



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

**MATURAÇÃO ACELERADA DE CACHAÇA: INFLUÊNCIA NOS
PARÂMETROS QUÍMICOS**

MARIANA MIRANDA ALEXANDRIA MUNIZ E SILVA

JOÃO PESSOA – PB

2025

MARIANA MIRANDA ALEXANDRIA MUNIZ E SILVA

**MATURAÇÃO ACELERADA DE CACHAÇA: INFLUÊNCIA NOS
PARÂMETROS QUÍMICOS**

Trabalho de Conclusão de Curso vinculado ao curso de Engenharia de Alimentos, do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba - UFPB, em cumprimento às exigências para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos.

Orientadora: Prof. Dr^a. Taliana Kênia Alencar Bezerra

JOÃO PESSOA – PB

2025

Catálogo na publicação
Seção de Catalogação e Classificação

S586m Silva, Mariana Miranda Alexandria Muniz e.
Maturação acelerada de cachaça : influência nos
parâmetros químicos / Mariana Miranda Alexandria Muniz
e Silva. - João Pessoa, 2025.
55 f. : il.

Orientação: Taliana Kênia Alencar Bezerra.
TCC (Graduação) - UFPB/CT - DEA.

1. Cachaça. 2. Barril. 3. Chips. 4. Envelhecimento.
5. Maturação. I. Bezerra, Taliana Kênia Alencar. II.
Título.

UFPB/CT/BSCT

CDU 664(043.2)

MARIANA MIRANDA ALEXANDRIA MUNIZ E SILVA

MATURAÇÃO ACELERADA DE CACHAÇA: INFLUÊNCIA NOS PARÂMETROS QUÍMICOS

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal da Paraíba, como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos.

Orientadora: Prof. Dr^a. Taliana Kênia Alencar Bezerra

Aprovado em: 14/02/2025.

Banca examinadora:

Taliana Kênia Alencar Bezerra
Presidente – Prof (a) Orientador (a)

Ana Rita Ribeiro de Araújo Condeiro
Membro 1

Layane Rosa da Silva
Membro 2

RESUMO

O processo de maturação é de grande importância no processamento de cachaças por conta das mudanças sensoriais que provoca devido às interações entre a madeira e o destilado. Tradicionalmente o processo de envelhecimento é realizado em barris de madeira, entretanto o alto custo de aquisição dos barris e o tempo prolongado do processo tem suscitado a utilização de métodos alternativos, como o uso dos “chips”, e tem atraído crescente interesse pelos produtores e da comunidade científica. A partir disso, o presente estudo teve como objetivo avaliar a composição química das cachaças maturadas com “chips” de bálsamo e jequitibá e de cachaças acondicionada em barris. A matriz alcoólica e as cachaças acondicionadas em barris foram obtidas em engenho produtor da Paraíba. Essa cachaça foi submetida a maturação acelerada com “chips” (bálsamo e jequitibá) por 28 dias. As cachaças acondicionadas em barris e as maturadas com “chips” foram submetidas a análises no que se refere aos parâmetros de identidade e qualidade. Todas as amostras foram analisadas quanto ao teor de fenólicos totais, perfil de fenólicos por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), intensidade de cor, cor instrumental e atividade antioxidante pelos métodos FRAP, DPPH e ABTS. Os resultados obtidos foram submetidos a análise estatística através da ANOVA, teste Tukey e análise dos principais componentes (PCA), além da construção de um mapa de calor com os dados do perfil de fenólicos. Os parâmetros de identidade e qualidade mostraram que todas as amostras apresentaram valores dentro dos limites determinado pela legislação brasileira. Além disso, a avaliação do teor de fenólicos totais e intensidade de cor mostrou maiores valores nas amostras de barris, com destaque a madeira de bálsamo. O perfil de fenólicos das cachaças analisadas revelou o impacto dos diferentes tipos de maturação sob a composição química da bebida. O uso de barris conferiu uma diversidade de compostos e uma composição mais complexa com uma variedade de flavonóis. Por outro lado, as amostras submetidas à maturação acelerada com “chips” apresentaram um perfil fenólico caracterizado pela presença de marcadores de envelhecimento em concentrações expressivas e atividade antioxidante significante. Com isso, apesar dos barris conferirem as cachaças um perfil fenólico com maior variedade de compostos, os “chips” demonstraram, mesmo em pouco tempo a capacidade de desenvolver um perfil fenólico moderado. Essas descobertas mostram os impactos que os métodos de maturação exercem, além de evidenciar a eficiência do uso dos ‘chips’ como um método alternativo para maturação de destilados.

Palavras-chaves: Cachaça; Barril; chips; envelhecimento; maturação acelerada.

ABSTRACT

The maturation process is of great importance in the processing of cachaças because of the sensory changes it causes due to the interactions between the wood and the distillate. Traditionally, the ageing process is carried out in wooden barrels. However, the high cost of purchasing barrels and the length of the process has led to the use of alternative methods, such as the use of chips, and has attracted growing interest from producers and the scientific community. The aim of this study was to evaluate the chemical composition of cachaças matured with balsam and jequitibá chips and cachaças stored in barrels. The alcoholic matrix and the barrel-aged cachaças were obtained from a producing mill in Paraíba. This cachaça was subjected to accelerated maturation with chips (balsam and jequitibá) for 28 days. The barrel-aged and chip-aged cachaças were analyzed for identity and quality parameters. All the samples were analyzed for total phenolic content, phenolic profile by high performance liquid chromatography (HPLC), color intensity, instrumental color and antioxidant activity using the FRAP, DPPH and ABTS methods. The results obtained were subjected to statistical analysis using ANOVA, Tukey's test and principal component analysis (PCA), as well as the construction of a heat map with the phenolic profile data. The identity and quality parameters showed that all the samples were within the limits set by Brazilian legislation. In addition, the evaluation of the total phenolic content and color intensity showed higher values in the barrel samples, especially the balsam wood. The phenolic profile of the cachaças analyzed revealed the impact of the different types of maturation on the chemical composition of the drink. The use of barrels conferred a diversity of compounds and a more complex composition with a variety of flavonols. On the other hand, the samples subjected to accelerated maturation with chips had a phenolic profile characterized by the presence of ageing markers in significant concentrations and significant antioxidant activity. Thus, although the barrels gave the cachaças a phenolic profile with a greater variety of compounds, the chips demonstrated, even in a short time, the ability to develop a moderate phenolic profile. These findings show the impact of maturation methods, as well as the efficiency of using chips as an alternative method for maturing distillates.

