

## ESTUDO DO EFEITO DAS CONCENTRAÇÕES DO COLÁGENO HIDROLISADO, LIPÍDIO E SACAROSE NAS PROPRIEDADES FÍSICAS E SENSORIAIS DE COBERTURAS COMESTÍVEIS

FERNANDA S. **ROCHA**<sup>1</sup>; ANA LÚCIA **FADINI**<sup>2</sup>; IZABELA D. **ALVIM**<sup>3</sup>, LIDIANE B.  
**SILVA**<sup>3</sup>; MITIE S. **SADAHIRA**<sup>3</sup>; MARISE B. **QUEIROZ**<sup>3</sup>; ROSA M.V. **ALVES**<sup>4</sup>

Nº 11234

### RESUMO

O objetivo deste trabalho foi desenvolver uma cobertura base aquosa, com as propriedades de barreira e que conferisse brilho à superfície dos produtos de chocolate. Os resultados indicaram que os filmes elaborados com colágeno hidrolisado, sacarose e manteiga de cacau apresentaram-se flexíveis e manuseáveis. A adição da sacarose reduziu a resistência à tração dos filmes e o colágeno hidrolisado, em dosagens acima de 15%, aumentou. A manteiga de cacau levou à obtenção de filmes menos resistentes, reduzindo inclusive o potencial do colágeno. A elongação dos filmes foi maior para aqueles com maior concentração de sacarose. De forma geral, o coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água, que variou de 0,316-0,628 g.mm.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.kPa<sup>-1</sup>, foi diretamente influenciado pela espessura dos filmes, para um mesmo teor de manteiga de cacau, ou seja, quanto maior a espessura, maior a permeabilidade. A opacidade foi intensificada pela incorporação da manteiga de cacau, sendo que a adição de sacarose deixou-os menos opacos, principalmente em concentrações acima de 17,5%. Quanto à morfologia, de forma geral, elevados teores de colágeno hidrolisado resultaram em estruturas mais homogêneas e coesas. A manteiga de cacau parece não ter sido bem homogeneizada à matriz e pode ter prejudicado a distribuição da sacarose na matriz filmogênica. Novos estudos ainda se fazem necessários para melhorar as propriedades dos filmes, tanto no que se refere ao aprimoramento do processo de obtenção destes, quanto à substituição de alguns componentes, para a obtenção de melhores resultados quanto à resistência à tração, coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água e brilho.

---

<sup>1</sup> Bolsista CNPq: Graduação em Eng. de Alimentos, UNICAMP, Campinas-SP, nanda.ilct@gmail.com

<sup>1</sup> Orientadora: Pesquisadora, CEREAL CHOCOTEC/ITAL, Campinas-SP.

<sup>2</sup> Colaborador: Pesquisador, CEREAL CHOCOTEC/ITAL, Campinas-SP.

<sup>3</sup> Colaborador: Pesquisador, CETEA/ITAL, Campinas-SP.

## ABSTRACT

The aim of this study was the production of edible films, water based, with water barrier properties and able to produce shine on chocolate surface. The results showed that the films composed of hydrolyzed collagen, sucrose and cocoa butter were flexible. The addition of sucrose reduced the tensile strength (TS) and the addition of hydrolyzed collagen at concentrations above 15% increased the TS. The cocoa butter resulted in films less resistant and also has reduced the influence of hydrolyzed collagen in this property. The films' elongation (E%) was higher for those with higher concentrations of sucrose. The results obtained for the water permeability ranging from 0,316 to 0,628 g.mm.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.kPa<sup>-1</sup>. For the same concentration of cocoa butter, the results were directly affected by the thickness of the films, ie, the greater the thickness, the higher the permeability to water vapor. The film opacity was increased by the cocoa butter addition and decreased by the sucrose addition, especially at concentrations above 17,5%. Regarding the morphology of the films, in general, high concentrations of hydrolyzed collagen produced films with more homogeneous surfaces. The cocoa butter produced more heterogeneous surfaces and maybe this lipid has hampered the distribution of sucrose in the filmogenic matrix. New studies are needed to further improve the properties of these films, with regard to improving the process of obtaining these, the replacement of some components, to achieve better results for the tensile strength, coefficient of water vapor permeability and shine.

