf>. Acesso em: 15 nov. 2020.

MANDE, S. Biomass gasifier-based power plants: potential, problems, and research needs for decentralized rural electrification. *In*: LAL, B; REDDY, M. R. V. P. **Wealth from waste: trends and technologies**. New Delhi:Teri Press, The Energy and, p.1-27, 2005.

MANN, J. I.; CUMMINGS, J. H. Possible implications for health of the different definitions of dietary fibre. **Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases**, v. 19, n. 3, p. 226–229, mar. 2009. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2009.02.002>.

MANTOVAN, J.; GIRALDO, G. A. G.; MARIM, B. M.; KISHIMA, J. O. F.; MALI, S. Valorization of orange bagasse through one-step physical and chemical combined processes to obtain a cellulose-rich material. **Journal Science of Food and Agriculture**, v. 101, p.2362-2370, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1002/jsfa.10859>

MARLETT, J. A.; VOLLENDORF, N. W. Dietary fiber content and composition of different forms of fruits. **Food Chemistry**, v. 51, n. 1, p. 39–44, 1994. DOI: [https://doi.org/10.1016/0308-8146\(94\)90045-0](https://doi.org/10.1016/0308-8146(94)90045-0).

MARTINS, M. Açúcar invertido: propriedades e aplicações. **Revista Food Ingredients**, n.10, v.2, 2001.

MATEOS-APARICIO, I.; MATEOS-PEINADO, C.; RUPÉREZ, P. High hydrostatic pressure improves the functionality of dietary fiber in okara by-product from soybean. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 11, n. 3, p. 445–450, jul. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2010.02.003>.

MATOS, A. T. Tratamento de resíduos na pós-colheita do café (residues disposal in coffee post-processing). *In*: BORÉM, F. M. **Pós-colheita do Café (coffee post processing)**. Lavras: UFLA, 2008. p.161–201.

MAZZAFERA, P. Degradation of caffeine by microorganisms and potential use of decaffeinated coffee husk and pulp in animal feeding. **Scientia Agricola**, v. 59, n. 4, p. 815–821, dec. 2002. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0103-90162002000400030>.

MENG, X.; LIU, F.; XIAO, Y.; CAO, J.; WANG, M.; DUAN, X. Alterations in physicochemical and functional properties of buckwheat straw insoluble dietary fiber by alkaline hydrogen peroxide treatment. **Food Chemistry**, v.3, p. 100029, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2019.100029>

MENSINK, M. A.; FRIJLINK, H. W.; MAARSCHALK, K. van der V.; HINRICHS, W. L. J. Inulin, a flexible oligosaccharide I: review of its physicochemical characteristics. **Carbohydrate Polymers**, v. 130, p. 405-419, oct. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.05.026>.

MERCI, A.; URBANO, A.; GROSSMANN, M. V. E.; TISCHER, C. A.; MALI, S. Properties of microcrystalline cellulose extracted from soybean hulls by reactive extrusion. **Food Research International**, v. 73, p. 38–43, jul. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.03.020>.

MIHRANYAN, A.; LLAGOSTERA, A. P.; KARMHAG, R.; STROMME, M.; EK, R. Moisture sorption by cellulose powders of varying crystallinity. **Int. J. Pharm.**, v.269, p.433–442, 2004. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2003.09.030>

MÓDENES, A. N.; ESPINOZA-QUIÑONES, F. R.; COLOMBO, A.; GERALDI, C. L.; TRIGUEROS, D. E. G. Inhibitory effect on the uptake and diffusion of Cd²⁺ onto soybean hull sorbent in Cd–Pb binary sorption systems. **Journal of Environmental Management**, v. 154, p. 22–32, may. 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2015.02.022>.

MOHAN, S. V.; NIKHIL, G. N.; CHIRANJEEVI, P.; REDDY, C. N.; ROHIT, M. V.; KUMAR, A. N.; SARKAR, O. Waste biorefinery models towards sustainable circular bioeconomy: critical review and future perspectives. **Bioresource Technology**, v. 215, p. 2–12, sep. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.03.130>.

MOHAN, S.V.; DAHIYA, S.; AMULYA, K.; KATAKOJWALA, R.; VANITHA, T. K. Can circular bioeconomy be fueled by waste biorefineries — A closer look. **Bioresource Technology Reports**, v. 7, p. 1–11, sep. 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2019.100277>.

MORENO, J.; COZZANO, S.; MERCEDES PÉREZ, A.; ARCIA, P.; CURUTCHET, A. Coffee Pulp Waste as a Functional Ingredient: Effect on Salty Cookies Quality. **J. Food Nutr. Res.**, v. 7, p. 632–638, 2019. DOI: <https://doi.org/10.12691/jfnr-7-9-2>

MORRIS, E. R. Shear-thinning of 'randomcoil' polysaccharides: characterisation by two parameters from a simple linear plot. **Carbohydrate Polymers**, v. 13, n. 1, p. 85–96, 1990. DOI: [https://doi.org/10.1016/0144-8617\(90\)90053-U](https://doi.org/10.1016/0144-8617(90)90053-U).

MOSIER, A.; WASSMANN, R.; VERCHOT, L.; KING, J.; PALM, C. Methane and nitrogen oxide fluxes in tropical agricultural soils: sources, sinks and mechanisms. **Environment, Development and Sustainability**, v.6, p.11–49, 2004. DOI: <https://doi.org/10.1023/B:ENVI.00000003627.43162.ae>

MOURA, F. A.; PEREIRA, J. M.; SILVA, D. O.; ZAVAREZE, E. R.; MOREIRA, A. S.; HELBIG, E.; DIAS, A. R. G. Effects of oxidative treatment on the physicochemical, rheological and functional properties of oat β -glucan. **Food Chemistry**, v. 128, n. 4, p. 982–987, oct. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.003>.

MUDGIL, D.; BARAK, S. Classification, Technological Properties, and Sustainable Sources. *In*: GALANAKIS, C.M. **Dietary Fiber: Properties, Recovery, and Applications**. Elsevier. 2019, p.27-58.

MURTHY, P. S; NAIDU, M. M. Sustainable management of coffee industry by-products and value addition - A review. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 66, p. 45–58, sep. 2012a. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2012.06.005>.

MURTHY, P.S.; NAIDU, M.M. Recovery of phenolic antioxidants and functional compounds from coffee industry by-products. **Food Bioprocess Technology**, v. 5, p. 897–903, may. 2012b. DOI: <https://doi.org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s11947-010-0363-z>.

NANDA, S.; MOHAMMAD, J.; REDDY, S. N.; KOZINSKI, J. A; DALAI, A. K. Pathways of lignocellulosic biomass conversion to renewable fuels. **Biomass Conversion and Biorefinery**, v. 4, p. 157–191, jun. 2014. DOI: <https://doi.org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s13399-013-0097-z>.

NAKANISHI, S. C.; NASCIMENTO, V. M.; RABELO, S. C.; SAMPAIO, I. L. M.; JUNQUEIRA, T. L.; ROCHA, G. J. M. Comparative material balances and preliminary technical analysis of the pilot scale sugarcane bagasse alkaline pretreatment to 2G ethanol production. **Industrial Crops and Products**, v. 120, p. 187-197, sep. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.04.064>.

NING, L.; VILLOTA, R.; ARTZ, W. E. Modification of Corn Fiber Through Chemical Treatments in Combination with Twin-screw Extrusion. **Cereal Chemistry**, v. 68, n. 6, p. 632-636, jan. 1991. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/284572046_Modification_of_corn_fiber_through_chemical_treatments_in_combination_with_twin-screw_extrusion. Acesso em: 11 jun. 2021.

OECD – Organisation for Economic Co-operation and Development. The Bioeconomy to 2030: Designing a Policy Agenda. **OECD Publishing**, Paris, 2009.

OLIVEIRA, D. M.; CLEMENTE, E.; COSTA, J. M. C. Hygroscopic behavior and degree of caking of grugru palm (*Acrocomia aculeata*) powder. **Journal of Food Science and Technology**, v.1, p.1-7, 2014. DOI: DOI: 10.1007/s13197-012-0814-9

OLIVEIRA, W. E.; FRANCA, A. S.; OLIVEIRA, L. S.; ROCHA, S. D. Untreated coffee husks as biosorbents for the removal of heavy metals from aqueous solutions. **Journal of Hazardous Materials**, v. 152, n. 3, p. 1073–1081, apr. 2008. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.07.085>.

OVEREND, R. P.; CHORNET, E. Fractionation of lignocellulosics by steam-aqueous pretreatments. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London**, v. 321, n. 1561, p. 523–536, apr. 1987. Disponível em: <http://www.jstor.org/stable/37798>.

PANDEY, A.; SOCCOL, C. R.; NIGAM, P.; BRAND, D.; MOHAN, R.; ROUSSOS, S. Biotechnological potential of coffee pulp and coffee husk for bioprocesses. **Biochemical Engineering Journal**, v. 6, n. 2, p. 153–162, oct. 2000. DOI: [https://doi.org/10.1016/S1369-703X\(00\)00084-X](https://doi.org/10.1016/S1369-703X(00)00084-X).

PARFITT, J.; BARTHEL, M.; MACNAUGHTON, S. Food waste within food supply chains: quantification and potential for change to 2050. **Philosophical Transactions B**, v. 365, n. 1554, p. 3065–3081, sep. 2010. DOI: 10.1098/rstb.2010.0126.

PEARCE, K. N.; KINSELLA, J. E. Emulsifying properties of proteins: evaluation of a turbidimetric technique. **J Agric Food Chem**, n.3, v. 26, p.716–723, 1978. DOI: <https://doi.org/10.1021/jf60217a041>

PEDERSEN, M.; VIKSO-NIELSEN, A.; MEYER, A. S. Monosaccharide yields and lignin removal from wheat straw in response to catalyst type and pH during mild thermal pretreatment. **Process. Biochemistry**, v. 45, n. 7, p. 1181–1186, jul. 2010. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2010.03.020>.

PEERAJIT, P.; CHIEWCHAN, N.; DEVAHASTIN, S. Effects of pretreatment methods on health-related functional properties of high dietary fibre powder from lime residues. **Food Chemistry**, v. 132, n. 4, p. 1891-1898, jun. 2012. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.12.022>.

PEREIRA, J. F.; LONNI, A. A. S. G.; MALI, S. Development of biopolymeric films with addition of vitamin C and catuaba extract as natural antioxidants.