Keywords: Cachaça; Barrel; chips; ageing; accelerated maturation.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	8
2 OBJETIVOS	10
2.1 OBJETIVO GERAL.....	10
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	10
3 REFERENCIAL TEÓRICO	10
3.1 CACHAÇA.....	11
3.1.1 Legislação	11
3.1.2 Processamento da cachaça	12
3.2 MATURAÇÃO DE DESTILADOS.....	14
3.2.1 Envelhecimento com barris	14
3.2.2 Utilização de fragmentos de madeira em bebidas alcoólicas	15
3.2.3 Química do envelhecimento em bebidas alcoólicas	17
3.3 CONGÊNERES VOLÁTEIS NO ENVELHECIMENTO E QUALIDADE DOS DESTILADOS	20
3.4 MADEIRAS BRASILEIRAS PARA O ENVELHECIMENTO	22
3.4.1 Utilização de madeiras do tipo bálsamo e jequitibá	22
4 MATERIAL E MÉTODOS	24
4.1 COLETA DAS CACHAÇAS MATURADAS EM BARRIS E DA MATRIZ ALCOÓLICA	24
4.2 MATURAÇÃO DA MATRIZ ALCOÓLICA COM ADIÇÃO DOS “CHIPS”	24
4.3 CARACTERIZAÇÃO VOLÁTIL	25
4.3.1 Determinação do teor alcoólico	25
4.3.2 Acidez volátil	25
4.3.3 Congêneres voláteis	26
4.4 CARACTERIZAÇÃO NÃO VOLÁTIL.....	27
4.4.1 Intensidade de cor e cor instrumental	25
4.4.2 Teor de compostos fenólicos totais	27
4.4.3 Atividade antioxidante	27
4.4.3.1 Atividade Sequestradora do Radical 2,2-difenil-1-picrilhidrazila (DPPH [•]).....	27
4.4.3.2 Atividade Sequestradora do Radical 2,2- azino-bis (3-etilbezotiazolina)-6-ácido sulfônico (ABTS ^{•+})	28

4.4.3.3 Poder Antioxidante de Redução do Ferro (FRAP)	26
4.4.4 Perfil de compostos fenólicos	28
4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	28
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	30
5.1 PARÂMETROS DE IDENTIDADE E QUALIDADE	30
5.2 AVALIAÇÃO DO TEOR DE FENÓLICOS TOTAIS, INTENSIDADE DE COR E ANÁLISE DE COR INSTRUMENTAL DAS CACHAÇAS	35
5.3 PERFIL DE FENÓLICOS E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DAS CACHAÇAS MATURADAS COM “CHIPS” E DAS COMERCIAIS	38
5.4 ANÁLISE DOS PRINCIPAIS COMPONENTES APLICADO À CARACTERIZAÇÃO NÃO VOLÁTIL DAS CACHAÇAS.....	46
6 CONCLUSÕES.....	50
REFERÊNCIAS	51

1 INTRODUÇÃO

A cachaça é o terceiro destilado mais consumido no mundo. Em 2023, países como Paraguai, Alemanha e Estados Unidos se destacaram por serem os principais destinos quanto ao volume exportado no cenário mundial (Lima *et al.*, 2022; Brasil, 2024). No entanto, a cachaça é tradicionalmente uma bebida brasileira e é produzida obrigatoriamente em território nacional através da destilação do mosto fermentado de cana-de-açúcar, caracterizada pela graduação alcoólica entre 38 e 48% (Brasil, 2022).

De acordo com o Instituto Brasileiro da Cachaça (IBRAC), os principais Estados produtores de cachaça no Brasil incluem São Paulo, Pernambuco, Ceará, Minas Gerais e Paraíba. No Nordeste do país, a produção de cachaça destaca-se pelo impacto econômico gerado, principalmente na região do Brejo da Paraíba (Oliveira *et al.* 2023).

A produção da cachaça abrange tanto as práticas referentes ao plantio e a colheita da cana-de-açúcar, como também nas etapas primordiais do processamento, ou seja, a fermentação e a destilação (Silva *et al.* 2023). Entretanto, o processo de maturação como envelhecimento, embora não obrigatório, possui grande importância na qualidade da cachaça, uma vez que contribui para o enriquecimento do perfil sensorial do destilado, impactando tanto no processo de inovação do produto como no valor agregado (Silvello e Alcarde, 2020; Castro *et al.*, 2023; Bortoletto e Alcarde, 2013).

O processo de envelhecimento da cachaça é realizado utilizando barris de madeira, onde a cachaça é acondicionada por um período de tempo e o contato do destilado com a madeira provoca alterações químicas e sensoriais na bebida devido à processos de extração, degradação e interações que promovem formação de novos compostos (Bortoletto e Alcarde, 2013; Cernîșev, 2017).

As transformações da lignina são os principais responsáveis pela qualidade dos destilados submetidos ao envelhecimento, visto que originam os marcadores fenólicos. A formação de compostos provenientes da lignina, através de vias como a de guiacil e siringil, são fundamentais na confecção de uma composição química que colabora no desenvolvimento de uma bebida com presença de compostos fenólicos e substâncias que aprimoram o perfil aromático (Cernîșev, 2017; Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Duan *et al.*, 2024).

Entretanto, a utilização de barris apresenta limitações quanto aos custos e tempo do processo. A partir disso, a utilização de fragmentos de madeira, como os “chips” na maturação

de bebidas alcoólicas tem despertado interesse crescente (Coelho *et al.*, 2021; Coldea *et al.*, 2020) e tem sido permitido através da utilização de fragmentos de madeira em cachaças por meio da portaria nº 539 de 2022.

A utilização de “chips” e lascas de madeira tem apresentado resultados promissores. Nie *et al.* (2023) e Alencar *et al.* (2019), observaram que a adição de fragmentos de madeiras em bebidas alcoólicas promoveram mudanças relevantes, como o impacto no desenvolvimento de cor amarelo-dourado, no perfil de fenólicos e voláteis, e no aumento da atividade antioxidante, demonstrando uma alternativa eficiente por conferir as bebidas uma composição química diferenciada que contribui no desenvolvimento do perfil sensorial e bioativo. A presença de fragmentos de madeiras na maturação da bebida contribui para acelerar os processos de extração de compostos fenólicos e voláteis provenientes da madeira (Alencar *et al.*, 2019; Yan *et al.*, 2024).