## INTRODUÇÃO

A indústria de alimentos regularmente se depara com desafios relacionados à conservação das propriedades dos produtos processados. Preservar características dos produtos alimentícios é uma área de constante estudo, seja por otimização de condições de processo, uso de conservantes ou desenvolvimento de sistemas de proteção como as embalagens, filmes e coberturas (THAKHIEW et al. 2010).

O desenvolvimento de coberturas base aquosa, com as propriedades de barreira desejáveis e que confirmam brilho à superfície dos produtos de chocolate é importante, tanto do ponto de vista ambiental como também de saúde, pois normalmente os confeitos de chocolate têm um grande apelo entre o público infantil, portanto, o desenvolvimento deste projeto vem fornecer subsídios para que o brilho da superfície de produtos de chocolate possa ser desenvolvido e mantido a partir de

soluções base aquosa, não prejudiciais à saúde e ao meio ambiente, além do que os conhecimentos gerados também serão úteis para outras aplicações, como por exemplo, proteção em bombons recheados.

## MATERIAL E MÉTODOS

**Seleção dos componentes da cobertura:** Foram selecionados: colágeno hidrolisado, sacarose, manteiga de cacau, pectina, lecitina de soja e xarope de glicose 40DE.

**Preparo da solução filmogênica:** Foram produzidos filmes emulsionados e utilizada a técnica de “casting”. Os filmes foram secos e condicionados em dessecadores com UR de 58% e temperatura ambiente / 4 dias.

**Avaliação sensorial da perda de brilho:** A amostra de drageado revestida com a cobertura selecionada foi submetida a avaliação sensorial visual (com 30 pessoas).

**Caracterização dos filmes comestíveis:** Os filmes foram caracterizados quanto às propriedades mecânicas de resistência à tração (RT) e a porcentagem de elongação na ruptura (E), determinadas em texturômetro TA-XT2 (SMS, Surrey, UK), com probe Tensile Grips, de acordo com o método padrão ASTM D 882; coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água (PVA), sendo a taxa de permeabilidade determinada de acordo com a norma ASTM E 96/E96 M-05 – *Standard test methods for water vapor transmission of materials* e opacidade (%), utilizando-se colorímetro Minolta CR 410 e tendo sido feito 10 leituras em 4 amostras de cada teste. e avaliação da morfológica por microscopia ótica feita em microscópio Olympus Mod. BX41 e captações das imagens (aumento 1000x) realizadas com câmera digital Olympus Q-Color3.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização dos filmes comestíveis

A Tabela 1 mostra o experimento gerado pelo delineamento estatístico Composto Central Rotacional de segunda ordem, com base na Metodologia de Superfície de Resposta (MSR).

**Tabela 1.** Condições experimentais e resultados das respostas

Ensaio	Variáveis Codificadas			Variáveis Reais (X)			Respostas (Y)			
	X1	X2	X3	Colágeno (%)	Sacarose (%)	Manteiga de Cacau (%)	PVA*	OP**	RT***	E****
1	-1	-1	-1	10	15	8	1.656,57	24,45	2,47	20,40
2	1	-1	-1	20	15	8	1.101,59	23,45	4,87	11,34
3	-1	1	-1	10	25	8	2.009,49	20,55	1,28	23,64
4	1	1	-1	20	25	8	1.321,37	20,83	1,80	44,14
5	-1	-1	1	10	15	12	1.333,56	27,72	2,49	27,16
6	1	-1	1	20	15	12	1.011,33	26,51	2,17	22,08
7	-1	1	1	10	25	12	1.622,76	21,97	1,12	69,78
8	1	1	1	20	25	12	1.753,80	22,66	1,45	39,82
9	-1,68	0	0	6,6	20	10	1.583,36	22,71	1,30	25,18
10	1,68	0	0	23,4	20	10	1.792,55	21,23	2,61	24,74
11	0	-1,68	0	15	11,6	10	1.474,56	26,56	2,82	17,08
12	0	1,68	0	15	28,4	10	1.966,04	21,11	1,26	62,26
13	0	0	-1,68	15	20	4,64	1.595,03	19,45	1,50	54,96
14	0	0	1,68	15	20	15,36	1.245,00	23,15	1,28	21,88
15	0	0	0	15	20	10	1.359,49	22,57	1,71	38,52
16	0	0	0	15	20	10	1.244,16	22,45	1,65	40,02
17	0	0	0	15	20	10	1.594,03	23,67	1,87	47,44

\*PVA (Permeabilidade ao vapor da água g água.  $\mu\text{m.m}^{-2}.\text{dia}^{-1}.\text{mmHg}^{-1}$ )