Preparative Biochemistry and biotechnology, p. 1-10, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1080/10826068.2021.1916755>

PEREZ-CARRILLO, E.; HEREDIA-OLEA, E. Lignins in foods. *In*: MOLLET, L.M.L.; URIBE, J.A.G. **Phenolic compounds in food: characterization and analysis**. CRC Press, Boca Raton, p. 199–209, 2018.

PESHEV, D.; MITEV, D.; PEEVA, L.; PEEV, G. Valorization of spent coffee grounds – A new approach. **Separation and Purification Technology**, v. 192, p. 271–277, feb. 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.10.021>.

PHILIP, J., WINICKOFF, D. Realising the Circular Bioeconomy. **OECD Science Technology and Industry Policy Papers**. n.60, dec. 2018. Disponível em: [https://www.oecd.org/officialdocuments/publicdisplaydocumentpdf/?cote=DSTI/STP/BNCT\(2017\)7/FINAL&docLanguage=E](https://www.oecd.org/officialdocuments/publicdisplaydocumentpdf/?cote=DSTI/STP/BNCT(2017)7/FINAL&docLanguage=E). Acesso em: 03 nov.2020.

PHILIPPOUSSIS, A.N. Production of mushrooms using agroindustrial residues as substrates. *In*: SINGH NEE' NIGAM P; PANDEY, A. **Biotechnology for agro-industrial residues utilization: utilization of agro-residues**. The Netherland :Springer, 2009, p.163-196. DOI: https://doi.org/10.1007/978-1-4020-9942-7_9

POLOMINO-GARCÍA, L. R.; DEL-BIANCHI, V. L. Capacidade antioxidante em resíduos da indústria cafeeira. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 18, n. 4, p. 307-313, 2015. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/1981-6723.5015>

QUIRÓS-SAUCEDA, A. E.; PALAFOX-CARLOS, H.; SÁYAGO-AYERDI, S. G.; AYALA-ZAVALA, J. F.; BELLO-PEREZ, L. A.; ALVAREZ-PARRILLA, E.; DE LA ROSA, L. A.; GONZÁLEZ-CÓRDOVA, A. F.; GONZALEZ-AGUILAR, G. A. Dietary fiber and phenolic compounds as functional ingredients: interaction and possible effect after ingestion. **Food Function**, v. 5, n. 6, p. 1063–1072, mar. 2014. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1039/C4FO00073K>.

RAGHAVENDRA, S. N.; RAMACHANDRA, S. R. S.; RASTOGI, N. K.; RAGHAVARAO, K. S. M. S.; KUMAR, S.; THARANATHAN, R. N. Grinding characteristics and hydration properties of coconut residue: a source of dietary fiber. **Journal of Food Engineering**, v. 72, n. 3, p. 281-286, feb. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2004.12.008>.

RAMOS, L. P. The chemistry involved in the steam treatment of lignocellulosic materials. **Química Nova**, v. 26, n. 6, p.863–871, dec. 2003. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0100-40422003000600015>.

REDAELLI, R.; BERARDO, N. Prediction of fibre components in oat hulls by near infrared reflectance spectroscopy. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 87, n. 4, p. 580–585, mar. 2007. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1002/jsfa.2709>.

RODÍGUEZ-DURÁN, L. V.; RAMÍREZ-COONEL, M. A.; ARANDA-DELGADO,

E.; NAMPOOTHIRI, K. M.; FAVELA-TORRES, E.; AGUILAR, C. N.; SAUCEDO-CASTAÑEDA, G. Soluble and bound hydroxycinnamates in coffee pulp (*Coffea arabica*) from seven cultivars at three ripening stages. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 62, n.31, p. 7869–7876, jul. 2014. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1021/jf5014956>.

RODRÍGUEZ, R.; JIMÉNEZ, A.; FERNÁNDEZ-BOLAÑOS, J.; GUILLÉN, R.; HEREDIA, A. Dietary fiber from vegetable products as source of functional ingredients. **Trends in Food Science & Technology**, v. 17, n. 1, p. 3-15, jan. 2006. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2005.10.002>.

ROJAS, M. J.; SIQUEIRA, P. F.; MIRANDA, L. C.; TARDIOLI, P. W.; GIORDANO, R. L. C. Sequential proteolysis and cellulolytic hydrolysis of soybean hulls for oligopeptides and ethanol production. **Industrial Crops and Products**, v. 61, p. 202-210, nov. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.07.002>.

ROSA, M. F.; SOUZA, M. S. M. F.; FIGUEIREDO, M. C. B.; MORAIS, J. P. S.; SANTAELLA, S. T.; LEITÃO, R. C. Valorização de resíduos da agroindústria. **II Simpósio Internacional sobre Gerenciamento de Resíduos Agropecuários e Agroindustriais – II SIGERA**, Foz do Iguaçu, PR, mar. 2011.

RUIZ, H. A.; CONRAD, M.; SUN, S.; SANCHEZ, A.; ROCHA, G. J. M.; ROMANÍ, A.; CASTRO, E.; TORRES, A.; RODRÍGUEZ-JASSO, R. M.; ANDRADE, L. P.; SMIRNOVA, I.; SUN, R.; MEYER, A. S. Engineering aspects of hydrothermal pretreatment: From batch to continuous operation, scale-up and pilot reactor under biorefinery concept. **Bioresource Technology**, v. 299, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.122685>.

SÁENZ, C. H. Cladodes: a source of dietary Fiber. **J. Prof. Assoc. Cactus Dev.**, v.34, p.117-123, 1997.

SALDÍVAR, S.O.S.; SOTO, F.E.Y. Chemical Composition and Biosynthesis of Dietary Fiber Components. *In*: CHANES, J.W.; SALDÍVAR, S.O.S.; CAMPANELLA, O.H.; ORTIGOZA, V.T.O. **Science and Technology of Fibers in Food Systems**. Washington: Springer, 2020.

SANTANA-MÉRIDAS, O.; GONZÁLEZ-COLOMA, A.; SÁNCHEZ-VIOQUE, R. Agricultural residues as a source of bioactive natural products. **Phytochemistry Reviews**, v. 11, p. 447–466, nov. 2012. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s11101-012-9266-0>.

SAULNIER, L.; SADO, P. E.; BRANLARD, G.; CHARMET, G.; GUILLON, F. Wheat arabinoxylans: exploiting variation in amount and composition to develop enhanced varieties. **Journal of Cereal Science**, v. 46, n. 3, p.261–281, nov. 2007. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2007.06.014>.

SAURA-CALIXTO, F. Fibra dietética de manzana: hacia nuevos tipos de fibras de alta calidad. **Alimentaria: Revista de tecnología e higiene de los alimentos**, n.242, p.57–62, 1993.

SCHMITZ, E.; KARLSSON, E. N.; ADLERCREUTZ, P. Warming weather changes the chemical composition of oat hulls. **Plant Biology**, v. 22, p. 1086–1091, 2020. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1111/plb.13171>.

SCHMITZ, E.; KARLSSON, E. N.; ADLERCREUTZ, P. Warming weather changes the chemical composition of oat hulls. **Plant Biology**, v. 22, n. 6, p. 1086–1091, nov. 2020. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1111/plb.13171>.

SEELI, D. S.; PRABAHARAN, M. Guar gumoleate-graft-poly (methacrylic acid) hydrogel as a colon-specific controlled drug delivery carrier, **Carbohydrate Polymers**, v. 158, p. 51–57, feb. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.11.092>.

SEIBEL, N. F.; BELÉIA, A. D. P. The chemical characteristics and technological functionality of soybean based ingredients [*Glycine Max* (L.) Merrill]: Carbohydrates and proteins. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 12, p. 113–122, 2009. DOI: 10.1007 / 978-1-4020-9942-7

SILVA, M. A.; NEBRA, S. A.; SILVA, M. J. M.; SANCHEZ, C. G. The use of biomass residues in the Brazilian soluble coffee industry. **Biomass and Bioenergy**, v.14, n. 5-6, p. 457-467, jun. 1998. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0961-9534\(97\)10034-4](https://doi.org/10.1016/S0961-9534(97)10034-4).

SILVEIRA, M. L. R.; SANTOS, O. S.; PENNA, N. G.; SAUTTER, C. K.; ROSA, C. S.; BERTAGNOLLI, S. M. M. Aproveitamento tecnológico das sementes de goiaba (*Psidium guajava* L.) como farinha na elaboração de biscoitos. **Boletim CEPPA**, Curitiba-PR, v. 34, n. 1, p.1-21, 2016. DOI: <http://dx.doi.org/10.5380/cep.v34i2.53178>

SINGH NEE'NIGAM, P.; GUPTA, N.; ANTHWAL, A. Pre-treatment of agro-industrial residues. In: SINGH NEE' NIGAM, P.; PANDEY, A. **Biotechnology for agro-industrial residues utilization: utilization of agro-residues**. The Netherland :Springer, 2009, p.13-33. DOI: <https://doi.org/10.1007 / 978-1-4020-9942-7>

SKIBA, E. A.; BAIBAKOVA, O. V.; BUDAIEVA, V. V.; PAVLOV, I. N.; VASILISHIN, M. S.; MAKAROVA, E. I.; SAKOVICH, G. V.; OVCHINNIKOVA, E. V.; BANZARAKTSAEVA, S. P.; VERNIKOVSKAYA, N. V.; CHUMACHENKO, V. A. Pilot technology of ethanol production from oat hulls for subsequent conversion to ethylene. **Chemical Engineering Journal**, v. 329, p. 178–186, dec. 2017. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2017.05.182>.

SLAVIN, J. Impact of the proposed definition of dietary fiber on nutrient databases. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 16, n. 3, p. 287-291, jun. 2003. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0889-1575\(03\)00053-X](https://doi.org/10.1016/S0889-1575(03)00053-X).

STONE, B. A. Chemistry of β -glucans. In: BACIC, A.; FINCHER, G. B.; STONE,

B. A. **Chemistry, biochemistry and biology of (1–3) β -glucans and related polysaccharides**. Academic, Burlington, p. 5–46, 2009.

SUMMO, C. Eficácia do ingrediente à base de casca de aveia como substituto de gordura para produzir hambúrguer com baixo teor de gordura e alto teor de beta-glucanos. **Foods**, v. 9, n°8, 2020.

SUN, S.; SUN, S.; CAO, X.; SUN, R. The role of pretreatment in improving the enzymatic hydrolysis of lignocellulosic materials. **Bioresource Technology**, v. 199, p. 49–58, jan. 2016. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2015.08.061>.