Madeiras brasileiras, como bálsamo (*Mycrocarpus frondosus*), jequitibá (*Carinana estrellensis*), castanheira (*Bertholletia excelsae*) e amburana (*Amburana cearenses*), têm despertado crescente interesse tanto na pesquisa científica como no setor produtivo, uma vez que a facilidade de obtenção atrelado ao desenvolvimento de produtos com variedades de sabores e aromas tem potencializado a valorização dessas espécies (Bortoletto e Alcarde, 2013; Bortoletto, Silvello e Alcarde, 2021). Embora estudos sobre fragmentos de madeira e utilização de barris com diferentes espécies de madeira na confecção de bebidas envelhecidas são relatados, os efeitos do tipo de maturação realizada e o uso de madeiras brasileiras nas características químicas do destilado precisam ser mais elucidados.

Com isso, o presente estudo teve como objetivos avaliar a utilização dos “chips” de bálsamo (*Mycrocarpus frondosus*) e jequitibá (*Carinana estrellensis*) em maturação acelerada de cachaça. Além disso, comparar os resultados obtidos com cachaças e acondicionadas em barris com madeiras de bálsamo e jequitibá, analisando os efeitos do tipo de maturação no perfil de fenólicos e atividade antioxidante, como no comportamento dos congêneres voláteis e no desenvolvimento de cor.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Avaliar o impacto da maturação acelerada com “chips” de madeira e do uso de barris de bálsamo e jequitibá sobre a composição química de cachaças.

2.2 Objetivos específicos

- Avaliar os parâmetros de identidade e qualidade das cachaças maturadas com “chips” de bálsamo (*Mycrocarpus frondosus*) e jequitibá (*Carinana estrellensis*) e das acondicionadas em barris;
- Avaliar o perfil químico das cachaças maturadas com “chips” e em barris;
- Avaliar a atividade antioxidante e o conteúdo total de fenólicos das cachaças maturadas com “chips” e em barris.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 CACHAÇA

3.1.1 Legislação

De acordo com portaria nº 539 de dezembro de 2022, cachaça é definida como produto obtido através da destilação do mosto fermentado da cana-de-açúcar, apresentando o teor alcoólico entre 38 e 48% em temperatura de 20°C. Ainda, de acordo com essa portaria a cachaça pode ser classificada quanto ao processo de destilação e de maturação.

No que se refere a maturação, cachaça envelhecida é aquela onde no mínimo 50% do seu volume foi submetido ao acondicionamento em barril de madeira com capacidade mínima de 700 litros por pelo menos 1 ano. Além disso, no que diz respeito às informações de rotulagem, essas cachaças podem ser classificadas como envelhecida (50% do volume envelhecida por no mínimo 1 ano), Premium (100 % do volume envelhecida por no mínimo 1 ano) e Extrapremium (envelhecidas por no mínimo 3 anos). Ainda, o uso de fragmentos de madeiras passou a ser permitido e obrigatoriamente declarado no rótulo.

A legislação brasileira determinou também os limites quanto aos ésteres totais, aldeídos totais, soma de furfural e hidroximetilfurfural e a soma dos álcoois isobutílicos, isoamílicos e n- propílico, da mesma forma em relação aos contaminantes como metanol, carbamato de etila, 1-butanol e 2-butanol, acroleína e cobre. Os parâmetros físico-químicos requeridos e os limites permitidos pela legislação são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros de identidade e qualidade da cachaça

PARÂMETROS DE IDENTIDADE E QUALIDADE	VALOR PERMITIDO	
	MÍNIMO	MÁXIMO
Densidade (g/mL)	-	-
Graduação alcoólica % (V/V)	38	48
*Acidez volátil (em ácido acético)	-	150
*Ésteres totais (em acetato de etila)	-	200
*Aldeídos totais (em acetaldeído)	-	30
*Soma de furfural e Hidroximetilfurfural	-	5
*Soma de álcoois isobutílico (2-metilpropanol), isoamílicos (2-metil-1-butanol e 3 metil-1-butanol) e n-propílico (1-propanol)	-	360
Fenólicos totais (ausência ou presença)	-	-
*Álcool metílico (metanol)	-	20
Carbamato de etila (µg/L)	-	210
*Acroleína (2-propenal)	-	5
*Álcool sec-butílico (2-butanol)	-	10
*Álcool n-butílico (1-butanol)	-	3
Cobre (mg/L)	-	5
*mg/100mL de álcool anidro		

Fonte: Brasil (2022).

3.1.2 Processamento da cachaça

O processo de produção de cachaça é baseado em duas etapas principais: fermentação e destilação (Silva *et al.*, 2023). O processamento tem início na plantação da cana-de-açúcar, etapa importante em que fatores como condições de solo, período de safra, genética da planta e condições climáticas impactam na qualidade da matéria-prima e no rendimento do produto final (Souza *et al.*, 2013). Esse cultivar possui uma composição rica em carboidratos, entre eles açúcares fermentáveis como glicose, frutose e sacarose (Silva *et al.*, 2023; Alcarde, 2017).

A colheita da cana-de-açúcar deve ocorrer em no máximo 24 horas e o corte rente ao solo para garantir a qualidade da matéria-prima e evitar problemas quanto à contaminação microbiológica (Alcarde *et al.*, 2017). Procedimentos referentes à higienização, como lavagem e retiradas de sujidades são fundamentais para garantir a integridade do caldo (Souza *et al.*,

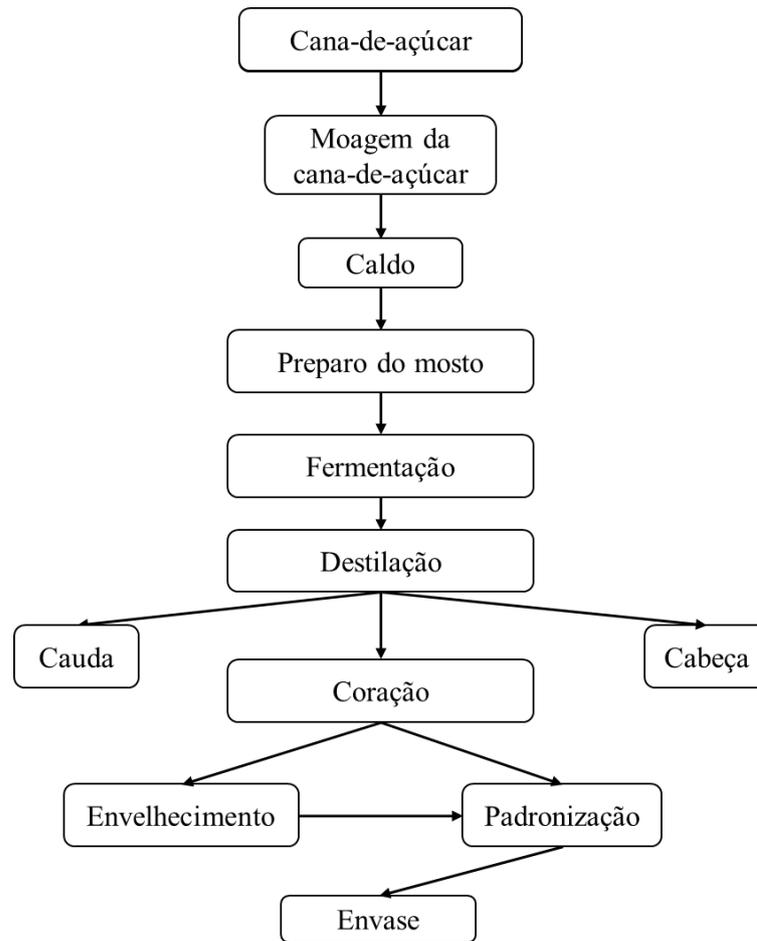
2013). Para obtenção do caldo, a matéria-prima é submetida a etapa de moagem no qual é prensada normalmente em moendas, e o caldo obtido passa por diluição para correção do °Brix para que esteja apto para a etapa de fermentação (Filho, 2016; Alcarde, 2017).