\*\* Op (Opacidade %) / \*\*\*RT (Resistência à tração MPa) / \*\*\*\*E (Elongação na ruptura (%))

### Resistência a tração (RT)

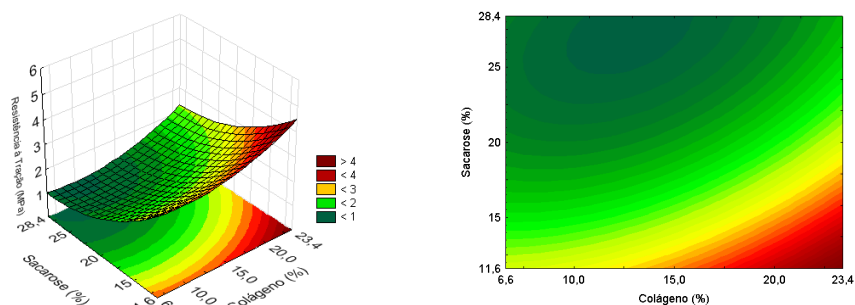
De forma geral a sacarose reduziu a RT, enquanto que o colágeno hidrolisado aumentou. A manteiga de cacau, para a faixa estudada, apresentou pouca influência nesta resposta, com tendência a reduzi-la.

A análise estatística da resposta RT apresentou um modelo de regressão significativo ( $p < 0,05$ ), dentro da faixa estudada. Com exceção do efeito quadrático da variável manteiga de cacau ( $x_3(Q)$ ) e das interações do colágeno e da sacarose ( $x_1 x_2$ ), todos os parâmetros do modelo foram significativos, podendo-se elaborar um modelo com as variáveis codificadas. Portanto, de acordo com a Equação 1, a superfície de resposta quadrática ajustada para a RT é:

$$Y = 1,67 + 0,38x_1 + 0,18x_1^2 - 0,66x_2 + 0,21x_2^2 - 0,26x_3 - 0,36x_1x_3 + 0,27x_2x_3$$

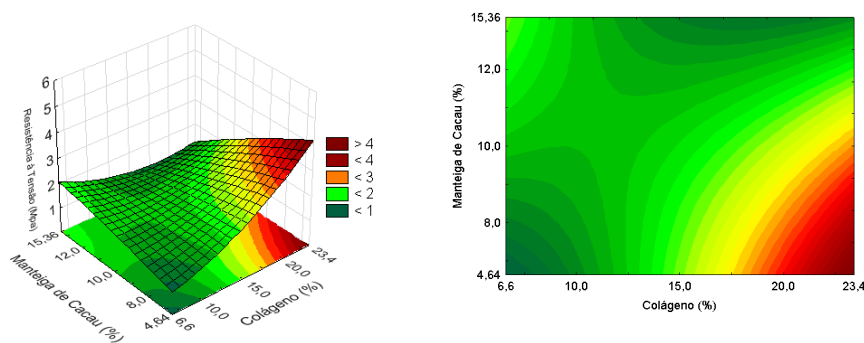
(Equação 1)

De forma geral os resultados para a RT obtidos são bastante inferiores aos relatados na literatura para filmes de gelatina. De acordo com a Figura 1, observa-se que quanto maior a concentração da sacarose (plastificante), menor a RT. O colágeno hidrolisado aumentou a RT, principalmente em dosagens acima de 15%.

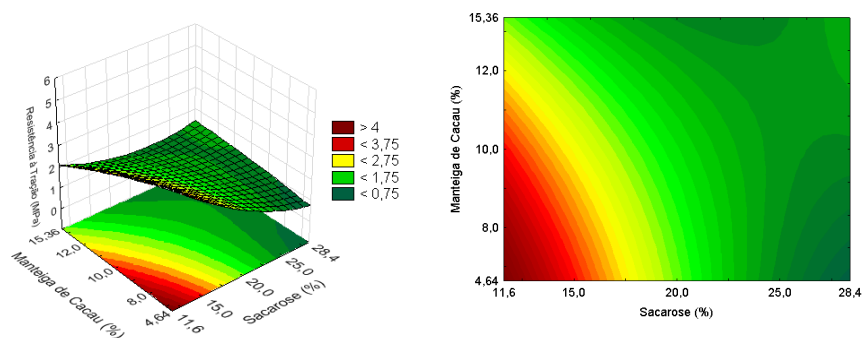


**Figura 1.** Superfície de resposta e curvas de contorno para a RT em função da porcentagem de sacarose e colágeno.

A manteiga de cacau reduziu a RT, interferindo inclusive no potencial do colágeno hidrolisado, principalmente para concentrações de colágeno menores que 15% (Fig. 2). Concentrações de manteiga de cacau abaixo de 11%, e concentrações de sacarose abaixo de 16%, parecem minimizar a queda da RT (Fig. 3).



