

Caracterização Espectral de Chocolates Formulados com Diferentes Concentrações de Cacau por Infravermelho Próximo (NIR) e Análise Multivariada

Marcelo Silva Rocha¹, Jéssica Souza Coqueiro¹, Raphael Patury Lins¹, Mateus Barbosa Silva¹, Leandro Soares Santos¹, Sibelli Passini Barbosa Ferrão¹

¹ Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Itapetinga, Brasil
(marcelosrocha0908@gmail.com)

Resumo: O chocolate é considerado o produto obtido a partir da mistura de derivados de cacau, contendo no mínimo 25% (m/m) de sólidos de cacau. Sua produção ocorre através do processamento da amêndoa de cacau (*Theobroma cacao* L.) com adição de outros ingredientes como açúcar, manteiga de cacau, leite em pó e lecitina. A Espectroscopia de Infravermelho Próximo (NIR) é baseado na interação entre a radiação eletromagnética e as vibrações moleculares de compostos químicos. Assim, o objetivo deste estudo foi utilizar a espectroscopia NIR para avaliar chocolates produzidos com diferentes concentrações de cacau para identificar sua respectiva composição, associada a análise multivariada. Os chocolates foram produzidos com três formulações com teor de cacau de 40%, 60% e 80%. Foi realizada a análise de NIR e os dados obtidos foram por Análise de Componentes Principais (ACP). Os resultados obtidos evidenciaram que os espectros de NIR apresentaram diferenças entre os chocolates, fator que decorre principalmente das variações nas concentrações de lipídeos, carboidratos, proteínas e compostos fenólicos. A ACP foi eficiente, promovendo discriminação das amostras em função do teor de cacau e demonstrando que a análise apresentou excelente capacidade discriminante com base nos dados obtidos, visto que CP1 (91,7%) representou essencialmente o gradiente de composição associado ao aumento do teor de cacau, separando claramente o chocolate 80% dos chocolates 40% e 60%, já o CP2 (8,2%) distinguiu os chocolates 40% e 60%, refletindo diferença composicional entre açúcares, proteínas do leite e lipídios. Os resultados obtidos evidenciaram que a combinação entre NIR e ACP constituiu uma abordagem robusta, clara e eficaz para a caracterização composicional de chocolates, permitindo discriminar produtos de diferentes teores de cacau com alta confiabilidade, sendo uma estratégia utilizada com grande potencial na matriz alimentar avaliada para possíveis aplicações em controle de qualidade, autenticação de formulações e monitoramento de processos fornecendo informações rápidas, não destrutivas e consistentes sobre a composição química.

Palavras-chave: Cacau; Análise de Componentes Principais; Espectroscopia Vibracional.

INTRODUÇÃO

O chocolate é considerado como o produto obtido a partir da mistura de derivados de cacau (*Theobroma Cacao* L.), massa (ou pasta ou liquor) de cacau, cacau em pó e manteiga de cacau, com outros ingredientes, contendo, no mínimo, 25% (m/m) de sólidos totais de cacau (Brasil, 2005).

Obtido por meio da combinação de diversos componentes provenientes do processamento dos grãos de cacau, o chocolate é produzido através do processamento das amêndoas de cacau com adição de outros ingredientes como açúcar, manteiga de cacau, leite em pó, lecitina, conforme cada formulação

específica (Kruszewski & Obiedzinski, 2018).

O mercado do chocolate está em constante projeção econômica devido à sua importância no cotidiano do consumidor, e de acordo com o relatório de mercado global da Market Statistics (2025), o setor global de cacau e chocolate apresentou valor estimado de US\$ 63.593,26 milhões em 2024, com projeção de crescimento para US\$ 92.094,38 milhões até 2033, com base em dados históricos do período de 2020 a 2024.

Esses dados evidenciam a relevância do cacau e do chocolate no cenário produtivo e tecnológico da indústria alimentícia, caracterizado por expansão

continua e por perspectivas de crescimento, para aprimoramento da qualidade e do processamento na obtenção dos chocolates e seus respectivos ingredientes introduzidos.