Após isso, ocorre a etapa da fermentação onde ocorre adição do fermento, uma vez que o caldo apresenta uma composição com açúcares que proporciona substrato ideal para que as transformações bioquímicas aconteçam. Leveduras do tipo *Saccharomyces cerevisiae* são amplamente utilizadas em função da eficiência e resistência durante a fermentação. O conjunto de células adicionadas no caldo com finalidade de iniciar a fermentação é chamada de pé de cuba ou fermento, no qual entre os existentes, os mais empregados são os selvagens, prensados, mistos e secos (Silva *et al.*, 2023; Souza *et al.*, 2013; Alcarde *et al.*, 2017).

A etapa de fermentação gera o álcool e CO₂ através da ação das leveduras convertendo os açúcares presentes no mosto nesses produtos principais. Entretanto, nesse processo ocorre a formação de outros produtos, os metabólitos secundários como aldeídos, ésteres, álcoois superiores e outros para que o meio seja completo para sobrevivência das leveduras. O processo de fermentação é responsável por transformar o mosto em vinho, onde fatores como maturidade da cana e °brix do caldo antes de ser adicionado as leveduras são determinantes (Alcarde *et al.*, 2017; Souza *et al.*, 2013).

Após o tempo da fermentação e decantação do fermento no fundo das dornas, o vinho deslevedurado passa para o processo destilação, no qual ocorre a separação dos compostos em função dos pontos de ebulição e solubilidade. Nessa etapa é originado três frações, “cabeça”, “cauda” e “coração”. Essa última porção é a cachaça que passa por padronização para correção do teor alcoólico, podendo ser comercializado ou submetido a processos de maturação como o envelhecimento (Alcarde *et al.*, 2017; Souza *et al.*, 2013).

Figura 1: Fluxograma do processamento da cachaça



Fonte: Adaptado de Alcarde *et al.* (2017) e Souza *et al.* (2013)

3.2 MATURAÇÃO DE DESTILADOS

3.2.1 Envelhecimento com barris

O envelhecimento é uma prática caracterizada pelo acondicionamento de bebidas alcoólicas em recipientes de madeiras por um determinado tempo, onde as interações entre a bebida e a madeira proporcionam um aprimoramento da composição química do produto (Cernîșev, 2017; Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Santiago, Cardoso e Nelson, 2017). As diversas reações e processos de extração e degradação nessa etapa contribuem para a modificação do perfil sensorial e aromático das bebidas que são submetidas a esse processo (Krüger, Alberti e Nogueira, 2022).

A bebida recém-distilada tende a apresentar características sensoriais agressivas e fortemente alcoólica, a partir disso o envelhecimento de bebidas destiladas utilizando barris de

madeira apresenta grande importância por promover mudanças na composição química, atenuando atributos sensoriais agressivos e desenvolvendo um perfil aromático complexo, consequentemente aumentando valor agregado do produto (Souza *et al.*, 2013; Krüger, Alberti e Nogueira, 2022; Bortoletto e Alcarde, 2013; Silva *et al.*, 2023).

A madeira utilizada nos processos de envelhecimento apresenta uma composição composta principalmente por celulose, hemicelulose e lignina. Esses componentes interagem de formas distintas no destilado, contribuindo para formação de características únicas, no qual as interações ocorrem através de reações específicas (Masson, Puech e Moutounet, 1996; Bortoletto, 2016).

Entre esses componentes, a lignina, responsável pelo preenchimento das fibras de celulose e rigidez da madeira, é o composto que exerce maior influência no processo de maturação. A estrutura composta por ramificações dos álcoois p-cumarílico, coniferílico e sinapílico permite a formação de compostos caracterizados como marcadores do envelhecimento, esses são responsáveis pelo desenvolvimento do buquê aromático da bebida e caracterização de destilados envelhecidos (Bortoletto, 2013; Cernîșev, 2017).

Tradicionalmente, o envelhecimento é realizado em barris de madeira, onde o processo de interação do destilado com a madeira é influenciado por fatores como a composição química da madeira, uma vez que as proporções de hemicelulose, celulose e lignina variam de acordo com o gênero e espécie, teor alcoólico, condições ambientais de maturação e tempo (Castro, 2020; Bortoletto *et al.*, 2016). Durante a maturação, o destilado consegue extrair os compostos da madeira. Logo, a composição química da madeira exerce grande influência na qualidade final da bebida (Cernîșev, 2017).

3.2.2 Utilização de fragmentos de madeira em bebidas alcoólicas

O uso de fragmentos de madeira tem sido considerado uma alternativa para processo de maturação de bebidas alcoólicas, uma vez que a utilização desse meio de maturação visa intensificar e acelerar os fenômenos do envelhecimento (Coelho *et al.*, 2021). A partir da aprovação para utilização de gravetos de madeiras como alternativa para o envelhecimento de vinhos pela Organização Internacional da Vinha e do Vinho, diferentes meios para aceleração do processo de envelhecimento passaram a ser aplicados em bebidas alcoólicas (Coldea *et al.*, 2020). No Brasil, a legislação brasileira por meio da portaria nº 539 de dezembro de 2022

passou a permitir a utilização de fragmentos de madeira em cachaças desde que indicado no rótulo do produto.

O alto custo de aquisição dos barris em paralelo com o processo longo de envelhecimento tem feito tanto o setor produtivo como a comunidade científica buscar métodos e técnicas que acelerem esse processo. Com isso, o uso de fragmentos como os “chips” de madeira tem se tornado método alternativo no desenvolvimento de bebidas com alta qualidade e com características sensoriais interessantes em menor tempo (Coelho *et al.*, 2021; Coldea *et al.*, 2020). O uso de fragmentos de madeira tem se tornado uma solução mais acessível para confecção de bebidas com conjunto de aromas que agreguem ao produto (Bortoletto, 2013).

