

# DETERMINAÇÃO DAS TEMPERATURAS DE TRANSIÇÃO VÍTREA DE ACHOCOLATADOS EM PÓ E SEUS CONSTITUINTES

GISELE T. MAKITA<sup>1</sup>; FERNANDA Z. VISSOTTO<sup>2</sup>; DELIA R.T. BLÁCIDO<sup>3</sup>;  
MARIA I. RODRIGUES<sup>4</sup>; FLORENCIA C. MENEGALLI<sup>4</sup>

Nº 0901026

## Resumo

As temperaturas de transição vítrea ( $T_g$ ) de achocolatados em pó submetidos a 2 tipos de processos de melhoria de solubilidade (lecitinação e aglomeração) e de seus constituintes foram determinadas em diferentes valores de atividade de água utilizando-se um DSC (*Differential Scanning Calorimeter*). Verificou-se que a atividade de água tem uma forte influência na  $T_g$  das amostras, com a diminuição do valor desta com o aumento da atividade de água. Também foi possível observar que a determinação da  $T_g$  de componentes puros é mais simples do que a determinação da  $T_g$  de produtos que contém vários componentes, como os achocolatados.

## Abstract

The glass transition temperatures ( $T_g$ ) of cocoa beverage powders submitted to 2 types of processes to improve the solubility (lecithination and agglomeration) and its constituents were determined in different water activities using a DSC (*Differential Scanning Calorimeter*). It was verified that the water activity has a strong influence on the  $T_g$  of the samples, with reduction in this value with increase in water activity. It was also observed that the determination of the  $T_g$  of pure components is simpler than the determination of the  $T_g$  of products that contain several components, such as cocoa beverage powders.

---

1. BOLSISTA CNPq: Graduação em Engenharia de Alimentos, FEA/UNICAMP, Campinas-SP,

✉ giselemakita@gmail.com

2. ORIENTADORA: Pesquisadora, CEREAL CHOCOTEC/ITAL, Campinas-SP

3. COLABORADORA: Professora, Departamento de Química/USP, Ribeirão Preto-SP

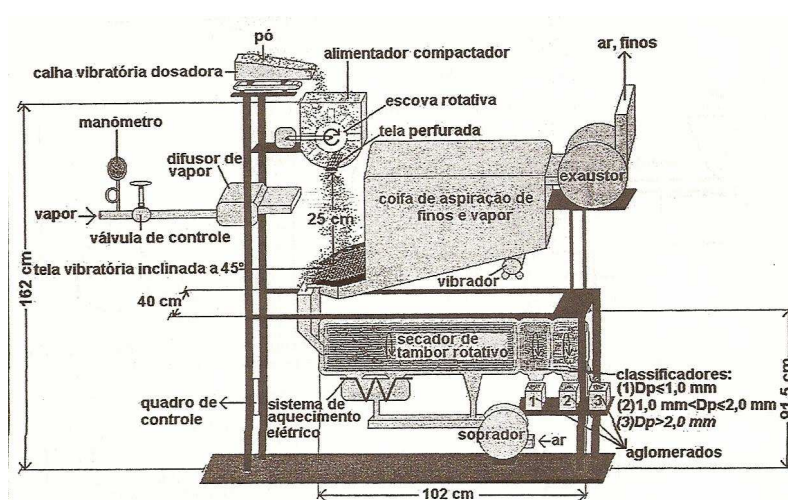
4. COLABORADORA: Professora, FEA/UNICAMP, Campinas-SP

## 1. Introdução

Recentemente, os conceitos de atividade de água tem sido muito relacionados aos conceitos da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ). A  $T_g$  é definida como a temperatura na qual um sistema amorfo passa de um estado vítreo para um estado de borracha. Alterações estruturais como aglomeração, *caking* e cristalização ocorrem em produtos em pó amorfos quando são armazenados em temperaturas acima da  $T_g$ . Produtos alimentícios de baixa umidade e  $T_g$  acima da temperatura de armazenamento podem ser considerados estáveis (KUROZAWA, 2009). Porém, um pequeno aumento na umidade do produto diminui significativamente o valor da  $T_g$  (FITZPATRICK *et al.*, 2007). Portanto, a  $T_g$  serve como um parâmetro de referência para caracterizar as propriedades, qualidade, estabilidade e segurança dos alimentos (KUROZAWA, 2009).