A tendência do mercado consumidor de chocolates atual consiste na valorização do cacau devido às suas propriedades sensoriais singulares e compostos bioativos. Com isso, valorizam a produção artesanal desse produto, optando por escolha daqueles formulados com menos ingredientes adicionados, além dos derivados do cacau, visando destacar a diversidade de estilos e sabores do chocolate a partir do cacau utilizado (Engeseth & Pangan, 2018).

A técnica da Espectroscopia de Infravermelho Próximo (NIR) é baseado na interação entre a radiação eletromagnética e as vibrações moleculares de compostos químicos. A luz infravermelha incide sobre um composto químico, excita vibrações moleculares em frequências de maneira específicas. Além da sensibilidade para identificar grupos funcionais, as técnicas de espectroscopia no infravermelho são rápidas e se tornaram ferramentas com uma ampla gama de aplicações relacionadas a diversas áreas. O espectro de absorção no infravermelho é gerado pelas transições moleculares entre estados de energia vibracional ou rotacional (Skoog et al., 2001).

Na Espectroscopia de Infravermelho a vibração de grupos funcionais que constituem a estrutura química dá origem a espectros característicos. O Infravermelho Próximo (NIR) possui capacidade de fornecer dados específicos e precisos para obter informações e impressões digitais referentes a matriz alimentar avaliada. O NIR tem sido utilizado para caracterização de chocolates e cacau de maneira rápida e não destrutiva, incluindo avaliações dos parâmetros de qualidade e ainda do para verificação do teor de cacau. As faixas típicas de cacau nos estudos variam de acordo os sólidos de cacau em chocolates, classificando componentes primordiais como, compostos fenólicos, lipídeos e carboidratos (Lins et al., 2025; Onelli et al., 2024; Santos et al., 2021).

A técnica espectroscópica no Infravermelho Próximo (NIR) têm recebido significativa atenção, e quando combinada com a quimiometria, têm sido empregada com sucesso na autenticação de chocolates, permitindo análises qualitativas e quantitativas (Santos et al, 2021; Hu et al., 2016; Batista et al., 2016).

Diante disso, o objetivo deste estudo foi utilizar a espectroscopia NIR para avaliar chocolates, produzidos com diferentes concentrações para

identificar sua respectiva composição, associada a análise multivariada.

MATERIAL E MÉTODOS

Produção dos chocolates

Os chocolates foram produzidos no Centro de Estudos em Leite (CEL) na Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - *Campus* Itapetinga. Foram elaboradas três formulações de chocolates, com teor de cacau equivalente a 40%, 60% e 80%, adicionando seus respectivos ingredientes para obtenção das amostras como apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Formulação dos Chocolates

Formulação	Nibs (%)	Manteiga de Cacau (%)	Leite em pó (%)	Açúcar (%)	Lecitina (%)
40%	30	10	14	45,6	0,4
60%	50	10	-	39,6	0,4
80%	70	10	-	19,6	0,4

Os chocolates foram produzidos a partir de amêndoas de cacau fermentadas da variedade Parazinho (variedade brasileira Forastero amelonado), provenientes da Agrícola Condurú LTDA, Ilhéus, Bahia, Brasil. As amêndoas foram torradas a 100 °C por 1 h em forno rotativo com exaustor (Proservice, Itabuna, Brasil) e, em seguida, quebradas e descascadas em equipamento TransforNibs (Proservice, Itabuna, Brasil), obtendo-se nibs de cacau. A manteiga de cacau utilizada nas formulações foi extraída por prensagem dos nibs obtidos, em prensa de parafuso cilíndrico contínua em aço inox, aquecida a 130 °C (Zerodis, 750 W, São Paulo, Brasil). Após a prensagem, a manteiga bruta foi centrifugada a 4000 rpm por 20 min (High Speed Brushless Centrifuge, MPW-30, Varsóvia, Polônia) e o sobrenadante foi coletado.