A utilização de lascas de madeiras tostadas proporcionam o aumento no teor de fenólicos e taninos em curto período. Além disso, a aplicação desses fragmentos de madeira proporciona modificações no perfil de voláteis, ocorrendo o aparecimento de substâncias e compostos associados a descritores sensoriais positivos como notas frutadas, melosos e florais em função da espécie de madeira, onde tal comportamento evidencia o potencial das lascas de madeira na confecção de bebidas com alta qualidade (Duan *et al.*, 2024).

O uso dos fragmentos de madeira em bebidas alcoólicas conseguem impactar o produto no aumento da acidez volátil, como também aumentar o conteúdo de compostos fenólicos. Os impactos promovidos pelos fragmentos de madeira são interessantes e relevantes para o desenvolvimento de técnicas que acelere os processos de envelhecimento em bebidas alcoólicas (Yan *et al.*, 2024; Duan *et al.*, 2024). De acordo com Coldea *et al.* (2021), a aplicação de aparas de madeira consegue modificar o perfil fenólico e volátil em curto período, sendo responsável por aumentar tanto a qualidade do produto como conferir características sensoriais mais robustas.

Apesar da utilização dos “chips” e fragmentos de madeira ser em processos de maturação acelerada, o impacto gerado por essa infusão consegue proporcionar mudanças de coloração, onde a cor amadeirada e amarelada característica de bebidas envelhecidas são desenvolvidas em pouco de tempo de interação, ocorrendo aumento de parâmetros de cor instrumental, como o b^* . Além disso, a concentração de fragmentos utilizados na bebida influencia tanto na quantidade e concentração de compostos extraídos como nas características sensoriais e bioativas (Nie *et al.*, 2023).

3.2.3 Química do envelhecimento em bebidas alcoólicas

As transformações das características sensoriais dos destilados são associadas principalmente por conta de mudanças na composição química, visto que tais alterações são causadas pela extração direta, degradação de compostos da madeira, interação entre o destilado e a madeira, evaporação de compostos, além de reações químicas que modificam a bebida (Mosedale e Puech, 1998).

De acordo com Conner, Reid e Jack (2003), as transformações dos destilados submetidos ao processo de envelhecimento se dá pelas vias aditiva e subtrativa. Na via aditiva, a carbonização da madeira em conjunto com a extração dos compostos pelo destilado provoca a formação de novos compostos por meio de reações químicas. Esses compostos são modificados em função da interação da bebida com o destilado, ocorrendo o enriquecimento da composição química. A via subtrativa se dá pelos processos referentes a evaporação e adsorção de compostos pela madeira, como também processo de reações que modificam e enriquecem o perfil sensorial.

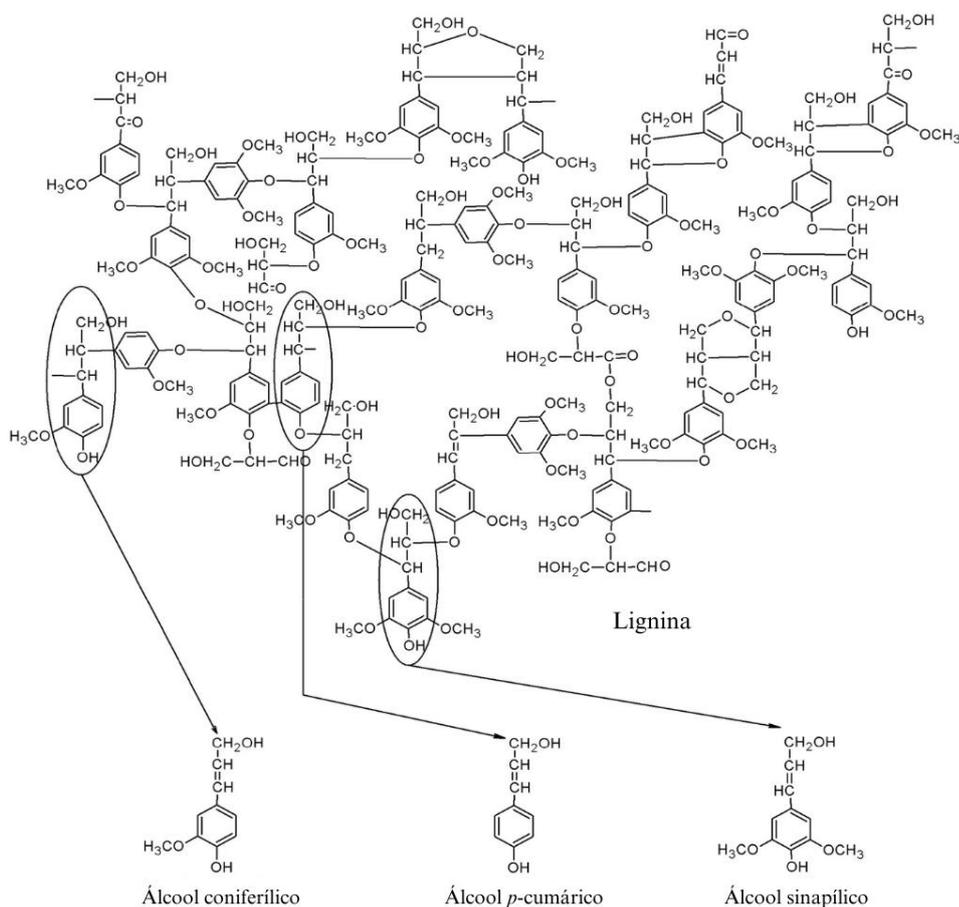
A degradação dos compostos da madeira na presença do álcool, principalmente a lignina, são os principais responsáveis por integrar à bebida compostos de baixo peso molecular, como os compostos fenólicos. Nos alimentos, esses compostos são importantes por conferir e acrescentar características sensoriais associadas a aroma, cor e adstringência, como também são relacionados a propriedades antioxidantes benéficas à saúde (Carvalho *et al.*, 2020; Castro *et al.*, 2020; Silvello *et al.*, 2021; Croft *et al.*, 2018).

Compostos fenólicos, como os taninos, são introduzidos na bebida pela extração da madeira pelo destilado, no qual a oxidação desses compostos são os principais responsáveis pelo desenvolvimento da coloração característica resultante do processo de envelhecimento (Delgado-González *et al.*, 2021; Vivas *et al.*, 2020). Além disso, taninos hidrolisáveis atuam originando substâncias como ácido gálico e elágico (Krüger, 2024).