## 2. Material e Métodos

Na formulação dos achocolatados foram utilizados 80% de sacarose de cana moída, 12% de maltodextrina de milho (20 DE), 8% de cacau em pó (alcalino, 11-12% de manteiga de cacau) e 0,3% sobre o peso da formulação de lecitina natural de soja de baixa viscosidade (denominação comercial Lecsam L;  $T = 24\text{ }^{\circ}\text{C}$  / 29 poise). Os componentes foram misturados e lecitinados em equipamento *ribbon blender* a temperatura ambiente, 120 rpm e 20 min, para depois serem aglomerados em aglomerador piloto a vapor (FIGURA 1), utilizando-se pressão de vapor de 1,4 bar, temperatura do secador rotativo de  $95\text{ }^{\circ}\text{C}$ , velocidade e de rotação do secador de 32 rpm e vazão de sólidos na alimentação de 550 g/min.



**FIGURA 1.** Aglomerador piloto ICF Industrie CIBEC s.p.a., Itália.

As análises calorimétricas de varredura foram realizadas no TA-MDSC 2920 (TA Instruments, New Castle, DE, EUA), provido de um sistema de refrigeração (RCS - Refrigerated Cooling System). Para atingir temperaturas abaixo de -70 °C, foi utilizado nitrogênio líquido. Hélio (25 ml/min) foi utilizado como gás de purga.

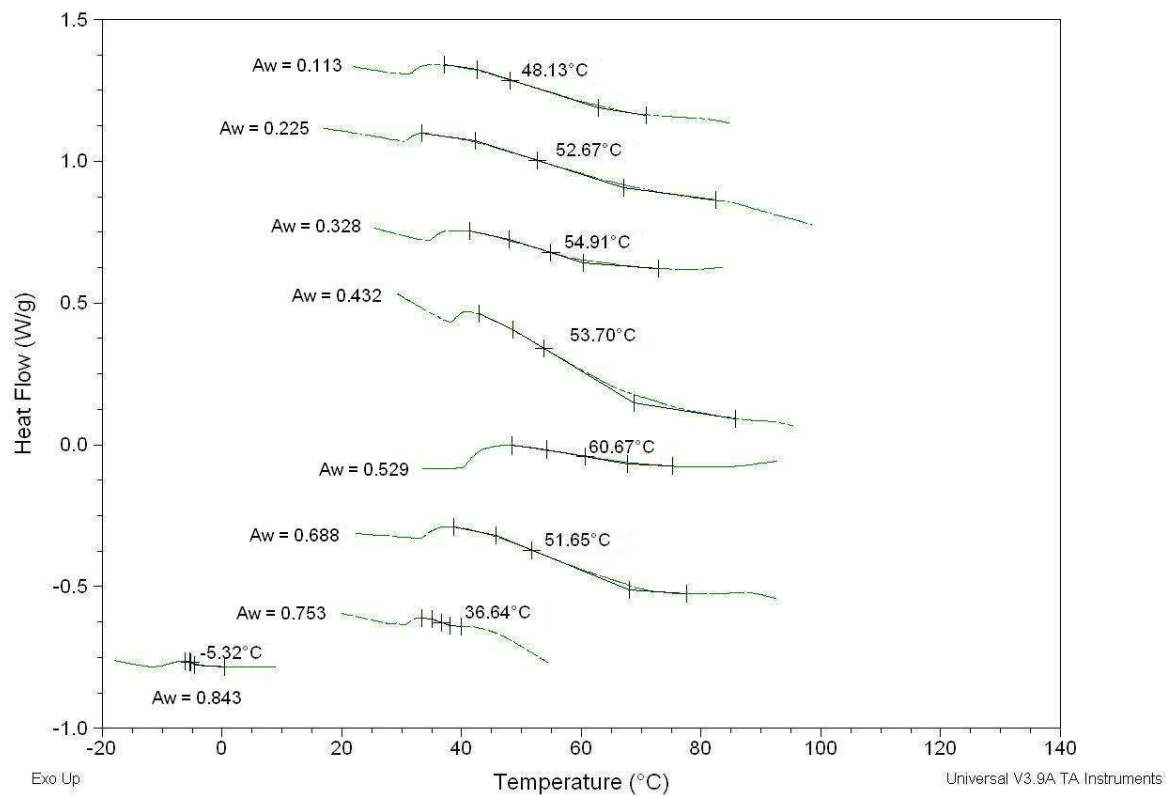
Foi utilizada uma cápsula de alumínio vazia como referência para as análises. Foram pesadas de 5 a 10 mg de amostra em cápsulas herméticas de alumínio (20 µL), em triplicata. As cápsulas foram colocadas durante 7 dias em potes plásticos fechados com tampa, cada um contendo uma solução salina super-saturada com atividade de água ( $A_w$ ) de: 0,113 (LiCl); 0,225 (CH<sub>3</sub>COOK); 0,328 (MgCl<sub>2</sub>); 0,432 (K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>); 0,529 (Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>); 0,688 (KI); 0,753 (NaCl) e 0,843 (KCl).