O nibs de cacau, o açúcar refinado (União, Araquari, SC, Brasil), leite em pó integral (La Serenissima, Bragança Paulista, SP, Brasil) foram transferidos para um dispositivo multifuncional Melanger (Spectra 11, Coimbatore, Índia), onde foram realizadas as operações de mistura, refino e conchagem, por 24 horas. Após 4 horas de refino, metade da manteiga de cacau foi adicionada às formulações e o restante após 10 horas. A lecitina de soja (TradalBrazil Comp. Imp. E Exp. Ltda, São Paulo, Brasil) foi adicionada aproximadamente 2 horas antes do final da conchagem.

A massa conchada foi levada para o processo de têmpera, em uma mini máquina de têmpera de chocolate (Finamac, São Paulo, Brasil), onde permaneceu em constante agitação até o resfriamento a 29 °C, para finalizar a temperagem do chocolate. Em seguida, a massa foi reaquecida a temperaturas próximas de 31°C a 33°C para que os cristais instáveis formados fossem fundidos, ficando apenas os estáveis. Essa massa obtida da têmpera foi transferida para moldes de policarbonato para moldagem dos chocolates e colocada a uma temperatura de 8°C por 12 h. Após o resfriamento, os chocolates foram embalados em papel laminado (Cromus Embalagens Ind. e Com. Ltda., Mauá, São Paulo) e armazenados até a execução da análise espectroscópica no infravermelho próximo (NIR).

Preparo das Amostras para Espectroscopia

As amostras foram preparadas por meio de ralagem manual, utilizando um ralador de aço inoxidável, com o objetivo de reduzir o tamanho das partículas e promover maior homogeneidade do material (Figura 1).



Figura 1. Etapas realizadas para o preparo das amostras.

Análise Espectroscópica

Espectroscopia de Infravermelho Próximo (NIR)

Os espectros das amostras de chocolate produzidas foram coletados em um espectrômetro NIR (Spectra Star 2500XL, Unity Scientific, Brookfield, CT, EUA) equipado com uma lâmpada de halogênio de tungstênio como fonte de luz e um detector de arseneto de índio e gálio (InGaAs). Os sinais foram gerados no modo de refletância (% R) e transformados em absorvância usando $\log 1/R$. As amostras foram inseridas no porta-amostras e digitalizadas na faixa de 1100 a 2500 nm, em intervalos de 1 nm. Cada ponto representa a média de 64 varreduras, totalizando 1400 pontos. Durante a análise, a temperatura ambiente foi mantida em torno de 18°C. O software Unity InfoStar V3.11.3 foi utilizado para configuração, controle e aquisição de dados do espectrais.

Análise Multivariada

Análise de Componentes Principais (ACP)

Foi utilizada a Análise de Componentes Principais (ACP) como método exploratório para reconhecimento de padrões associados às amostras analisadas. O número de componentes principais (CPs) foi escolhido pela avaliação da variância cumulativa, onde foram considerados os primeiros CP's com autovalor superior a um e acúmulo de uma porcentagem de variância maior que 70%. Para construir os modelos foram utilizadas 12 absorvâncias associadas a comprimentos de onda, a partir dos dados obtidos com o NIR (de Jesus et al., 2025). Essas absorvâncias foram usadas como variáveis de classe para as amostras de chocolates produzidas com diferentes concentrações de cacau (40%, 60% e 80%). A análise foi realizada por meio do software SAS® *OnDemand for Academics* e Origin Pro (versão 6.0).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Característica espectrais obtidas no NIR

Foram observadas 12 bandas de absorvância principais nos espectros obtidos de chocolates com diferentes concentrações de cacau. Os grupos são comumente associados a macromoléculas, o que permite a interpretação da composição do espectro. Pode-se observar que no NIR, com o aumento do teor de sólidos de cacau, os espectros apresentaram um padrão semelhante, sendo a única diferença o aumento da intensidade de absorvância nas regiões de 1209nm, 1727nm, 1761nm, 2310nm e 2347nm (vibrações C-H e CH) cujos grupos funcionais estão associados a lipídios e em 1928nm (vibrações O-H) associadas à água e proteínas. Houve também uma redução na intensidade das bandas localizadas em 1437nm, 1504nm, 1580 nm, 2076nm (vibrações C-H e O-H) relacionadas a carboidratos devido ao aumento de sólidos de cacau e à diminuição de açúcar nas formulações (Santos et al., 2021; Quelal-Vásconez et al., 2019; Filho, 2009).