Parâmetros como idade da madeira, condições de envelhecimento e intensidade de tosta são determinantes na concentração de fenólicos presentes na bebida, como no caso dos elagitaninos. Processos referentes a queima da madeira interferem na degradação desses compostos e conseqüentemente na extração e transferência para bebida (Vivas *et al.*, 2020; Castro *et al.*, 2023; Martínez-Gil *et al.*, 2020).

Durante o processo de maturação com a madeira, a componente lignina é o grande atuante nas bebidas destiladas, visto que a degradação desse constituinte em conjunto com reações de oxidação são responsáveis pela formação dos marcadores do envelhecimento (Bortoletto, 2013; Castro, 2020). Esse componente apresenta uma estrutura com ramificações de álcoois coniferílico e sinapílico (Figura 2). Esses são precursores de compostos como, vanilina, ácido vanílico e ácido siríngico, substâncias caracterizadas como marcadores fenólicos do processo de envelhecimento de bebidas alcoólicas (Cernîşev, 2017).

Figura 2: Ramificações da estrutura química lignina atuantes no envelhecimento

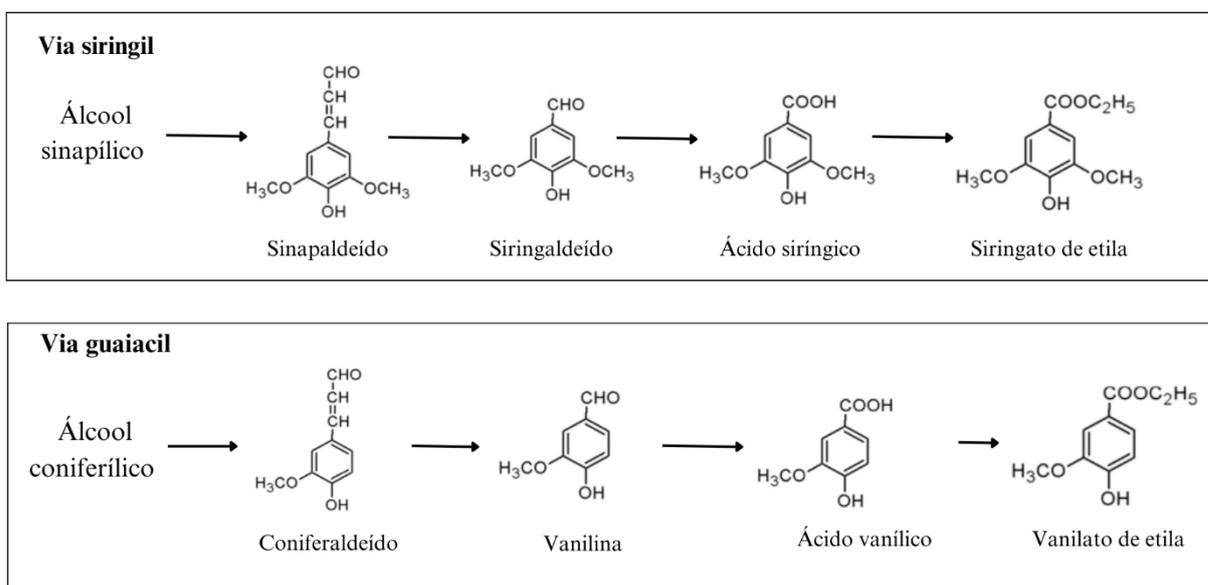


Fonte: Cernîşev, 2017.

A formação desses compostos caracterizados como marcadores do envelhecimento se dá pelas vias guaiacil e siringil através das ramificações dos álcoois coniferílico e sinapílico. A formação do ácido vanílico ocorre pela oxidação da vanilina, onde essa é gerada da

transformação do coniferaldeído que provém do álcool coniferílico (Figura 3). O álcool sinapílico é responsável por gerar o sinapaldeído, esse sofre transformações produzindo o siringaldeído que é submetido a reações de oxidação formando o ácido siríngico (Cernîșev, 2017). Além disso, a presença de aldeídos benzoicos, como siringaldeído e vanilina são importantes na construção do perfil sensorial robusto, no qual são associados a descritores sensoriais como baunilha, fumaças, especiarias, entre outros (Conner, Reid e Jack, 2003).

Figura 3: Vias de formação de compostos a partir de ramificações da lignina



Fonte: Adaptado de Cernîșev, 2017.

Os ácidos gerados e extraídos durante o contato da bebida com a madeira são submetidos a reações com álcoois, formando ésteres. A formação desses novos compostos são responsáveis pelo enriquecimento sensorial e químico, uma vez que as substâncias geradas, como vanilato de etila e siringato de etila, são associadas a descritores sensoriais positivos como especiarias, canela, floral, entre outros (Cernîșev, 2017; Chatonnet e Dubourdiou, 1998).

Em bebidas alcoólicas, como o vinho, o envelhecimento provoca o aparecimento principalmente de compostos como vanilina, ácido *p*-hidroxibenzóico, epicatequina, ácido *p*-cumárico e ferúlico (Krüger, Alberti e Nogueira, 2022). A presença de ácido ferúlico em destilados e bebidas envelhecidas, por exemplo, se dá pela reação química com compostos provenientes da via guaiacil, principalmente a oxidação do coniferaldeído. Ainda, o

aparecimento do ácido protocatéuico na composição dos produtos envelhecidos é associado ao ácido vanílico e p-hidroxibenzoico por meio de processos de desmetilação e oxidação (Cernîsev, 2017).

3.3 CONGÊNERES VOLÁTEIS NO ENVELHECIMENTO E QUALIDADE DOS DESTILADOS

Durante a fermentação do mosto fermentado ocorre a formação dos congêneres voláteis, esses apresentam um papel importante para caracterização da bebida. A legislação brasileira exige limites desses compostos como padrão de identidade e qualidade de aguardentes e cachaças (Bortoletto, 2013). Parâmetros como aldeídos, ésteres, furfural e 5-hidroxiacetilfurfural, acidez volátil apresentam limites de concentração, da mesma forma que os contaminantes como metanol, 1-butanol, 2-butanol, 1-propanol (acroleína), carbamato de etila e cobre (Brasil, 2022). O objetivo de determinar limites de compostos pela legislação é garantir a saúde dos consumidores, padronizando a qualidade e caracterizando bebidas destiladas (Bortoletto e Alcarde, 2015).