TAMANINI, C.; OLIVEIRA, A. S.; FELIPE, M. D. G. A.; CANETTIERI, E. V.; CÂNDIDO, E. J.; HAULY, M. C. O. Avaliação da casca de aveia para produção biotecnológica de xilitol. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 26, n. 2, p. 117–125, mar. 2004. DOI: [10.4025/actascitechnol.v26i2.1509](https://doi.org/10.4025/actascitechnol.v26i2.1509).

TAKEITI, C. Y. Aveia. Agência Embrapa de Informação Tecnológica. 2020. Disponível em: https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/tecnologia_de_alimentos/arvore/CONT000girlwnqt02wx5ok05vadr1pof7xln.html Acesso em 01 jul. 2021.

TAPPI TEST METHOD T222 om-88. Acid-insoluble lignin in wood and pulp. In: Tappi test methods. Atlanta: Tappi Press, 1999.

TAVARES, J. A. S.; SOARES JÚNIOR, M. S.; BECKER, F. S.; COSTA, E. E. Mudanças funcionais de farinha de arroz torrada com micro-ondas em função do teor de umidade e do tempo de processamento. **Revista Ciência Rural**, Santa Maria-RS, v. 42, n. 6, p. 1102–1109, 2012. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0103-84782012000600025>

TRIGUI, I.; YAICH, H.; CHEIKH-ROUHO, S.; BOUGATEF, A.; BLECKER, C.; ATTIA, H.; AYADI, M. A. Physicochemical properties of water-soluble polysaccharides from black cumin seeds. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 117, p. 937-946, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.05.202>

TROWELL, H. Definitions of fiber. **The Lancet**, v. 303, n. 7856, p. 503, mar. 1974. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0140-6736\(74\)92802-5](https://doi.org/10.1016/S0140-6736(74)92802-5).

TUNGLAND, B. C.; MEYER, D. Nondigestible oligo- and polysaccharides (dietary fiber): their physiology and role in human health and food. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 3, n. 1, p. 73-92, oct. 2002. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1111/j.1541-4337.2002.tb00009.x>.

UCHOA, A. M. A.; COSTA, J. M. C.; MAIA, G. A.; MEIRA, T. R.; SOUSA, P. H. M.; BRASIL, I. M. Formulation and physicochemical and sensorial evaluation of biscuit-type cookies supplemented with fruit powders. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 64, n. 2, p. 153–159, 2009. DOI: [10.1007/s11130-009-0118-z](https://doi.org/10.1007/s11130-009-0118-z).

UDUGAMA, L. A.; PETERSEN, L. A. H.; FALCO, F. C.; JUNICKE, H.; MITIC, A.; ALSINA, X. F.; MANSOURI, S. S.; GERNAEY, K. V. **Resource recovery from waste streams in a Water-Energy-Food nexus perspective: toward more sustainable food processing, Food and Bioproducts Processing**, v. 119, p. 133-147, 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.10.014>

UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE – USDA. Oats. 2021. Disponível em: <https://ipad.fas.usda.gov/cropexplorer/cropview/commodityView.aspx?cropid=0452000>. Acesso em: 01 jul. 2021.

URRUZOLA, I.; ROBLES, E.; SERRANO, L.; LABIDI, J. Nanopaper from almond (*Prunus dulcis*) shell. **Cellulose**, v. 21, p. 1619–1629, mar. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1007/s10570-014-0238-y>.

VAZ, S. Sugarcane-Biorefinery. In: WAGEMANN, K.; TIPPKÖTTER, N. **Biorefineries**. Cham: Springer, 2017, p.125–136. DOI: https://doi.org/10.1007/10_2016_70

VAN SOEST, P. J. Symposium on factors influencing the voluntary intake of herbage by ruminants: Voluntary intake in relation to chemical composition and digestibility. **Journal of Animal Science**, v. 24, n. 3, p. 834–843, 1965. DOI: <https://doi.org/10.2527/jas1965.243834x>.

VINCENT, J. C. Green coffee processing. In: CLARKE R. J.; MACRAE, R. **Coffee technology**. New York: Elsevier Applied Science Publishers Ltd; 1987. p.1–33.

VILELA, W. F.; LEÃO, D. P., FRANCA, A. S., OLIVEIRA, L. S. Effect of

- peroxide treatment of functional and technological properties of fiber-rich powders based on spent coffee grounds. **International Journal of Food Engineering**, v. 2, n. 1, p. 42–47, jun. 2016. DOI: 10.18178/ijfe.2.1.42-47.
- WANG, W. M.; KLOPFENSTEIN, C. F. Effect of twin-screw extrusion on the nutritional quality of wheat, barley, and oats. **Cereal Chemistry**, n.70, p.712–715 1993.
- WISKER, E.; FELDHEIM, W.; POMERANZ, Y.; MEUSER, F. Dietary fiber in cereals. *In*: POMERANZ, Y. **Advances in cereal science and technology**. Saint Paul: American Association of Cereal Chemist; 1985, p.169-238.
- YANG, J.; XIAO, A.; WANG, C. Novel development and characterisation of dietary fibre from yellow soybean hulls. **Food Chemistry**, v. 161, p. 367–375, oct. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.04.030>.
- YANG, L.; ZHAO, Y.; HUANG, J.; ZHANG, H.; LIN, Q.; HAN, L.; LIU, J.; WANG, J.; LIU, H. Insoluble dietary fiber from soy hulls regulates the gut microbiota in vitro and increases the abundance of *bifidobacteriales* and *lactobacillales*, **Jornal of Food Science Technology**, v. 57, n. 1, p. 152–162, aug. 2019a. DOI: <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s13197-019-04041-9>.
- YANG, H.; ZHANG, X.; LUO, H.; LIU, B.; SHIGA, T. M.; LI, X.; KIM, J. I.; RUBINELLI, P.; OVERTON, J. C.; SUBRAMANYAM, V.; COOPER, B. R.; MO, H.; ABU-OMAR, M. M.; CHAPPLE, C.; DONOHOE, B. S.; MAKOWSKI, L.; MOSIER, N. S.; MCCANN, M. C.; CARPITA, N. C.; MEILAN, R. Overcoming cellulose recalcitrance in woody biomass for the lignin-first biorefinery. **Biotechnology for Biofuels**, v.1 2, n. 1, p.1–18, jun. 2019b. DOI: <https://doi.org/10.1186/s13068-019-1503-y>.
- YOO, J.; ALAVI, S.; VADLANI, P.; AMANOR-BOADU, V. Thermomechanical extrusion pretreatment for conversion of soybean hulls to fermentable sugars. **Bioresource Technology**, v. 102, n. 16, p. 7583–7590, aug. 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.04.092>.
- YOSHIDA, B. Y.; PRUDENCIO, S. H. Alkaline hydrogen peroxide improves physical, chemical, and techno-functional properties of okara. **Food Chemistry**, v.323, p.1-8, sep. 2020. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126776>.
- ZEKOVIC, D. B.; KWIATKOWSK, S.; VRVIC, M. M.; JAKOVLJEVIC, D.; MORAN, C. A. Natural and modified (1→3)-β-D-glucans in health promotion and disease alleviation. **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 25, n. 4, p. 205–230, 2005. DOI: 10.1080/07388550500376166.
- ZHANG, Y. H. P. Reviving the carbohydrate economy via multi-product lignocellulose biorefineries. **Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology**, v. 35, n. 5, p. 367–375, jan. 2008. DOI: 10.1007/s10295-007-0293-6.

ZOHLAMI, A.; PAES, G. Lignocellulosic biomass: understanding recalcitrance and predicting hydrolysis. **Frontiers in Chemistry**, v.7, p. 874, dec. 2018. DOI: <https://doi.org/10.3389/fchem.2019.0087>

ANEXOS

ANEXO A

Composition and technological properties of fibrous functional ingredient obtained from agroindustrial residues through one-step physical and chemical combined processes

Composition and technological properties of fibrous functional ingredient obtained from agroindustrial residues through one-step physical and chemical combined processes

Abstract

The objectives of this study were to evaluate the composition and technological properties of functional ingredients rich in fibers obtained from agroindustrial residues through one-step physical and chemical combined processes. The agroindustrial residues (oat, soybean and coffee hulls) were subjected to an alkaline peroxide (2%, pH 11.5) treatment combined to a hydrothermal treatment in autoclave (1.5 atm, 121°C, 30 min). The materials obtained were characterized according to their composition (moisture, ash, proteins, lipids, total, soluble and insoluble fibers, cellulose, hemicellulose, and lignin contents) and technological properties, such as water and oil holding capacity, color, swelling capacity, emulsifying activity, hygroscopicity and foaming capacity. In general, it can be observed a decrease in ash, proteins, and lipids contents in the residues subjected to the one-step treatment; however, the total fiber content significantly increased in the three treated residues. Cellulose was the most abundant component of the insoluble fiber fraction, and it has increased 205% in the coffee hull after treatment. All samples subjected to the combined treatment showed an increase in their hydration capacity, justified by the increase in water absorption and swelling capacities. Treated coffee hull presented the higher values for emulsifying capacity, and soybean and coffee hulls maintained high foaming capacities after treatment. It was concluded with this study that the treatment carried out in a one-step was efficient in increasing the dietary fiber content of the obtained materials, as well as their hydration capacity, and it can be considered as a promising alternative for obtaining new rich-fiber products.

Keywords: Oat hull; Soybean hull; Coffee hull; Hydrothermal treatment; Alkaline peroxide; Techno-functional properties.

1. Introduction

Agroindustrial residues generated by the food industry and agriculture include several materials, such as straws, stems, leaves, shells, seeds, pulp, bagasse, among others, and they are underutilized raw materials, which are rich in nutrients such as carbohydrates, proteins, fibers, minerals, and vitamins. The valorization and efficient transformation of these residues can minimize the negative economic and environmental impacts resulting from their improper disposal, including their reuse as food or food ingredients (Lopes & Ligabue-Braun, 2021).

In the last two decades, the scientific community has been discussing this problem to seek strategies and technological solutions for the use of these residues, beyond animal feed or organic fertilization, but also as raw material for new food products with high nutritional value (Ayala-Zavala, Rosas-Domínguez, Vega-Vega, & González-Aguilar 2010; Freitas et al., 2021; Laufenberg, Kunz, & Nystroem, 2003; Lopes & Ligabue-Braun, 2021).