A Figura 2 representa espectros de refletância no infravermelho próximo (NIR) para chocolates com 40%, 60% e 80% de cacau. As diferenças espectrais observadas decorrem principalmente das variações na composição química da matriz alimentar, especialmente da relação entre lipídios, carboidratos, compostos fenólicos e proteínas. No NIR, as bandas são amplamente utilizadas para caracterização composicional.

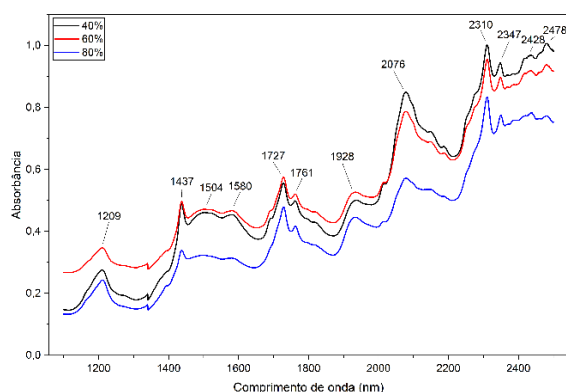


Figura 2. Espectro de chocolates produzido por Espectroscopia no Infravermelho Próximo (NIR).

Pode-se observar que os chocolates apresentaram perfis espectrais semelhantes, porém com diferenças na intensidade de absorção, conforme a influência da concentração de cacau sobre a composição química. O chocolate 40% apresentou, em geral, maior absorvância nas regiões associadas aos grupos dos lipídios e as bandas relacionadas a proteínas do leite e sacarose, enquanto o chocolate 80% apresentou menores intensidades em algumas regiões devido à maior proporção de massa de cacau e menor teor de açúcar, já o chocolate 60% apresentou comportamento intermediário.

O chocolate 40% apresentou uma maior contribuição das bandas relacionadas às proteínas do leite, sacarose e gordura, relacionada com a sua formulação contendo leite em pó e menor proporção de massa de cacau. O chocolate 60% exibiu comportamento intermediário, com intensidades elevadas nas bandas lipídicas devido ao equilíbrio entre sólidos de cacau e açúcar. O chocolate 80% apresentou menor absorvância relativa em diversas regiões, consequência da maior proporção de sólidos de cacau, menor teor de sacarose e ausência de leite, modificando as interações moleculares da matriz alimentar avaliada.

Os espectros NIR evidenciaram que as diferenças entre os chocolates de 40%, 60% e 80% decorrem principalmente das variações nas concentrações de lipídeos, carboidratos, proteínas e compostos fenólicos. As bandas em 1727-1761 nm, 2076 nm e 2310-2478 nm destacam-se como marcadores da composição lipídica, enquanto 1437 nm e 1928 nm estão relacionadas aos grupos hidroxila de açúcares, compostos fenólicos e água ligada. Já as bandas 1504 e 1580 nm apresentam contribuição das proteínas, especialmente nos chocolates ao leite. Esses resultados corroboram que o NIR é uma ferramenta rápida, não destrutiva e altamente eficaz para caracterizar formulações de chocolate, permitindo diferenciar produtos de acordo com o teor de cacau e sua composição química (Santos et al., 2021).

A Análise de Componentes Principais (ACP) demonstrou a capacidade da espectroscopia NIR em diferenciar chocolates com 40%, 60% e 80% de cacau com base nas bandas espectrais entre 1209 e 2478 nm. Os dois primeiros Componentes Principais (CP's) explicaram 99,9% da variabilidade total dos dados, sendo o Componente Principal 1 (CP1) responsável por 91,7% e o Componente Principal 2 (CP2) por 8,2%, indicando que praticamente toda a informação espectral foi observada e correlacionada nas variáveis do NIR (Figura 3).