O processo fermentativo permite a formação de compostos secundários, como ácidos carboxílicos, ésteres e álcoois superiores (Bortoletto e Alcarde, 2015). O metabolismo das leveduras promovem a geração de compostos que agregam na formação do sabor e aroma da bebida. No que se refere a acidez volátil de bebidas destiladas, a formação dos ácidos ocorrem principalmente devido à oxidação do etanol em acetaldeído, e em seguida ao ácido acético, como também o aumento da acidez pode ter relação com contaminação por bactérias (Bortoletto, 2013; Silva *et al.*, 2023; Bortoletto, Silvello e Alcarde, 2015). Entretanto, durante o envelhecimento de destilados, a acidez volátil tende a aumentar progressivamente em função da formação de novos compostos, como os ácidos fenólicos proveniente da degradação da madeira (Bortoletto e Alcarde, 2013).

A presença de aldeídos, como o acetaldeído, se dá pela oxidação do etanol, de aminoácidos e ácidos que permite a formação desses compostos. No envelhecimento, a interação do destilado com a madeira promove a transferência de aldeídos provenientes das vias de etnólise da lignina, como os aldeídos cinâmicos. Esses compostos gerados durante a maturação desempenham um papel importante na construção do perfil sensorial, visto que conferem descritores positivos na bebida (Conner, Reid e Jack, 2003; Moreira, Netto e De

Maria, 2012; Bortoletto, 2013). Entretanto, o excesso de aldeídos na composição química podem prejudicar a qualidade da bebida (Bortoletto e Alcarde, 2013).

Os ácidos gerados durante a fermentação, como o ácido acético, sofrem reações de esterificação com álcoois formando ésteres, onde 80% dos ésteres presentes na composição química de aguardentes e cachaças é representado pelo acetato de etila, no qual a concentração desse composto depende das quantidades de álcoois e acil-CoA proveniente do metabolismo das leveduras. Como no envelhecimento ocorre a formação e extração de muitos compostos, como os ácidos fenólicos, esses compostos tendem a serem esterificados formando ésteres que colaboram no desenvolvimento das características sensoriais (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Janzanti, 2004).

Os álcoois superiores, ou seja, álcool isoamílico, isopropílico e isobutil, são compostos que apresentam uma estrutura química com mais de dois carbonos. Esses compostos são proveniente da degradação de açúcares, metabolismo de aminoácidos e das leveduras, sendo compostos aromáticos importantes na composição química dos destilados (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Silva *et al.*, 2023).

Em relação ao furfural e 5-hidroxi metilfurfural, esses são compostos associados a degradação térmica de açúcares, e durante o envelhecimento as tostas das madeiras realizadas provocam a decomposição por meio de processos referentes à caramelização e reação de Maillard, contribuindo para o desenvolvimento do perfil sensorial. No entanto, a legislação brasileira determina limites de concentração desses compostos em função da queima da cana-de-açúcar que também colabora para o aumento desses compostos (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Bortoletto e Alcarde, 2013).

No que se refere aos contaminantes voláteis como 1-butanol, 2-butanol e metanol, são formados principalmente durante a fermentação e destilação. A formação do metanol ocorre devido à degradação da pectina, esse provém dos bagaços da cana-de-açúcar que contém a esse composto, onde problemas referentes a filtração podem contribuir ao aparecimento dessas fibras e conseqüentemente no aumento da concentração do metanol nas bebidas. A presença desse composto não é desejável em bebidas alcoólicas por conta da toxicidade que apresenta (Moreira, Neto e De Maria, 2012; Bortoletto e Alcarde, 2013).

O 1-butanol e 2-butanol são compostos químicos provenientes da etapa de fermentação por conta de contaminação por bactérias. Além disso, bactérias do tipo acetobutílicas também

produzem butanol e provocam odores indesejáveis, além disso são responsáveis por aumentarem a acidez do mosto (Lima *et al.*, 2022; Souza *et al.*, 2013).

O uso de alambiques de cobre pode favorecer a formação do carbonato de cobre nas paredes, no qual esse composto pode ser transferido para a bebida. Com isso, bebidas que apresentam alto teor de cobre estão associados a não limpeza adequada dos alambiques que contribuem para contaminação dos produtos (Souza *et al.*, 2013). O carbamato de etila, composto cancerígeno, tem influência pela fermentação e destilação, onde compostos como ureia, citrulina, N-carbamil fosfatos e cianetos representam precursores para formação desse contaminante (Silva *et al.*, 2023; Bortoletto, Silvello e Alcarde, 2015; Bortoletto e Alcarde, 2013).

3.4 MADEIRAS BRASILEIRAS PARA O ENVELHECIMENTO

3.4.1 Utilização de madeiras do tipo bálsamo e jequitibá

Madeiras de carvalho são as mais utilizadas em processos de envelhecimento de bebidas alcoólicas como vinhos e destilados por conta das características sensoriais que confere. Por conta do alto custo de aquisição e importação dessa madeira, espécies brasileiras tem se tornado alternativa para substituição do carvalho em função da confecção de bebidas com variedades de aroma e sabores e pela facilidade de obtenção (Castro, 2024; Bortoletto *et al.*, 2021)

A composição química da madeira, o solo, clima, custos são alguns dos fatores que impactam na escolha da madeira para utilização em processos de envelhecimento. A diversidade de espécies de madeiras que a flora brasileira possui contribui para utilização em processos de envelhecimento de bebidas destiladas. A partir disso, cada vez mais há uma necessidade de um maior aprofundamento sobre a utilização dessas madeiras em função da composição química desenvolvida e as percepções dos consumidores sobre os produtos (Mori *et al.*, 2003; Castro, 2024). Além disso, a variedade de espécies brasileiras favorecem ao desenvolvimento de “*blends*”, no qual é utilizado mais de uma espécie no processo de maturação para confecção de características sensoriais mais robustas e complexas (Bortoletto, 2016).

Espécies de bálsamo, como *Myrocarpus frondosus* e *Myroxylon peruiferum* e *Myroxylon balsamum*, são as mais comuns na confecção de bebidas. Entre as características sensoriais que promovem nos destilados como a cachaça, pode-se destacar notas associados a descritores herbáceo, grama verde, gengibre, entre outras. A espécie *Myrocarpus frondosus* tem ocorrência

principalmente nas regiões do Sul e Sudeste e Nordeste do Brasil, como também em outros países como Argentina e Paraguai (Castro, 2024 apud Silva, 2018; Carvalho, 2003).