Coffee industry is one of the largest food industries in the world, and the great demand for this product has led to the production of an excessive amount of by-products during all coffee processing steps (Hoseini, Cocco, Casucci, Cardelli, & Corti, 2021; Peshev, Mitev, Peeva, & Peev, 2018; Oliveira et al., 2021). In 2020, Brazil produced 69.9 million bags (60 kg) (USDA, 2021), and the main residue is the hull, which come from dry processing, this residue can vary from 30% to 50% of the total weight of the grain (Matos, 2008; Peshev et al., 2018). Its chemical composition includes 35% carbohydrates, 30% fibers, 8-11% proteins, 0.5 to 3.0% lipids, 3 to 7% minerals, 1% caffeine, and 5% tannins (Echeverria & Nuti, 2017).

Brazil is the world's largest producer of soybean, producing 135 million tons/year (Conab, 2021). Soybean hull is a lignocellulosic material obtained as a byproduct during soy oil extraction, representing from 8 to 10% of the total dry weight of the beans (Ayo & Kajo, 2016; Yoo, Alavi, Vadlani, & Amanor-Boadu, 2011). Soybean hull is a residue of low commercial value (Kim, Lee & Kim, 2015), however, it is rich in non-starch polysaccharides, containing variable amounts of cellulose, hemicellulose, lignin, and pectin, and is an optimal source of high-quality dietary fiber with great potential for functional ingredient development (Yang et al., 2019).

In 2010, the worldwide oats production reached to approximately 19 million tons, and in the year 2021 there was an increase in production of 30% (USDA, 2021). Oat hull is the main byproduct of the oat processing industry, comprising about 25-30% of the grain weight (Cardoso et al., 2016; Debiagi, Faria-Tischer, & Mali, 2021; Debiagi,

Madeira, Nixdorf, & Mali, 2019; Redaelli & Berardo, 2007). Currently, oat hulls have low added value, with limited application, used as food ingredients for animal feed, but mainly in energy conversion, by combustion (Amoah, Kahar, Ogino, & Kondo, 2019; Cortivo, Hickert, Hector, & Ayub, 2018). However, this residue has a high content of insoluble fiber, approximately 80-90% of its total weight (Redaelli & Berardo, 2007; Schmitz et al., 2021).

Dietary fiber has been gaining market share among consumers in recent years as a physiologically interacting component providing numerous health benefits that go far beyond supporting bowel regularity. The benefits range from digestive health, minimizing the risk of coronary heart disease, diabetes, and weight control, to general wellness (He, Sampers, & Raes, 2021; Mann & Cummings, 2009).

The physicochemical, technological and nutritional properties of fiber-rich materials can be altered with physical and chemical treatments. Hydrothermal treatments combined with chemical treatment with alkaline hydrogen peroxide can promote delignification of the material, as well as decrease the crystallinity of the pulp by breaking the hydrogen bonds that maintain its supramolecular structure, resulting in materials with higher water absorption capacity and better sensory properties (Cardoso et al, 2016; Galdeano & Grossmann 2005; Yoshida & Prudêncio, 2020). Some authors report the improved hydration properties and soluble fiber content of oat hull, coffee hull, and rice hull (Galdeano & Grossmann 2005; Vilela, Leão, Franca, & Oliveira, 2016; Yoshida & Prudêncio, 2020). According to Schmitz et al. (2021), alkaline hydrogen peroxide is an ideal bleaching option for retaining the composition of lignocellulosic materials making them suitable as food ingredients.

Recent studies have been reported the possibility of introducing alternative ingredients in the food industry in the form of flours or as additives. The application of these ingredients involves their performance in techno-functional properties in certain processed foods (Schmitz et al., 2021, Yoshida & Prudêncio, 2020). In this context, the objectives of this study were to evaluate the composition and technological properties of functional ingredients rich in fibers obtained from agroindustrial residues through one-step physical and chemical combined processes. The agroindustrial residues (oat, soybean and coffee hulls) were subjected to an alkaline peroxide (2%, pH 11.5) treatment combined to a hydrothermal treatment in autoclave (1.5 atm, 121°C, 30 min).

2. Materials and methods

2.1 Materials

Oat hull (OH) and soybean hull (SH) were kindly donated by a local oat processing industry (SL Alimentos-Mauá da Serra, Paraná, Brazil) and the coffee hull (CH) was supplied by Institute of Rural Development of Paraná- IDR (Londrina - PR - Brazil). All residues were washed with distilled water, dried in an air-circulating oven (Marconi MA 035, São Paulo, Brazil) for 12 h at 45°C, and then ground and sieved (180 to 300 µm), to ensure homogeneity in terms of particle size.

2.2 Treatment of the residues

The combined chemical and physical treatment in one-step was determined by Debiagi et al. (2019). Each residue (20 g) was dispersed in 200 mL of alkaline peroxide solution (2%, pH 11.5) and subjected to hydrothermal treatment in an autoclave (model CS; Primatec, São Paulo, Brazil) with a pressure of 1.5 atm, at a temperature of 121 °C for 30 min. Then the samples were filtered and the solid fraction of each sample was washed (pH 5.5-6.5), and dried in an oven (Marconi MA 035, São Paulo, Brazil) at 60 °C for 12 to 24 h.

2.3 Chemical composition

The chemical composition (protein, lipid, ash, and moisture contents) was performed according to the official AOAC methodologies - AOAC official analysis methods (2012). Nitrogen content was determined by the Kjeldahl method, and protein content was calculated using a conversion factor of 6.25. Cellulose and hemicellulose were determined by the Van Soest (1965) method, and the lignin content by Technical Association of the Pulp and Paper Industry (TAPPI T222 om-88) method (TAPPI, 1999).

2.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM was performed with the FEI Quanta 200 microscope (Oregon, USA). Dry samples were mounted for viewing on bronze stumps with double-sided tape. The surfaces were then coated with a thin layer of gold (40–50 nm). All samples were examined using an accelerating voltage of 30 kV.

2.5 Color measurements

Color of the residues was determined using a colorimeter (CR400, Konica Minolta, Osaka, Japan). Color parameters ranged from L = 0 (black) to L = 100 (white), -a (green) to + a (redness) and -b (bluish) to + b (yellow). The instrument was calibrated using a set of three Minolta calibration plates. The reported values were averages of four determinations for each sample.

2.6 Water-holding (WHC) and oil-holding capacity (OHC)

WHC and OHC were determined according to Fernández-Lopez, Sendra-Nadal, Navarro, Sayas, Viuda-Martas, and Alvarez (2009), with some modifications. One gram of each sample was added to test tubes and 30 ml of water (WHC) or sunflower oil (OHC) was added. The suspension was homogenized by vortexing for 1 min and then left to rest for 24 h. Subsequently, the suspension was centrifuged (5804 R, Eppendorf, Germany) for 20 min at 3000 x g. The supernatant was discarded, and the residue was weighed. The WHC was expressed as g of water/g of the sample, and the OHC was expressed as g of oil/ g of residue.

2.7 Swelling capacity (SC)

The swelling capacity was performed as described by Mateos-Aparicio, Mateos-Peinado, and Rupérez (2010). The residue was mixed with distilled water and then it was stirred in a shaker (MA 140 CFT, Brazil). Then the samples were left to rest for 20h. The volume (ml) occupied by the sample was measured and divided by the mass (g) of the sample, obtaining the swelling capacity (mL/g).

2.8 Hygroscopicity (HI)

Hygroscopicity of the residues was measured using 1 g of each sample in Petri dishes previously tared. The plates were placed in a desiccator containing a saturated solution of NaCl for 5 days (relative humidity = 76%) (Castro-Muñoz, Barragán-Huerta, & Yáñez-Fernández, 2015). After 5 days, the mass was weighed, and then the percentage of hygroscopicity was calculated by Equation (1).

$$\text{Higroscopicity (\%)} = ((W_{SF} - W_{SI}) / W_{SI}) * 100 \quad (1)$$

Where W_{SI} is the initial sample weight (g) and W_{SF} is the final sample weight (g).

2.9 Emulsifying capacity (EC)

Emulsification capacity was determined according to Seibel and Beléia (2009). Each sample (1.00 g) was weighed and mixed with 10 ml of distilled water and 10 ml of soybean oil. The total measure of the suspension volume was verified and then agitated in turrax (Turratec TE-102 Tecnal, Brazil) for 1 min with moderate speed (16000 rpm). The emulsified suspension was centrifuged (5804 R, Eppendorf, Germany) by 1500 rpm for 5min. The emulsified layer was measured and the emulsifying capacity was quantified by Equation (2).

$$\text{Emulsifying capacity (\%)} = (V_{EL} / V_I) * 100 \quad (2)$$

Where V_{EL} is the emulsified layer of the sample (mL) and V_I is the initial volume of the suspension (mL).

2.10 Foaming capacity (FC)

The foaming ability was determined according to Benitez et al. (2019), with some modifications. Approximately 0.5 g of each sample was mixed in 20 mL of distilled water and the volume was recorded. In turrax (Turratec TE-102 Tecnal, Brazil) the suspension was stirred at 16000 rpm for 2min. Foaming capacity was expressed as (%) of the initial

volume increase.

2.11 Statistical analysis

Analyses of variance (ANOVA) and Tukey's mean comparison test ($p \leq 0.05$) were performed with R software (R Foundation for Statistical Computing, Vienna, Austria).

3. Results and discussion

3.1 Chemical composition

The chemical compositions of raw and treated residues are presented in Table 1. After being subjected to the one-step physical and chemical combined processes, it was observed for three residues a decrease in ashes, proteins, and lipids contents. Nakanishi et al. (2018) report that lignocellulosic residues subjected to chemical and physical treatments can present mass losses related to the waste washing steps.

The ash content was higher in the raw CH (5.77g/100 g), followed by raw OH (4.54 g/100 g), and raw SH (3.80 g/100g), and these values were very close to the ash content values reported by other authors for coffee (Oliveira et al., 2021), oat (Cardoso et al., 2016) and soybean (Kim, Lee & Kim, 2015) hulls. Comparing the residues, SH was the sample with the greatest decrease (48.95%) in ash content after being treated (Table 1).