O método usado na análise da maltodextrina foi feito de acordo com Takeiti (2007) e os métodos usados nas análises do cacau, do açúcar e dos achocolatados foram feitos resfriando as amostras até -70 °C, depois aquecendo-as até 100 °C, no caso do cacau em pó, ou até 120 °C, no caso do açúcar e dos achocolatados, à uma taxa de 10 °C/min. Uma segunda varredura utilizando as mesmas condições foi feita em seguida para cada amostra, pois na primeira varredura aparecem interferências que dificultam a determinação da  $T_g$ . Foram analisados apenas os valores encontrados na segunda varredura utilizando-se o Software TA Universal Analysis 2000, considerando a temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) como o ponto médio de inflexão, a qual é causada pela descontinuidade do calor específico da amostra.

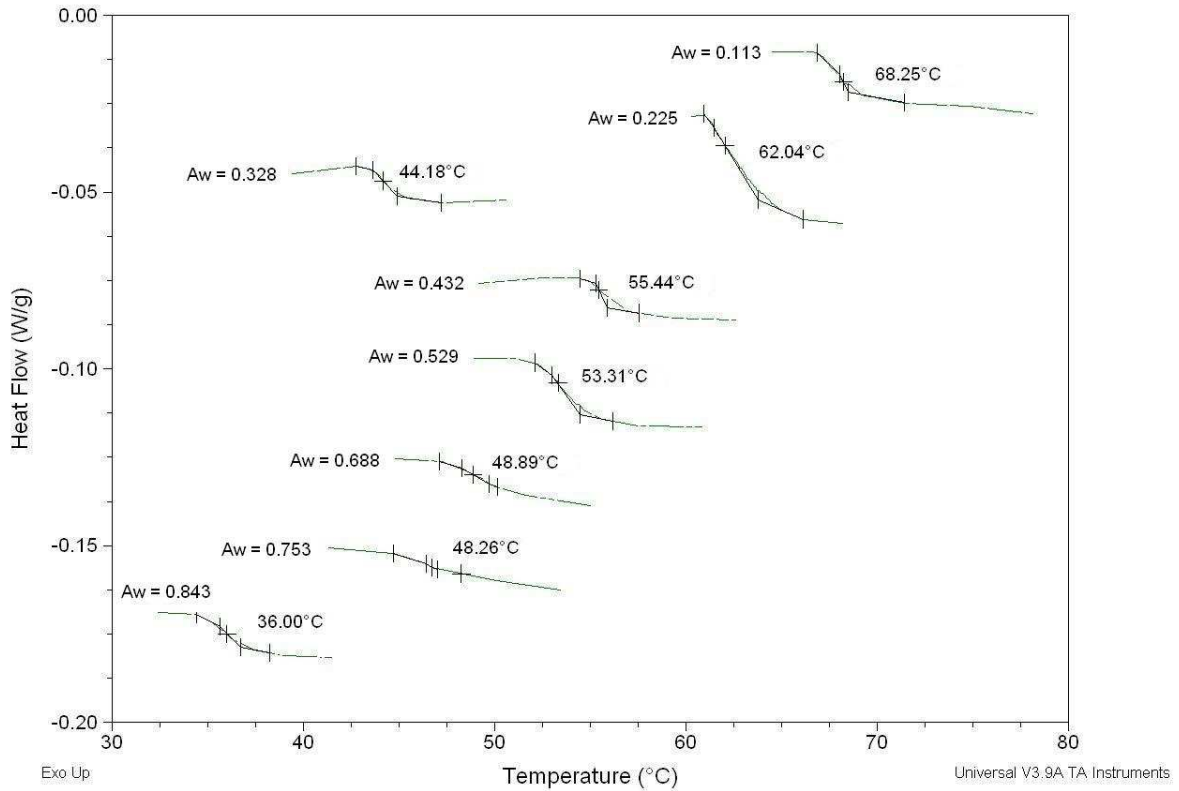