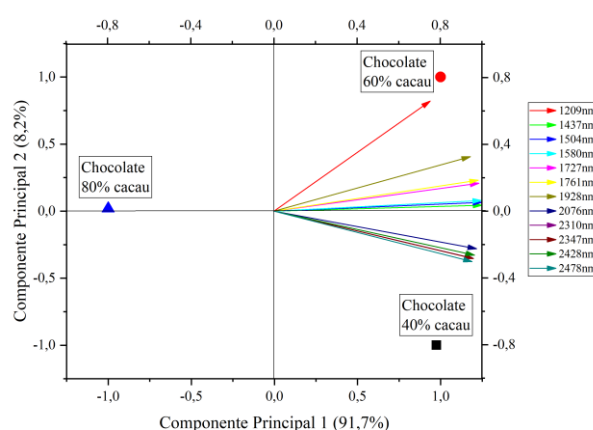


Figura 3. Dispersão dos Componentes Principais dos chocolates produzidos com diferentes teores de cacau.

Os resultados evidenciam que os chocolates com 80% apresentaram uma composição química distinta devido à maior proporção de massa de cacau, maior concentração de lipídios da manteiga de cacau e compostos fenólicos, além do menor teor de açúcar e ausência de leite. Ao contrário, os chocolates 40% e 60% posicionam-se de forma oposta, refletindo uma maior influência da sacarose e, no caso do chocolate 40%, das proteínas e lipídios provenientes do leite em pó.

Embora explique a menor parcela da variabilidade, o CP2 diferenciou os chocolates 40% e 60%. O chocolate 60% possui maior contribuição dos sólidos de cacau em relação ao 40%, mas ainda mantém quantidade significativa de açúcar, produzindo uma assinatura espectral intermediária.

Assim, CP1 foi o componente que melhor explicou a distribuição dos dados, ou seja, o elemento responsável pela separação das amostras considerando o teor de sólidos de cacau e as variáveis utilizadas, considerando os dados obtidos por NIR. Isso demonstra que os componentes químicos que vibram nessas bandas variaram o suficiente para separar as amostras. Já o CP2 foi suficiente para separar as amostras em relação aos sólidos de cacau.

Assim, a ACP demonstrou excelente capacidade discriminante por meio da espectroscopia NIR para



chocolates com diferentes teores de cacau. O CP1 (91,7%) representou essencialmente o gradiente de composição associado ao aumento do teor de cacau, separando claramente o chocolate 80% dos chocolates 40% e 60%. Já o CP2 (8,2%) distingue os chocolates 40% e 60%, refletindo diferença composicional entre açúcares, proteínas do leite e lipídios. As bandas em 1209, 1727, 1761, 2076 e 2310-2478 nm foram as mais importantes para essa discriminação, pois estão relacionadas às vibrações de grupos C-H, O-H e C=O presentes nos triacilgliceróis da manteiga de cacau, nos carboidratos e nas proteínas (Santos et al., 2021).

Esses resultados confirmam que o NIR, aliado à ACP, é uma ferramenta robusta para caracterizar e autenticar formulações de chocolate. Além disso, a elevada variância explicada (99,9%) indica que as diferenças composicionais entre as formulações são relevantes para serem captadas por um número reduzido de componentes principais, reforçando o potencial da técnica para aplicações em controle de qualidade e autenticação de chocolates.

CONCLUSÃO

A Espectroscopia NIR associada à ACP, demonstrou eficiência na caracterização e diferenciação de chocolates com 40%, 60% e 80% de cacau, evidenciando dessa forma que as variações na composição química influenciam diretamente o comportamento espectral das amostras avaliadas.