The highest concentration of proteins found was in raw soy hull with 15.70 g/100g (Table 1). Rojas, Siqueira, Miranda, Tardioli, and Giordano (2014) reported the content of 15.40 g/100g for the same residue, very close to this work; Kim, Lee & Kim (2015) reported higher values of 17.18% for proteins in SH. Raw CH presented a protein content of 8.09 g/100g (Table 1), consistent to the values reported by Oliveira et al. (2021). Raw OH had the lower protein content (2.96 g/100g, Table 1) between the raw residues, Cardoso et al. (2016) reported slightly higher values for raw OH (3.95 g/100 g). After being subjected to the combined treatments, SH and CH presented the higher decreases in protein contents, with losses of 84.1% and 48.8%, respectively (Table 1).

Table 1

Chemical compositions and cellulose, hemicellulose, and lignin contents of raw and treated residues

Component	Raw OH	Treated OH	Raw SH	Treated SH	Raw CH	Treated CH
Moisture (g/100g)	10.38 ± 0.17 ^b	5.02 ± 0.07 ^d	11.23 ± 0.13 ^b	7.29 ± 0.04 ^c	15.09 ± 1.46 ^a	8.15 ± 0.13 ^c
Ash (g/100 g)	4.54 ± 0.07 ^b	2.77 ± 0.01 ^d	3.80 ± 0.08 ^c	1.94 ± 0.01 ^f	5.77 ± 0.02 ^a	2.39 ± 0.05 ^e
Lipid (g/100 g)	4.46 ± 1.06 ^b	3.63 ± 0.56 ^{bc}	7.53 ± 0.48 ^a	1.49 ± 0.02 ^d	2.47 ± 0.27 ^{cd}	1.62 ± 0.30 ^d
Protein (g/100 g)	2.96 ± 0.04 ^d	0.52 ± 0.06 ^e	15.70 ± 0.68 ^a	2.49 ± 0.14 ^d	8.09 ± 0.24 ^b	4.11 ± 0.18 ^c
Carbohydrates (g/100 g)	77.64 ± 0.92 ^c	88.03 ± 0.61 ^a	61.71 ± 1.07 ^d	86.76 ± 0.16 ^a	68.56 ± 1.44 ^e	83.69 ± 0.53 ^b
Total fiber (g/100 g)	82.48 ± 0.66 ^c	88.94 ± 0.16 ^a	63.08 ± 0.65 ^d	86.46 ± 0.54 ^b	50.30 ± 0.42 ^e	86.87 ± 0.10 ^b
Soluble fiber (g/100 g)	1.12 ± 0.08 ^e	2.24 ± 0.15 ^d	7.56 ± 0.14 ^b	3.47 ± 0.07 ^c	9.37 ± 0.03 ^a	2.64 ± 0.22 ^d
Insoluble fiber (g/100 g)	81.36 ± 0.57 ^c	86.70 ± 0.31 ^a	55.51 ± 0.77 ^d	83.10 ± 0.63 ^b	40.92 ± 0.40 ^e	84.45 ± 0.21 ^b
Cellulose (g/100 g)	26.25 ± 1.90 ^e	57.72 ± 0.13 ^b	38.70 ± 0.29 ^d	63.23 ± 1.41 ^a	16.51 ± 2.60 ^f	50.40 ± 1.45 ^c
Hemicellulose (g/100 g)	35.52 ± 0.73 ^a	23.03 ± 1.30 ^b	19.20 ± 0.81 ^{bc}	10.07 ± 2.21 ^d	2.90 ± 1.23 ^e	12.51 ± 2.74 ^{cd}
Lignin (g/100 g)	27.31 ± 1.08 ^a	13.89 ± 0.90 ^b	2.60 ± 0.25 ^c	12.29 ± 0.96 ^b	27.01 ± 0.11 ^a	26.82 ± 0.64 ^a

Data are the means of triplicate determinations ± standard deviation. Different letters in the same line indicate significant differences ($p \leq 0.05$) between means (Tukey test).

The percentage of soluble fiber in the three residues were lower than insoluble fibers (Table 1). The highest contents were obtained for raw CH (9.37 g/100 g) and raw SH (7.56 g/100 g), and these both samples showed a decrease in soluble fiber content after the treatments, resulting in material with 3.47 and 2.64 g/100 g of soluble fibers. Unlike, the raw OH when treated showed an increase in the soluble fiber content from 1.12 g/100 g to 2.24 g/100 g. The residues used in this study are naturally rich in insoluble dietary fiber (cellulose, hemicellulose, and lignin), and the treatment carried out allowed a significant increase in the insoluble and total fiber contents of the three treated residues. CH had the highest increase (76.81%) in total fiber content, with 50.30 g/100 g in raw

CH to 86.87g/100 g in the treated sample. Raw OH showed the highest total fiber content among the untreated samples (82.48 g/100 g), and because this the increase in its total fiber content was the smallest between the treated residues, only 7.83%, resulting in a content of 88.49 g/100 g.

The proportions of cellulose, hemicellulose, and lignin exhibited large variations between residues (Table 1). Between the raw residues, the higher cellulose content was observed for SH (38.79 g/100 g), followed by OH (26.25 g/100 g) and CH (16.71 g/100 g), and these values were consistent with literature data reported by other authors for raw SH (Merci et al., 2015), OH (Cardoso et al., 2016; Schmitz et al., 2021). Oliveira et al. (2021) reported values of 28% of cellulose for raw coffee hull. The percentage of cellulose significantly increased for all treated residues, and CH had the greatest increase comparing the residues, from 16.51 g/100 g to 50.40 g/100 g in the treated sample, corresponding to an increase of 205%. OH had an increase of 120% in its cellulose content and SH of 63%.

Hemicellulose contents of OH and SH significantly decreased from 35.52 and 23.03 g/100 g to 19.20 and 10.07 g/100 g (Table 1), respectively, when these residues were subjected to the combined treatments (Table 1). Raw CH presented a much lower hemicellulose content (2.90 g/100 g) when compared to the other raw residues, and its hemicellulose content increased to 12.51 g/100 g (Table 1). Chemical treatment with alkaline hydrogen peroxide solubilizes hemicellulose (Galdeano & Grossmann, 2005; Yoshida & Prudêncio, 2020). Hemicelluloses are classified as highly branched polymers with negligible crystallinity and a low degree of polymerization that act as ligaments in lignocellulosic materials, thus making their structure easy to disrupt during alkaline peroxide pretreatment (Meng et al., 2019).

The lignin fraction (Table 1) in the three treated residues behaved differently. OH had a 50.5% reduction in its lignin content, while for CH no significant change was observed. SH showed an increase of 21.3% in its lignin fraction after the combined treatments. These differences possible occurred because this component is much more difficult to hydrolyze when compared to hemicellulose. The lignocellulosic complex of each residue has a unique structural and morphological characteristic, and often only a single treatment method is not efficient in the total removal of lignin. Therefore, the use of two or more treatments can help to increase lignin degradation and hemicellulose solubilization (Nanda, Mohammad, Reddy, Kozinski, & Dalai, 2014). According to Debiagi, Faria-Tischer and Mali (2021), many challenges are involved in the use of

lignocellulosic materials, including the variations in cellulose, hemicellulose and lignin contents between the plant species, and other climatic and management conditions, making it difficult to generalize pretreatments and protocols to process different raw materials, explaining the different effects between residues when they were processed the same way.

The combined treatment in a one-step was effective in increasing the fiber content of the samples. According to Abdullah, Nazir, Raza, Wahjoedi, and Yussof (2016) and Ramos (2003), the hydrothermal treatment in an autoclave modifies the three-dimensional structure of the lignocellulosic complex, partially hydrolyzing the hemicellulose and chemically modifying the lignin. Additionally, the use of alkaline peroxide helps in the cleavage process of the ester bonds between lignin and hemicellulose, causing the rupture of the intermolecular hydrogen bonds between cellulose and hemicellulose, releasing the non-cellulosic fractions, resulting in a material rich in cellulose (Ahuja, Kaushik, & Singh 2018; Farhat et al., 2017).

The main effect in the treated residues was the increase of the cellulose content and consequently, the increase of the insoluble fiber content in all samples. Insoluble dietary fiber does not form a gel and has limited fermentation, however, these materials can be characterized by their porosity, low density, and ability to increase fecal volume and evacuation, promoting the mechanical stimulation of peristalsis in the intestine (Bernaud & Rodrigues, 2013; Dayib, Larson, & Slavin, 2020).

In recent years, the food industry has introduced new technologies that add great value to the most diverse products, which in the recent past were not considered. The recovery and reuse of agroindustrial residues have become possible and they can be used as innovative functional ingredients to capitalize on new market trends (Bora, Ragaei, & Abdel-Aal, 2019; Lai, Yeap, Lim, Teh, & Nisar, 2017; Udugama et al., 2020). The chemical characterization of the treated residues obtained in this study showed that these materials have the potential to be introduced to the market as commercial powders rich in dietary fibers, due to the characteristics described by Yangilar (2013): high fiber content (greater than 50 g/100g), low moisture (less than 9 g/100g), low percentage of lipids, and neutral sensory characteristics.

3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

The morphology of the residues surfaces before and after treatment is shown in

Fig. 1. The raw residues presented a compact structure typical of a lignocellulosic material, and an outer layer covering the material surface was also observed. According to Ahmadzadeh, Nasirpour, Harchegani, Hamdami, and Keramat (2018) and Fung, Yuen, and Liong (2010), the outer layer of a lignocellulosic residue is composed of encrusting substances such as hemicellulose, lignin, pectin, and waxes, protecting the cellulose fibers inside, forming a compacted layer.

With the chemical and physical treatment in a one-step, the three residues had the partial removal of hemicellulose, lignin, ashes, proteins and lipids, which resulted in changes in their morphology (Fig. 1), showing the partial disruption of the lignocellulosic complex, with bundles of fibers more exposed and fragmented. The external surfaces became more irregular and porous, indicating the partial removal of the non-cellulosic layer.