### 3. Resultados e Discussão

Os termogramas da maltodextrina, do cacau em pó, do achocolatado lecitinado e do achocolatado aglomerado, analisados em diferentes atividades de água, são apresentados nas FIGURA 2, 3, 4 e 5, respectivamente.

Os valores de  $T_g$  obtidos para a maltodextrina são próximos aos encontrados por Takeiti (2007) para uma maltodextrina comercial de mesma DE. Observa-se também através da FIGURA 3 que os resultados obtidos para o cacau em pó estão em sua maioria de acordo com a literatura, pois espera-se que quanto maior a atividade de água, menor será a  $T_g$  da amostra (FITZPATRICK *et al.*, 2007). Apenas a  $T_g$  da  $A_w$  de 0,328 foi menor do que o esperado. Isso pode ter ocorrido devido ao ganho de umidade da amostra depois do acondicionamento na solução salina de MgCl<sub>2</sub>.



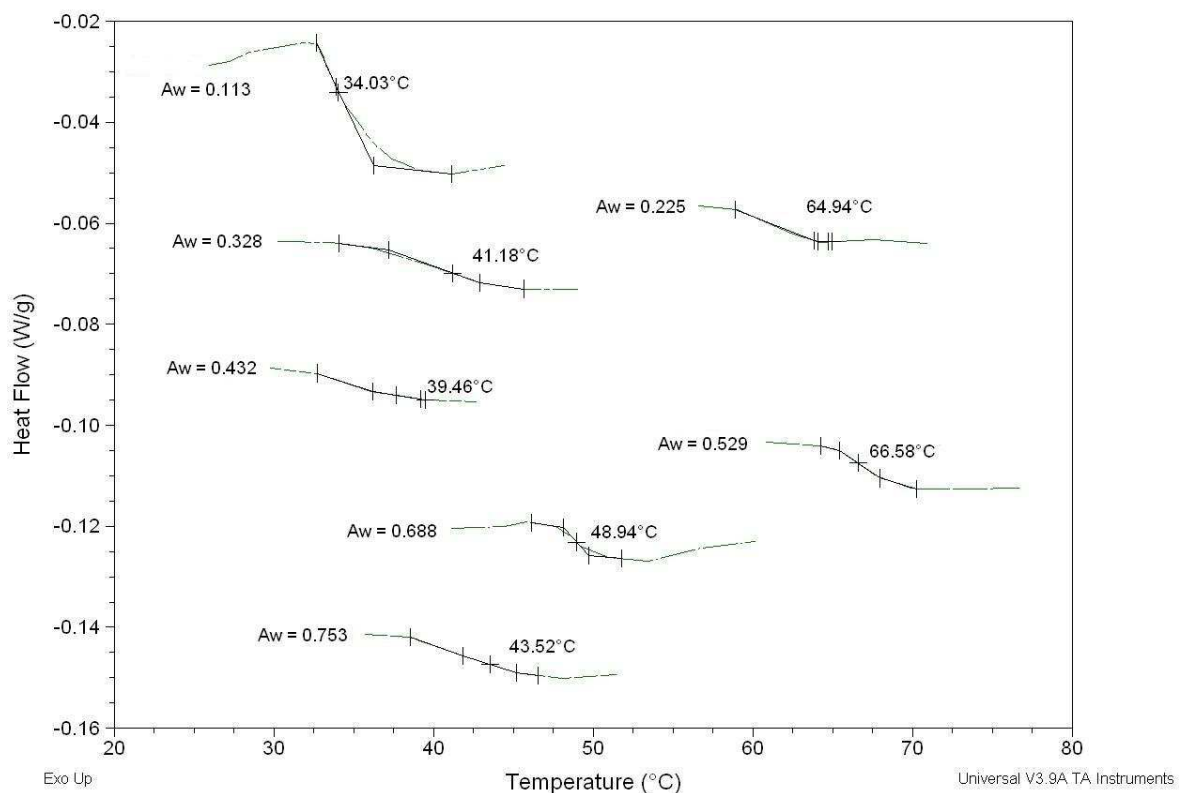
**FIGURA 2.** Termograma da maltodextrina de milho (20 DE), em diferentes valores de atividade de água.