Os espectros refletiram variações na composição química das formulações, principalmente relacionadas aos lipídios, carboidratos e proteínas, mostrando a sensibilidade da técnica às diferenças no teor de cacau. Com isso a estratégia utilizada apresenta grande potencial na matriz alimentar avaliada para possíveis aplicações em controle de qualidade, autenticação de formulações e monitoramento de processos, fornecendo informações rápidas, não destrutivas e consistentes sobre a composição química.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento Pessoal de Nível Superior (CAPES), à Fundação de Amparo e Pesquisa do Estado da Bahia (FAPESB) e ao Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento (CNPq) pela concessão das bolsas de mestrado e doutorado, bem como ao Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciências de Alimentos (PPGECAL). O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior-Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

REFERÊNCIAS

- BATISTA, N.N., DE ANDRADE, D.P., RAMOS, C.L., DIAS, D.R., SCHWAN, R.F. Antioxidant capacity of cocoa beans and chocolate assessed by FTIR. *Food Research International*, 90, 313-319, 2016.
- BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 264, de 22 de setembro de 2005. Aprova o Regulamento Técnico para chocolate e produtos de cacau. *Diário Oficial da União: seção 1*, Brasília, DF, 23 set. 2005.
- DE JESUS, J.C., ONELLI, R.R.V., FARIA, P.B., MELLI, A.B., SOUZA, M.F.R., LAGE, A.P., DORNELES, E.M.S., FERRÃO, S.P.B. Chemometric screening models to verify the geographical origin of traditional Brazilian cheese. *International Dairy Journal*, 106518, 2025.
- ENGSETH, NJ, & PANGAN, MFA. Contexto atual sobre o sabor do chocolate desenvolvimento - uma revisão. *Opinião atual em ciência dos alimentos*, 21, 84-91. 2018.
- FILHO, P.A.C. Rapid determination of sucrose in chocolate mass using near infrared spectroscopy. *Analytica Chimica Acta*, v. 631, p. 206-211, 2009.
- GLOBAL MARKET STATISTICS. Tamanho do mercado de cacau e chocolate, participação, crescimento e análise da indústria, por tipo, por aplicação e previsão regional para 2033. Relatório GMS14481, base ano 2024, dados históricos 2020-2024. [S.l.], novembro 2025. Disponível em: <https://www.globalmarketstatistics.com/pt/market-reports/cocoa-chocolate-market-14481>. Acesso em: 21 jul. 2026.
- HU, Y.; PAN, Z. J.; LIAO, W.; LI, J.; GRUGET, P.; KITTS, D. D.; LU, X. Determination of antioxidant capacity and phenolic content of chocolate by attenuated total reflectance-Fourier transformed-infrared spectroscopy. *Food Chemistry*, 202, 254-261. 2016.
- KRUSZEWSKI, B.; OBIEDZIŃSKI, M. W. Multivariate analysis of essential elements in raw cocoa and processed chocolate mass materials from three different manufacturers. *Lwt*, v. 98, p. 113-123, 2018.
- LINS, R.P.; JESUS, J.C. de; ONELLI, R.R.V.; BATISTA, A.S.; SANTOS, L.S.; FERRÃO, S.P.B. Bioactive changes in cocoa nibs and chocolate due to fermentation. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, v.60, e03893, 2025.
- QUELAL-V'ASCONEZ, M.A., LERMA-GARCIA, M.J., P'EREZ-ESTEVE, E., ARNAU-BORACHERA, A., BARAT, J. M., & TALENS, P. Fast detection of cocoa shell in cocoa powders by



near infrared spectroscopy and multivariate analysis. Food Control, 99, 68–72. 2019.

SANTOS, I.A., CONCEIÇÃO, D.G., VIANA, M.B., DE JESUS SILVA, G., SANTOS, L.S., FERRÃO, S.P.B. NIR and MIR spectroscopy for quick detection of the adulteration of cocoa content in chocolates. Food Chemistry, 349, 129095. 2021.

ONELLI, Rebeca R. V.; JESUS, Josane C. de; REIS, Lucas C. C.; ALVES, Isabel C. S.; SANTOS, Leandro S.; FERRÃO, Sibelli P. B. Chocolates produced with unroasted and roasted cocoa beans: a comparative study of the preservation of bioactive compounds. Journal of the Brazilian Chemical Society, São Paulo, v. 35, n. 8, p. 1–13, 2024.