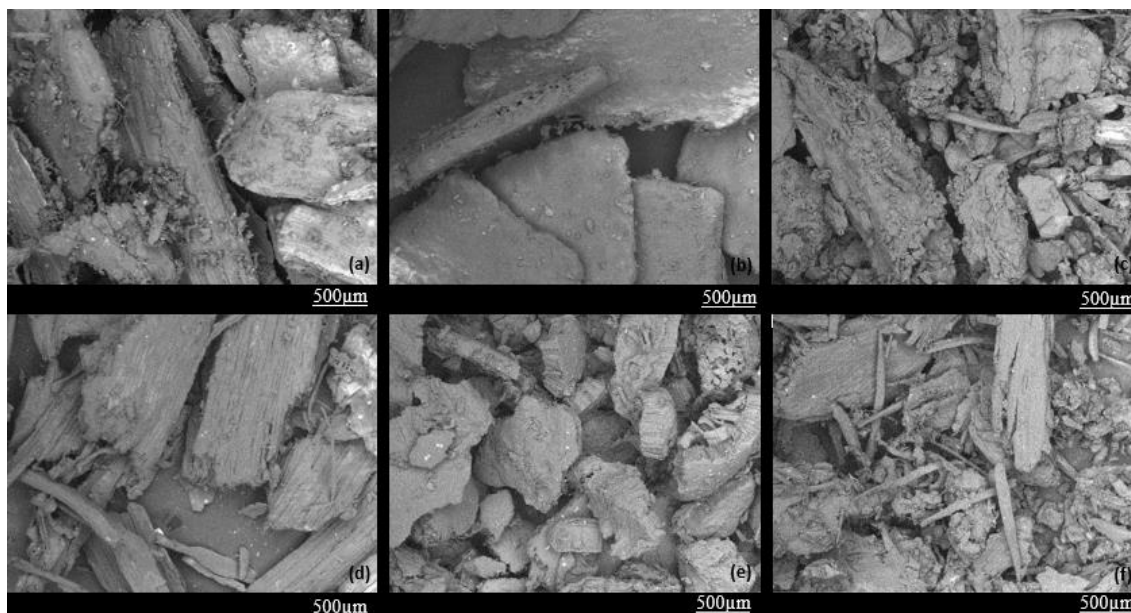


Fig. 1. Micrographs obtained using MEV: raw oat hull (a), raw soy hull (b), raw coffee hull (c), treated oat hull (d), treated soy hull and treated coffee hull.

3.3 Color measurements

The color parameters affected all three residues post-treatment (Table 2). The luminosity parameter (L^*) was higher in the treated SH and treated CH compared to the raw samples, thus suggesting destruction of the chromogenic compounds in these residues. The combined treatments did not affect the luminosity of OH. The increase in luminosity in the treated residues can be an indicative that the enrichment of cellulose in the material occurred, by the action of alkaline peroxide, due to its action as a bleaching

agent (Collazo-Bigliardi, Ortega-Toro, & Boix, 2018). Meng et al. (2019) reported that alkaline peroxide treatment can destroy or modify chromophore structures in the substrate. The alkaline conditions can cause H₂O₂ decomposition, thereby producing pre-hydroxyl radicals, which attack the chromophore and bleach the substrate.

The color parameter a* (redness) significantly decreased from 7.72 and 7.64 to 3.22 and 4.64 (Table 2) in raw CH and raw SH, respectively. . Different from the other two residues, redness increased in raw OH from 4.74 to 7.41 after treatments.

Yellowish (b* parameter) ranged from 19.21 for raw CH to 25.93 for for raw SH (Table 2), with a little variation between the samples.

Table 2

Techno-functional properties of raw and treated residues

Component	Raw OH	Treated OH	Raw SH	Treated SH	Raw CH	Treated CH
L*	75.17 ± 0.44 ^b	71.06 ± 0.33 ^b	69.51 ± 0.50 ^c	81.51 ± 0.35 ^a	51.79 ± 0.98 ^d	66.04 ± 0.31 ^c
a*	4.74 ± 0.12 ^b	7.41 ± 0.15 ^a	7.72 ± 0.10 ^a	3.22 ± 0.06 ^c	7.64 ± 0.29 ^a	4.64 ± 0.08 ^b
b*	20.81 ± 0.29 ^b	24.91 ± 0.15 ^a	25.93 ± 0.20 ^a	21.23 ± 0.50 ^b	19.21 ± 0.29 ^b	20.99 ± 0.23 ^b
WHC (g/g)	3.58 ± 0.35 ^c	5.18 ± 0.20 ^b	4.62 ± 0.15 ^b	5.97 ± 0.39 ^a	4.46 ± 0.52 ^b	6.56 ± 0.29 ^a
OHC (g/g)	3.60 ± 0.17 ^a	3.70 ± 0.07 ^a	3.16 ± 0.08 ^b	3.53 ± 0.11 ^a	3.07 ± 0.12 ^b	3.67 ± 0.06 ^a
SC (mg/mL)	4.12 ± 0.22 ^b	5.58 ± 0.01 ^a	4.52 ± 0.23 ^b	5.71 ± 0.23 ^a	4.26 ± 0.23 ^b	5.58 ± 0.40 ^a
HI (%)	12.16 ± 0.31 ^b	10.86 ± 0.43 ^c	13.65 ± 0.09 ^b	9.52 ± 0.30 ^c	20.54 ± 2.65 ^a	9.77 ± 0.54 ^c
EC (%)	7.50 ± 0.01 ^e	13.33 ± 1.44 ^d	22.00 ± 2.63 ^c	3.11 ± 1.06 ^f	49.20 ± 1.37 ^a	30.83 ± 1.44 ^b
FC (%)	39 ± 1 ^a	4 ± 1 ^e	24 ± 1 ^b	19 ± 1 ^c	14 ± 1 ^d	15 ± 1 ^d

Data are the means of triplicate determinations ± standard deviation. Different letters in the same line indicate significant differences ($p \leq 0.05$) between means (Tukey test). WHC = Water-holding capacity; OHC = Oil-holding capacity; SC = Swelling capacity; HI = Hygroscopicity; EC = Emulsifying capacity; FC = Foaming capacity.

3.4 Water-holding capacity (WHC) and oil-holding capacity (OHC)

WHC and OHC of raw and treated residues are presented in Table 2. For the three residues, WHC of the raw residues was significantly lower (Tukey's test, $p \leq 0.05$) when compared to the treated samples. The highest WHC values were observed for treated CH (6.56 g/g) and treated SH (5.97 g/g). The treatment carried out on the samples using alkaline peroxide possibly promoted the solubilization of lignin and hemicellulose, and resulting in morphological changes observed by SEM, with external surfaces with more irregular and porous surfaces, which possibly contributed to the increase in WHC

allowing the water entrance hydration. Cardoso et al. (2016) reported that oat hulls presented an increased water absorption when treated with alkaline hydrogen peroxide by reactive extrusions and they attributed this effect to the increased exposure of hydroxyls in the cellulose after the hydrolysis of some of the lignin fractions by the chemical treatment. They also stressed that the removal of the outer layer resulted in voids that facilitate the water entry in the interstitial spaces of the cell wall, which were more accessible after chemical treatment.

According to Sette, Makinistian, Maturano and Salvatori (2021), physicochemical and structural characteristics of fiber sources affects their hydration properties, since they are defined as the ability of cell wall material to hold and/or retain water in its matrix. They also reported that the increase in porosity and the surface area can increase water movement and water retention. Meng et al. (2019) also reported that alkaline peroxide treatment can enhance WHC in lignocellulosic materials by partially removing proteins and hemicelluloses, improving the specific surface area of the material and exposing more hydrophilic groups.

All raw and treated residues employed in this study presented higher WHC values when compared to other agroindustrial residues, such as fiber from maize hulls (2.32 g/g) and wheat hulls (2.48 g/g) (Alfredo, Gabriel, Luis, & David, 2009) and spent coffee grounds (2.43 g/g) (Vilela et al., 2016). WHC is an important property in both physiological and technological aspects and ingredients that have high WHC can be used in food formulations or as a substitute ingredient because of their improved sensory characteristics, which texture quality to foods (Meng et al., 2019; Porte, Silva, Almeida, Silva, & Porte, 2011).

OHC of lignocellulosic materials depends on the surface characteristics, total charge density and hydrophobicity of the ingredients particles (Meng et al., 2019). The one-step treatment affected the OHC of treated SH and CH samples, however the increase was lower than the increase observed for WHC (Table 2); OHC of SH increased from 3.16 to 3.56 g/g, and for CH from 3.07 to 3.67 g/g, while for OH the OHC was not affected by the combined treatment. Possible the changes observed in the morphology of fibers surface by SEM, with the exposure of the fiber surface area, as well as capillary attraction, contributed to the increase on the physical entrapment of oil.

The OHC values obtained in this study are high in comparison to that for dietary fiber fractions of chia (2.02 g/g) and barley fiber (2.00 g/g) (Alfredo, Gabriel, Luis, & David, 2009), and orange bagasse treated by a combination of a hydrothermal treatment

in alkaline medium (1.67 g/g) (Mantovan et al., 2021), but lower than OHC of pea fiber (6.93 g/g) (Alfredo, Gabriel, Luis, & David, 2009). Vilela et al. (2016) reported that OHC values of spent coffee grounds bleached with alkaline peroxide 10% increased from 2.64 g/g to 3.10 (g/g), and according these authors, alkaline peroxide in concentrations between 5-25% results in an increase in OHC of lignocellulosic materials, while Moura et al. (2011) using low concentrations of alkaline peroxide (0.3 - 0.9%) on soybeans hulls reported no changes in OHC in the treated samples.

OHC is an important property if avoiding fat loss during food processing is intended. It is also beneficial in terms of flavor retention, and a relevant feature if the fiber is intended to be used as an emulsifier (Vilela et al., 2016). High oil absorption rates determine whether the ingredient can be used especially in meat products or products that require emulsification such as cake batter, mayonnaise or salad dressings, soups and processed cheeses (Silva-Sánchez, González-Castañeda, León-Rodríguez, & Barba de la Rosa, 2004; Porte et al., 2011). Additionally, OHC can be related to some nutritional properties such as the capacity to decrease serum cholesterol levels and remove excess fat from the human body, which is very important for food applications.

3.5 Swelling capacity (SC)

The results for the swelling capacity in this study followed the same trend as the water-holding capacity, all treated residues had significantly (Tukey test, $p \leq 0.05$) higher SC than the raw residues. The swelling occurs by the fixation of water through the fibrous matrix, it is controlled by intermolecular bonds. The modification of this property in the modified materials may be associated with the change in the characteristics of the molecular chain and intermolecular bonds by the treatment with alkaline solutions and high temperature. Therefore, the treatment performed in the present work increased the hydration capacity of the residue, possibly by structural modification of lignin and cellulose crystallinity.

3.6 Hygroscopicity (HI)

Raw CH presented a hygroscopicity of 20.54% (Table 2), and it was the only sample categorized as hygroscopic powder according to GEA Niro Research Laboratory (2010) while raw OH (HI = 12.46%) and raw soy hull (HI = 13.65%) were classified as

slightly hygroscopic. When these residues were treated they resulted in powders with lower hygroscopic properties, with no statistical difference between them. Hygroscopicity is an important property in food processing, being related to the ability of the material to absorb moisture from the atmosphere. A more hygroscopic material can be beneficial for bread and cakes, but detrimental for candies and sugars (Martins, 2001).