**Figura 2.** Superfície de resposta e curvas de contorno para a RT em função da porcentagem de manteiga de cacau e colágeno.



**Figura 3.** Superfície de resposta e curvas de contorno para a RT em função da porcentagem de manteiga de cacau e sacarose.

### **Elongação na ruptura (E)**

As maiores porcentagens de E na ruptura foram observadas para os filmes que continham concentrações de sacarose acima de 20%. No entanto, a análise estatística para esta resposta não apresentou um modelo de regressão significativo ( $p < 0,05$ ), dentro da faixa estudada. De qualquer forma, a tendência observada neste estudo é destacada por Rigo (2003), que relatou que o aumento do plastificante leva ao aumento da E. Os Testes 7 e 12, com altos teores de sacarose (plastificante), resultaram nas maiores porcentagens de E e nas menores RT.

### **Coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água (PVA)**

Era esperado que quanto maior o teor de manteiga de cacau, menor fosse o coeficiente de PVA observado. No entanto, observou-se que a interferência da espessura dos filmes, para um mesmo teor de manteiga de cacau, apresentou maior influência nesta propriedade do que a própria composição dos filmes. Os resultados obtidos variaram entre 0,316–0,628 g.mm.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.kPa<sup>-1</sup>. Dados da literatura relatam que filmes de gelatina adicionados de plastificantes hidrofílicos apresentaram coeficientes de PVA entre 0,54–0,95 g.mm.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.kPa<sup>-1</sup> (THOMAZINE et al., 2005); 0,30–0,59 g.mm.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.kPa<sup>-1</sup> (VANIN et al., 2005); 0,17–0,38 g.mm.m<sup>-2</sup>.h<sup>-1</sup>.kPa<sup>-1</sup> e 0,44–1,23 (JONGJAPREONRAK et al., 2006).

### **Opacidade (Op)**

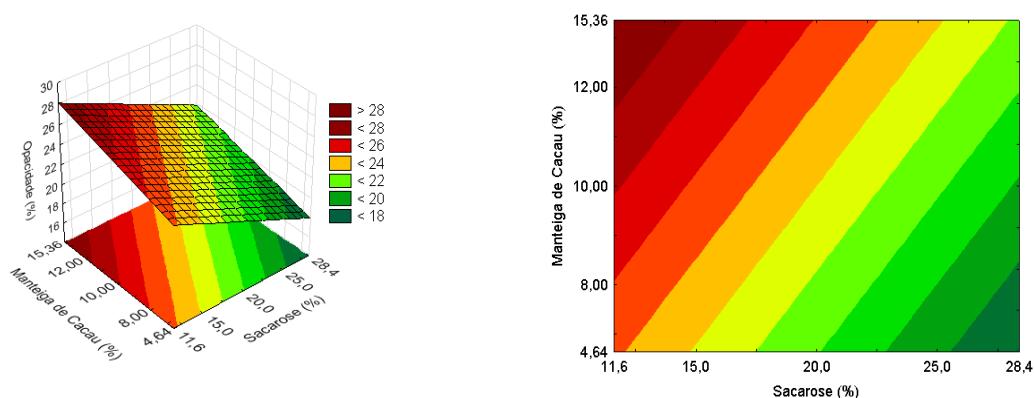
A Op está diretamente relacionada com a aparência e a cor da cobertura. A análise estatística para esta resposta apresentou um modelo de regressão significativo ( $p < 0,05$ ), dentro da faixa estudada.

Os parâmetros do modelo que foram significativos foram o efeito da sacarose linear ( $x_2(L)$ ) e a manteiga de cacau também linear ( $x_3(L)$ ). Foi então elaborado um modelo com as variáveis codificadas, conforme apresentado na Equação 2.

$$Y = 23,00 + (-1,85x_2) + 1,16 x_3 \quad (\text{Equação 2})$$

Os dados da ANOVA para a resposta Op, utilizando-se os coeficientes significativos, resultaram em um R<sup>2</sup> 79,58% e Fcal da regressão maior que o tabelado.