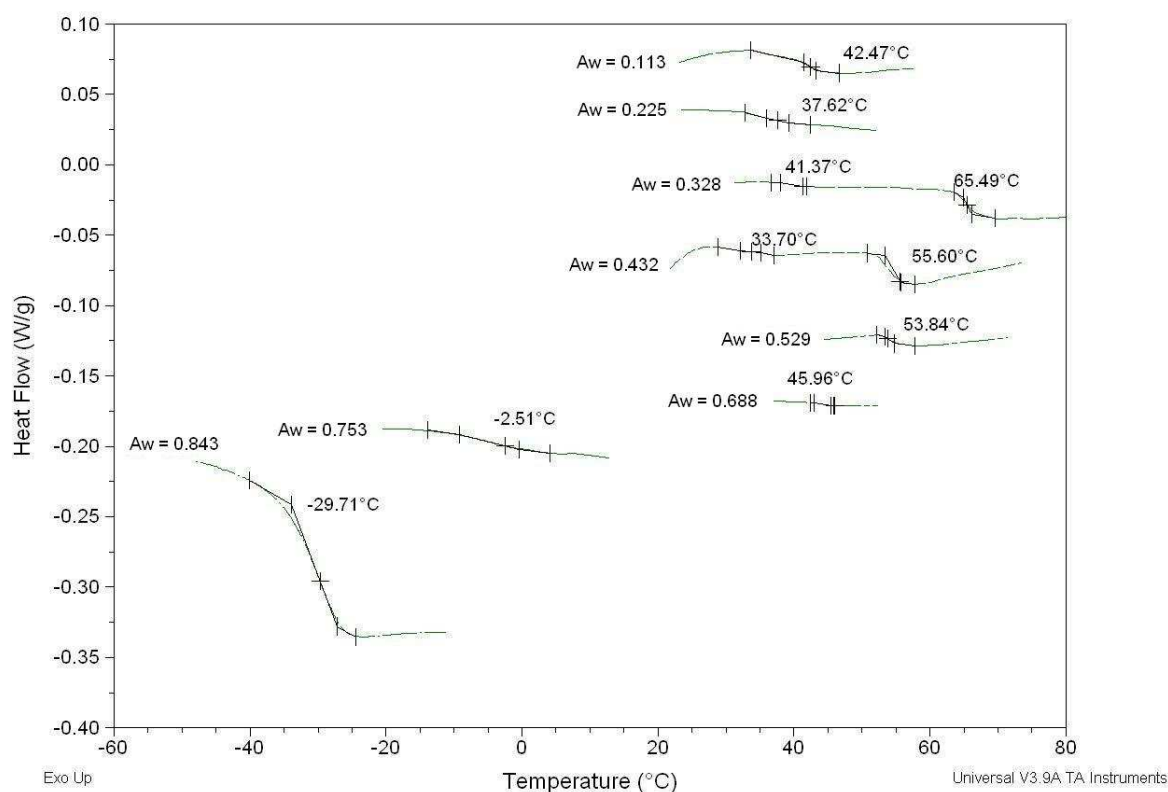
**FIGURA 3.** Termograma do cacau em pó alcalino, em diferentes valores de atividade de água.