3.7 Emulsifying capacity (EC)

EC is an ability to act as an agent that facilitates solubilization or dispersion of two immiscible liquids (Alfredo, Gabriel, Luis, & David, 2009). For the EC, the raw CH had the highest emulsifying potential, with values of 49.20%, followed by the treated CH (30.83%) and the raw SH (22.00%). The results for EC can be justified by the interaction of proteins and soluble fibers that constitute the matrix of each residue. The raw CH had the highest concentration of soluble fibers and the second-highest of proteins (Table 1), and this material when treated showed a decrease in both properties, its soluble fibers percentage decreased by 28% and proteins by 48.1%. Comparatively the raw SH decreased by 84.1% in protein content and 45.9% in soluble fiber.

The application of ingredients with variable functional properties has been important for application in meat products, especially those with good emulsifying capacity, contributing to the formation of emulsion in the final product (Castilho, Fontanari, & Batistuti, 2010). However, ingredients with low emulsifying stability become inappropriate because of the heat treatments performed with these products.

3.8 Foaming capacity (FC)

FC can be related to the content of polysaccharides in a sample, as well as to the protein molecules in the gas-liquid interfacial behavior, as a function of the incorporation of stabilized air bubbles in the samples (Trigui et al., 2018). Treated OH (FC = 39%) and raw SH (FC = 24%) (Table 2) had the best foaming ability. FC of OH significantly decreased from 39 to 4%, and for SH from 34 to 19%, while for CH this property was not affected by the combined treatment. According to Porte et al. (2011) ingredients with higher foam capacity are suitable for use in food systems that require this property such as ice cream, mousses, meringues, and others.

4. Conclusion

The combination of autoclaving (hydrothermal treatment) with alkaline peroxide was efficient in the treatment of oat hulls, soybean hulls and coffee hulls to obtain cellulose-rich materials with potential to be used as food ingredients for several applications, especially as source of insoluble dietary fiber. This high content of insoluble fiber in the materials plays a significant role in health when consumed, acting mainly in regulating intestinal activity.

The functional properties showed promising results and they were affected by the combined physical and chemical treatments, the different treated materials had increased water absorption capacity and swelling, making them residues promising for use as food ingredients to enrich products with fiber and also to help as an additive, generating a modification on physical, chemical, and sensory characteristics of the product. Therefore, the treated residues can be used by the food industry in health and dietary food products, such as fiber-rich powders, nutritional bars, breads, and cookies.

References

- Abdullah, M. A., Nazir, M. S., Raza, M. R., Wahjoedi, B. A., & Yussof, A. W. (2016). Autoclave and ultra-sonication treatments of oil palm empty fruit bunch fibers for cellulose extraction and its polypropylene composite properties. *Journal of Cleaner Production*, *126*, 686–697. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.03.107>
- Ahmadzadeh, S., Nasirpour, A., Harchegani, M. B., Hamdami, N., & Keramat, J. (2018). Effect of electrohydrodynamic technique as a complementary process for cellulose extraction from bagasse: crystalline to amorphous transition. *Carbohydrate Polymers*, *188*, 188–196. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.01.109>
- Ahuja, D., Kaushik, A., & Singh, M. (2018). Simultaneous extraction of lignin and cellulose nanofibrils from waste jute bags using one pot pre-treatment. *International Journal of Biological Macromolecules*, *107*, 1294–1301. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.09.107>

Alfredo, V. O., Gabriel, R.R., Luis, C.G., & David, B.A. (2009). Physicochemical properties of a fibrous fraction from chia (*Salvia hispanica* L.) *LWT - Food Science and Technology*, *42*, 168-173. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2008.05.012>

Amoah, J., Kahar, P., Ogino, C., & Kondo, A. (2019). Bioenergy and biorefinery: feedstock, biotechnological conversion, and products. *Biotechnology Journal*, *14*, 1800494. <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1002/biot.201800494>.

AOAC e Association of Official Analytical Chemists. (2012). Official methods of analysis (19th ed.). Washington, USA: Ass. Off. Analytical. Chem.

Ayala-Zavala, J. F., Rosas-Domínguez, C., Vega-Vega, V., & González-Aguilar, G. A. (2010). Antioxidant enrichment and antimicrobial protection of fresh-cut fruits using their own by-products: Looking for integral exploitation. *Journal Food Science*, *75*, 175–181. <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1111/j.1750-3841.2010.01792.x>.

Ayo, J. A., & Kajo, N. (2016). Effect of soybean hulls supplementation on the quality of acha based biscuits. *American Journal of Food and Nutrition*, *6*, 49-26. <https://doi.org/10.5251/ajfn.2016.6.2.49.56>.

Benitez, V., Rebollo-Hernanz, M., Hernanz, S., Chantres, S., Aguilera, Y., & Martin-CabrejaS, M. A. (2019). Coffee parchment as a new dietary fiber ingredient: Functional and physiological characterization. *Food Research International*, *122*, 105-113. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2019.04.002>

Bernaude, F. S. R., & RodrigueS, T. C. (2013). Fibra alimentar – Ingestão adequada e efeitos sobre a saúde do metabolismo. *Arquivos Brasileiros de Endocrinologia e Metabolismo*, *57*, 397-403. <https://doi.org/10.1590/S0004-27302013000600001>.

Bora, P., Ragaee, S., & Abdel-Aal, E. M. (2019). Effect of incorporation of goji berry by-product on biochemical, physical and sensory properties of selected bakery products. *LWT - Food Science and Technology*, *112*, 108225. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.05.123>

Cardoso, M. A. P., Carvalho, G. M., Yamashita, F., Mali, S., Olivato, J. B., & Grossmann, M.V. E. (2016). Oat fibers modification by reactive extrusion with alkaline hydrogen peroxide. *Polímeros*, 26, 320-326. <https://doi.org/10.1590/0104-1428.2316>.

Castilho, F., Fontanari, G. G., & Batistuti, J. P. (2010). Avaliação de algumas propriedades funcionais das farinhas de tremçoço doce (*Lupinus albus*) e feijão guandu (*Cajanus cajan* (L.) Millsp) e sua utilização na produção de fiambre. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 30, 68-75. <https://doi.org/10.1590/S0101-20612010005000007>

Castro-Muñoz, R., Barragán-Huerta, B. E., & Yáñez-Fernández, J. (2015). Use of gelatin-maltodextrin composite as na encapsulation support for clarified juice from purple cactus pear (*Opuntia stricta*). *LWT – Food Science and Technology*, 62, 242-248. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.09.042>.

Collazo-Bigliardi, S., Ortega-Toro, R., & Boix, A. C. (2018). Isolation and characterisation of microcrystalline cellulose and cellulose nanocrystals from coffee husk and comparative study with rice husk. *Carbohydrate Polymers*, 191, 205-215. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.03.022>.

CONAB (Companhia Nacional de Abastecimento). (2021). Soja. Retrived jun 01, 2021 from <https://www.conab.gov.br/info-agro/analises-do-mercado-agropecuario-e-extrativista/analises-do-mercado/historico-mensal-de-soja/item/15750-soja-analise-mensal-maio-2021>.

Cortivo, P. R. D., Hickert, L. R., Hector, R., & Ayub, M. A. Z. (2018). Fermentation of oat and soybean hull hydrolysates into ethanol and xylitol by recombinant industrial strains of *Saccharomyces cerevisiae* under diverse oxygen environments. *Industrial Crops and Products*, 113, 10–18. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.01.010>.

Dayib, M., Larson, J., & Slavin, J. Dietary fibers reduce obesity-related disorders: mechanisms of action. *Micronutrient Supplementation and Functional Foods*, 23, <https://doi.org/445–450>. 10.1097/MCO.0000000000000696e

Debiagi, F., Faria-Tischer, P. C. S., & Mali, S. A green approach based on reactive extrusion to produce nanofibrillated cellulose from oat hull. *Waste and Biomass Valorization*, 12, 1051–1060. <https://doi.org/10.1007/s12649-020-01025>

Debiagi, F., Madeira, T. B., Nixdorf, S. L., & Mali, S. (2019). Pretreatment efficiency using autoclave high-pressure steam and ultrasonication in sugar production from liquid hydrolysates and access to the residual solid fractions of wheat bran and oat hulls. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 190, 166-181. <https://doi.org/10.1007/s12010-019-03092-0>.

Dutra, E. D., Santos, F. A., Alencar, B. R. A., Reis, A. L. S., de Souza, R. de F. R., Aquino, K. A., Júnior Morais, M. A., & Menezes, R. S. C. (2018). Alkaline hydrogen peroxide pretreatment of lignocellulosic biomass: status and perspectives. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 8, 225-234. <https://doi.org/10.1007/s13399-017-0277-3>

Echeverri, M. C., & Nuti, M. (2017). Valorisation of the residues of coffee agro-industry: perspectives and limitations. *The Open Waste Management Journal*, 10, 13–22. <https://doi.org/10.2174/1876400201710010013>.

Farhat, W., Venditti, R., Quick, A., Taha, M., Mignard, N., Becquart, F., & Ayoub, A. (2017). Hemicellulose extraction and characterization for applications in paper coatings and adhesives. *Industrial Crops and Products*, 107, 370–377. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.05.055>.

Fernández-López, J., Sendra-Nadal, E., Navarro, C., Sayas, E., Viuda-Martas, M., & Alvarez, J. A. P. (2009). Storage stability of a high dietary fibre powder from orange by-products. *International Journal of Food Science and Technology*, 44, 748-756. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2008.01892.x>

Freitas, L. C., Barbosa, J. R., Costa, A. L. C., Bezerra, F. W. F., Pinto, R. H. H., & Carvalho, R. N. (2021). From waste to sustainable industry: How can agro-industrial wastes help in the development of new products?, *Resources, Conservation and Recycling*, 169, 1-14. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2021.105466>

Fung, W. Y., Yuen, K. H., & Liang, M. T. (2010). Characterization of fibrous residues from agrowastes and the production of nanofibers. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 8077e8084. <https://doi.org/10.1021/jf1012506>

Galdeano, M. C., & Grossmann, M. V. E. (2005). Effect of treatment with alkaline hydrogen peroxide associated with extrusion on color and hydration properties of oat hulls. *Brazilian Archives of Biology and Technology*, 48, 63–72. <https://doi.org/10.1590/S1516-89132005000100010>.