Conforme apresentado na Figura 4, nota-se que quanto maior a concentração de manteiga de cacau, mais opacos os filmes eram, sendo que a adição de sacarose deixou os filmes menos opacos, principalmente em concentrações acima de 17,5%.



**Figura 4.** Superfície de resposta e curvas de contorno para o parâmetro Opacidade em função da porcentagem de manteiga de cacau e sacarose.

### Microscopia ótica

Na análise destes resultados buscou-se correlacionar as propriedades dos filmes com as estruturas morfológicas observadas. De forma geral, os filmes com elevados teores de colágeno hidrolisado apresentaram estruturas mais homogêneas. Também se destacaram por apresentarem menores permeabilidades ao vapor d'água, no entanto esta análise deve ser feita em conjunto com a espessura, que nestes casos também eram mais baixas. O Teste 14 com o maior teor de manteiga de cacau, resultou numa matriz que parecia não estar coesa, com grandes glóbulos de gordura aglomerados em determinadas regiões. Foi um dos 4 testes que apresentaram a menor resistência à tração observada. Sugere-se que para elevados teores de gordura, uma maior concentração de colágeno talvez possa tornar a matriz mais coesa e homogênea. Além disso, também pode ser que os glóbulos de gordura precisassem estar em tamanhos menores para uma melhor dispersão no sistema. Parece que dentre as 3 variáveis, a gordura foi a que apresentou distribuição menos homogênea nas matrizes formadas, sendo justamente o componente que se esperava ter interferência direta no coeficiente de permeabilidade ao vapor d'água dos filmes.

### Avaliação sensorial da perda de brilho

Os consumidores foram unânimes em dizer que o produto aplicado de *shellac* apresentava mais brilho. A cobertura aplicada (Teste 13) continha 70% de umidade, a qual é considerada bastante elevada na tecnologia de drageamento. Portanto, recomenda-se estudar a utilização de menores teores de água.



## CONCLUSÃO

Os filmes estudados apresentaram-se flexíveis e manuseáveis. A adição de sacarose reduziu a RT e o colágeno hidrolisado, em dosagens acima de 15% aumentou. A manteiga de cacau levou a obtenção de filmes menos resistentes, reduzindo inclusive o potencial do colágeno. A E dos filmes foi maior para aqueles com maior concentração de sacarose. De forma geral o coeficiente de PVA teve influência direta da espessura dos filmes, para um mesmo teor de manteiga de cacau, ou seja, quanto maior a espessura, maior o coeficiente de PVA. A Op dos filmes foi intensificada pela incorporação de manteiga de cacau, sendo que a adição de sacarose deixou os filmes menos opacos, principalmente em concentrações acima de 17,5%. Quanto à morfologia dos filmes observou-se, de forma geral, que elevados teores de colágeno hidrolisado resultaram em estruturas mais homogêneas e coesas. A manteiga de cacau parece não ter sido bem homogeneizada à matriz e sugere-se que isto possa ter prejudicado a distribuição da sacarose. Novos estudos ainda se fazem necessários para melhorar as propriedades dos filmes, tanto no que se refere ao aprimoramento do processo de obtenção, quanto à substituição de alguns componentes da matriz.

## AGRADECIMENTOS

Ao CNPQ – PIBIC, pela bolsa concedida.

Ao CEREAL CHOCOTEC – ITAL, pela oportunidade de estágio.

## REFERÊNCIAS

- JONGJAREONRAK, A.; BENJAKUL, S.; VISESSANGUAN, W. & TANAKA, M. Effects of plasticizers on the properties of edible films from skin gelatin of bigeye snapper and brownstripe red snapper. **European Food Research and Technology**, 222, 229-235, 2006.
- RIGO, L. N. **Desenvolvimento e caracterização de filmes comestíveis**. Dissertação de mestrado. Erechim: Engenharia de Alimentos URI, p. 46, 2003.
- THAKHIEW, W.; DEVAHASTIN S.; SOPONRONNARIT S. Effects of drying methods and plasticizer concentration on some physical and mechanical properties of edible chitosan films. **Journal of Food Engineering**. p. 216–224, 2010.
- THOMAZINE, M.; CARVALHO, R. A.; SOBRAL, P. J. A. Physical properties of gelatin films plasticized by blends of glycerol and sorbitol. **Journal of Food Science**, n. 70, p. 172-176, 2005.