Não foi possível construir o termograma para a sacarose moída, pois as curvas obtidas no DSC apresentaram muito ruído e interferências, o que não possibilitou a identificação das  $T_g$ 's para este produto em nenhuma das atividades de água estudadas. É provável que o fato da sacarose cristalizar em altas temperaturas tenha afetado os resultados das análises.

Observa-se através das FIGURAS 4 e 5 que, para alimentos que contém muitos constituintes, como é o caso dos achocolatados, a determinação da  $T_g$  é mais difícil, visto que a composição influencia na temperatura de transição vítrea da amostra. Ainda não se sabe ao certo como as transições vítreas dos componentes individuais dos achocolatados interagem, e como interferem na análise de varredura calorimétrica destes tipos de produtos.



**FIGURA 4.** Termograma do achocolatado em pó lecitinado, em diferentes valores de atividade de água.



**FIGURA 5.** Termograma do achocolatado em pó aglomerado, em diferentes valores de atividade de água.

Nota-se que o valor das temperaturas de transição vítrea do achocolatado lecitinado não diminuem conforme aumenta o valor da atividade de água, como era esperado (FIGURA 4). Isso pode ter ocorrido devido às características do produto ou ao processo de melhoria de solubilidade a qual foi submetido. Além disso, não foi possível obter o valor da  $T_g$  na atividade de água de 0,843 para o achocolatado lecitinado.

Para os achocolatados aglomerados (FIGURA 5), foram obtidos 2 valores de  $T_g$ 's diferentes para as  $A_w$  de 0,328 e 0,432. Considerando-se os maiores valores, observa-se que o valor da  $T_g$  diminui com o aumento da atividade de água. Já para os valores mais baixos de  $A_w$ , de 0,113 e 0,225, as amostras podem ter absorvido umidade durante a execução das análises, visto que as umidades dessas amostras eram muito baixas, comparadas à umidade do ambiente, o que levou à diminuição do valor das  $T_g$ 's.

#### 4. Conclusões

As análises de determinação das temperaturas de transição vítrea da maltodextrina e do cacau em pó foram bem sucedidas, pois foram encontrados resultados semelhantes aos apresentados pela literatura. Porém, não foram obtidos resultados satisfatórios nas determinações das  $T_g$ 's da sacarose moída.

Não foi possível comparar os resultados obtidos para os achocolatados lecitinados e aglomerados nas análises de varredura calorimétrica, pois não existem dados na literatura referentes a essa análise. Portanto, não se pode afirmar se os processos de melhoria de solubilidade (lecitinação e aglomeração) influenciaram na  $T_g$  destes produtos.

Foi possível observar, através das análises de varredura calorimétrica feitas, que a água presente nos alimentos pode alterar significativamente o valor da  $T_g$  dos mesmos, e, portanto, pode alterar também suas características, qualidade, estabilidade e segurança.

#### Referências Bibliográficas

FITZPATRICK, J.J.; HODNETT, M.; TWOMEY, M.; CERQUEIRA, P. S. M.; O'FLYNN, J.; ROOS, Y. H. Glass transition and the flowability and caking of powders containing amorphous lactose. *Powder Technology*, v. 178, p. 119-128, 2007.

KUROZAWA, L.E.; PARK, K.J.; HUBINGER, M.D. Effect of maltodextrin and gum arabic on water sorption and glass transition temperature of spray dried chicken meat hydrolysate protein. *Journal of Food Engineering*, v.91, p.287-296, 2009.

TAKEITI, C.Y. *Estudo da influência da transição vítrea sobre a instantaneização de maltodextrinas por processo de aglomeração úmida*. 2007. 171p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.