He, C., Sampers, I., & Raes, K. (2021). Dietary fiber concentrates recovered from agro-industrial by-products: Functional properties and application as physical carriers for probiotics. *Food Hydrocolloids*, 111, 1-10. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106175>

Hoseini, M., Cocco, S., Casucci, C., Cardelli, V., & Corti, G. (2021). Coffee by-products derived resources. A review. *Biomass and Bioenergy*, 148, 106009. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2021.106009>

Kim, H. W., Lee, Y. J., & Kim, Y. H. B. (2015). Efficacy of pectin and insoluble fiber extracted from soy hulls as a functional non-meat ingredient. *LWT-Food Science and Technology*, 64, 1071–1077. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.07.030>.

Lai, K. C., Yeap, K. H., Lim, S. K., Teh, O. C., & Nisar, H. (2017). **An investigation on food waste recovery: a preliminary step of waste-to-energy (WtE) development.** *Energy Procedia*, 138, 169-174. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2017.10.145>

Larrauri, J. A. (1999). New approaches in the preparation of high dietary fiber powders from fruit by-products. *Trends in Food Science & Technology*, 10, 3-8. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(99\)00016-3](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(99)00016-3)

Laufenberg, G., Kunz, B., & Nystroem, M. (2003). Transformation of vegetable waste into value added products: (a) the upgrading concept; (b) practical implementations. *Bioresource Technology*, 87, 167–198. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(02\)00167-0](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(02)00167-0).

Lopes, F. C., & Ligabue-Braun, R. (2021). Agro-Industrial Residues: Eco-Friendly and Inexpensive Substrates for Microbial Pigments Production. *Front. Sustain. Food Syst.*, 5, 1-16. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2021.589414>

Mann, J. I., & Cummings, J. H. (2009). Possible implications for health of the different definitions of dietary fibre. *Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases*, 19, 226–229. <https://doi.org/10.1016/j.numecd.2009.02.002>.

Mantovan, J., Giraldo, G. A. G., Marim, B. M., Kishima, J. O. F., & Mali, S. (2021). Valorization of orange bagasse through one-step physical and chemical combined processes to obtain a cellulose-rich material. *Journal Science of Food and Agriculture*, 101, 2362-2370. <https://doi.org/10.1002/jsfa.10859>

Martins, M. (2001). Açúcar invertido: propriedades e aplicações. *Food Ingredients Brasil: Guia 2001 de fornecedores*, 2, 97.

Mateos-Aparicio, I., Mateos-Peinado, C., & Rupérez, P. (2010). High hydrostatic pressure improves the functionality of dietary fiber in okara by-product from soybean. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11, 445–450. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2010.02.003>

Matos, A. T. (2008). Tratamento de resíduos na pós-colheita do café (residues disposal in coffee post-processing). In Borém, F. M. (Eds.). *Pós-colheita do Café (coffee post processing)* (pp.161–201). Lavras: UFLA.

Meng, X., Liu, F., Xiao, Y., Cao, J., Wang, M., & Duan, X. (2019). Alterations in physicochemical and functional properties of buckwheat straw insoluble dietary fiber by alkaline hydrogen peroxide treatment. *Food Chemistry*, 3, 100029. <https://doi.org/10.1016/j.fochx.2019.100029>.

Merci, A., Urbano, A., Grossmann, M. V. E., Tischer, C. A., & Mali, S. (2015). Properties of microcrystalline cellulose extracted from soybean hulls by reactive extrusion. *Food Research International*, 73, 38–43. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.03.020>.

Moura, F. A., Pereira, J. M., Silva, D. O., Zavareze, E. R., Moreira, A. S., Helbig, E., & Dias, A. R. G. (2011). Effects of oxidative treatment on the physicochemical, rheological and functional properties of oat β -glucan. *Food Chemistry*, *128*, 982–987. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.003>.

Nakanishi, S. C., Nascimento, V. M., Rabelo, S. C., Sampaio, I. L. M., Junqueira, T. L., & Rocha, G. J. M. (2018). Comparative material balances and preliminary technical analysis of the pilot scale sugarcane bagasse alkaline pretreatment to 2G ethanol production. *Industrial Crops and Products*, *120*, 187-197. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.04.064>.

Nanda, S., Mohammad, J., Reddy, S. N., Kozinski, J. A., & Dalai, A. K. (2014). Pathways of lignocellulosic biomass conversion to renewable fuels. *Biomass Conversion and Biorefinery*, *4*, 157–191. [https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s13399-013-0097-z](https://doi.org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s13399-013-0097-z).

Ning, L., Villota, R., & Artz, W. E. (1991). Modification of Corn Fiber Through Chemical Treatments in Combination with Twin-screw Extrusion. *Cereal Chemistry*, *68*, 632-636. Retrieved from: https://www.researchgate.net/publication/284572046_Modification_of_corn_fiber_through_chemical_treatments_in_combination_with_twin-screw_extrusion.

Oliveira, G., Passos, C.P., Ferreira, P., Coimbra, M.A., & Gonçalves, I. (2021). Coffee By-Products and Their Suitability for Developing Active Food Packaging Materials. *Foods*, *10*, 683. <https://doi.org/10.3390/foods10030683>

Peshev, D., Mitev, D., Peeva, L., & Peev, G. (2018). Valorization of spent coffee grounds – A new approach. *Separation and Purification Technology*, *192*, 271–277. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.10.021>.

Porte, A., Silva, E. F., Almeida, V. D. S., Silva, T. X., & Porte, L. H. M. (2011) Propriedades funcionais tecnológicas das farinhas de sementes de mamão (*Carica*

papaya) e de abóbora (*Cucurbita* sp). *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, 13, 91-96. Retrieved from <http://www.deag.ufcg.edu.br/rbpa/rev131/Art13112.pdf>

Ramos, L. P. (2003). The chemistry involved in the steam treatment of lignocellulosic materials. *Química Nova*, 26, 863–871. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422003000600015>.

Redaelli, R., & Berardo, N. (2007). Prediction of fibre components in oat hulls by near infrared reflectance spectroscopy. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 87, 580–585. <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1002/jsfa.2709>.

Rojas, M. J., Siqueira, P. F., Miranda, L. C., Tardioli, P. W., & Giordano, R. L. C. (2014). Sequential proteolysis and cellulolytic hydrolysis of soybean hulls for oligopeptides and ethanol production. *Industrial Crops and Products*, 61, 202-210. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.07.002>.

Schmitz, E., Karlsson, E. N., & Adlercreutz, P. (2020). Warming weather changes the chemical composition of oat hulls. *Plant Biology*, 22, 1086–1091. <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1111/plb.13171>.

Seeli, D. S., & Prabakaran, M. (2017). Guar gumoleate-graft-poly (methacrylic acid) hydrogel as a colon-specific controlled drug delivery carrier. *Carbohydrate Polymers*, 158, 51–57. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.11.092>.

Seibel, N. F., & Beléia, A. D. P. (2009). The chemical characteristics and technological functionality of soybean based ingredients [*Glycine Max* (L.) Merrill]: Carbohydrates and proteins. *Brazilian Journal of Food Technology*, 12, 113–122. <https://doi.org/10.1007 / 978-1-4020-9942-7>

Silva-Sánchez, C., González-Castañeda, J., León-Rodríguez, A., & Barba de la Rosa, A. P. (2004). Functional and rheological properties of amaranth albumins extracted from two mexican varieties. *Plant Foods for human nutrition*, 59, 169-174. <https://doi.org/10.1007/s11130-004-0021-6>

TAPPI TEST METHOD T222 om-88. Acid-insoluble lignin in wood and pulp. In: Tappi test methods. Atlanta: Tappi Press, 1999.

Trigui, I., Yaich, H., Cheikh-Rouhou, S., Bougatef, A., Blecker, C., Attia, H., & Ayadi, M. A. (2018). Physicochemical properties of water-soluble polysaccharides from black cummin seeds. *International Journal of Biological Macromolecules*, *117*, 937-946. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.05.202>

Udugama, L. A., Petersen, L. A. H., Falco, F. C., Junicke, H., Mitic, A., Alsina, X. F., Mansouri, S. S., & Gernaey, K. V. (2020). Resource recovery from waste streams in a Water-Energy-Food nexus perspective: toward more sustainable food processing, *Food and Bioproducts Processing*, *119*, 133-147. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.10.014>

USDA (United States Department of Agriculture). (2021). Oats. Retrieved jun 01, 2021 from <https://ipad.fas.usda.gov/cropexplorer/cropview/commodityView.aspx?cropid=0452000>

Van Soest, P. J. (1965). Symposium on factors influencing the voluntary intake of herbage by ruminants: Voluntary intake in relation to chemical composition and digestibility. *Journal of Animal Science*, *24*, 834–843, 1965. <https://doi.org/10.2527/jas1965.243834x>.

Vilela, W. F., Leão, D. P., Franca, A. S., & Oliveira, L. S. (2016). Effect of peroxide treatment of functional and technological properties of fiber-rich powders based on spent coffee grounds. *International Journal of Food Engineering*, *2*, 42–47. <https://doi.org/10.18178/ijfe.2.1.42-47>.

Yang, L., Zhao, Y., Huang, J., Zhang, H., Lin, Q., Han, L., Liu, J., Wang, J., & Liu, H. (2019). Insoluble dietary fiber from soy hulls regulates the gut microbiota in vitro and increases the abundance of *bifidobacteriales* and *lactobacillales*. *Journal of Food Science Technology*, *57*, 152–162. <https://doi-org.ez78.periodicos.capes.gov.br/10.1007/s13197-019-04041-9>.

Yoo, J., Alavi, S., Vadlani, P., & Amanor-Boadu, V. (2011). Thermomechanical

extrusion pretreatment for conversion of soybean hulls to fermentable sugars.

Bioresource Technology, 102, 7583–7590.

<https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.04.092>

Yangilar, F. (2013). A aplicação da fibra dietética na indústria alimentar: características estruturais, efeitos na saúde e definição, obtenção e análise da fibra alimentar: uma revisão. *Journal of Food and Nutrition Research*, 1, 13-23. <https://doi.org/10.12691/jfnr-1-3-1>.

Yoshida, B. Y., & Prudencio, S. H. (2020). Alkaline hydrogen peroxide improves physical, chemical, and techno-functional properties of okara. *Food Chemistry*, 323, 1-8. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020>