Espécie do tipo *Cariniana estrellensis*, conhecida popularmente como jequitibá branco, é encontrada no Brasil em regiões do Centro-oeste, Sudeste, Sul e Nordeste, além de países como Bolívia e Paraguai, enquanto a *Cariniana legalis* (Jequitibá rosa) tem ocorrência natural principalmente na região Sul e Sudeste do país. Madeiras do tipo jequitibá conseguem acrescentar nas bebidas alcoólicas, como vinhos, descritores sensoriais como tostado, baunilha e especiarias (Carvalho, 2003; Jordão *et al.*, 2024)

De acordo com Bortoletto e Alcarde (2013), madeiras brasileiras do tipo jequitibá rosa (*Cariniana legalis*) apresenta um perfil químico semelhante ao de carvalho, no qual o aparecimento de compostos como vanilina e ácido vanílico são bastante expressivos. Jequitibá branco (*Cariniana estrellensis*) apresenta um impacto menos expressivo no desenvolvimento de cor e no teor de compostos fenólicos.

Madeiras do tipo grápia e Cabreúva (*M. frondosus*) apresentam um desempenho moderado quanto a mudanças na composição química de cachaças, visto que não apresentaram alguns congêneres característicos de bebidas envelhecidas. Além disso, Cabreúva ou bálsamo (*M. frondosus*), apresenta um comportamento incorporando à bebida compostos do tipo terpenos, esses desempenhando um papel significativo nos destilados por contribuírem na complexidade de aromas (Bortoletto, Silvello e Alcarde, 2021).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 COLETA DAS CACHAÇAS MATURADAS EM BARRIS E DA MATRIZ ALCOÓLICA

As cachaças maturadas em barris e a matriz alcoólica (cachaça tradicional / sem envelhecimento) foram obtidas em engenho produtor de cachaça localizado no Estado da Paraíba na cidade de Souza. A matriz alcoólica coletada passou por destilação única e em seguida foi armazenada em tanques de aço inoxidável, sem ser diluída ou filtrada com materiais ativos. A cachaça maturada em jequitibá foi retirada direto do barril (CJB), enquanto a de bálsamo foi obtida de um lote destinado à comercialização (CBB). Após a coleta, as cachaças foram transportadas e armazenadas no Laboratório de Tecnologia de Leite e Derivados sob controle de temperatura (25 ± 1 °C).

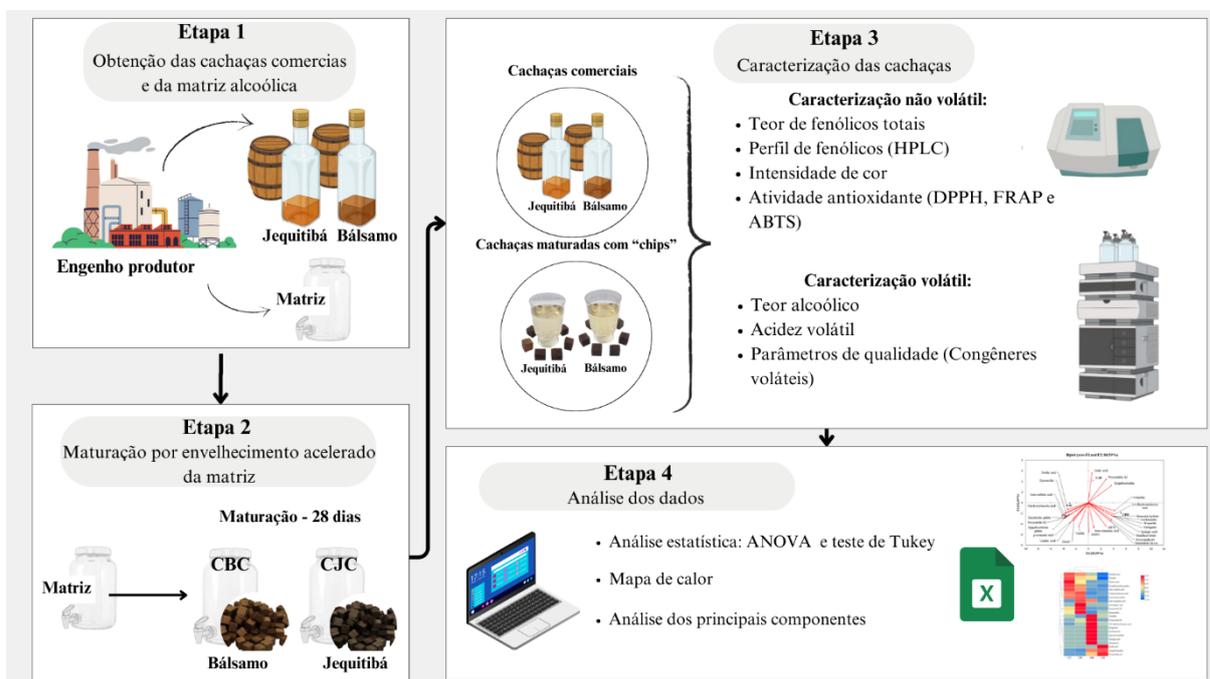
A matriz alcoólica foi submetida à caracterização química parcial antes do processo de maturação com os “chips”. A caracterização química parcial inclui as análises descritas no tópico 4.3.

4.2 MATURAÇÃO DA MATRIZ ALCOÓLICA COM ADIÇÃO DOS “CHIPS” DE MADEIRA

A matriz alcoólica coletada foi homogeneizada e distribuída em recipientes de vidro, no qual foram adicionadas 6 unidades de “chips” em formato de cubos das madeiras de bálsamo (*Mycrocarpus frondosus*) e jequitibá (*Carinana estrellensis*) por litro da bebida, de acordo com orientações do fabricante do “chips”, originando os tratamentos CBC e CJC (Figura 4), respectivamente.

Após a adição dos “chips”, ambos tratamentos tiveram seus recipientes cobertos evitando exposição à luz, e levados para estufa com controle de temperatura (BOD), permanecendo de forma estática durante 28 dias, de acordo com orientações relatadas por Souza *et al.* (2025). Após o período de maturação acelerada, as duas amostras foram ajustadas para teor alcoólico de 40 GL° (%v/v) para o prosseguimento da caracterização das cachaças.

Figura 4: Delineamento experimental da caracterização química das cachaças maturadas com "chips" e submetidas ao acondicionamento em barril



4.3 CARACTERIZAÇÃO VOLÁTIL

4.3.1 Determinação do teor alcoólico

O teor alcoólico das cachaças foi determinado por densimetria, utilizando uma proveta contendo 250 mL de amostra e realizando a leitura direta no alcoômetro de Gay Lussac, ocorrendo a correção dos resultados em função da temperatura.

4.3.2 Acidez volátil

A acidez volátil das cachaças foi determinada pela metodologia segundo AOAC (2000), através da diferença da acidez total e fixa. O resultado foi expresso em gramas de ácido acético por 100 mL da amostra (g ácido acético/100mL), segundo a Equação 1:

$$\text{Acidez volátil (g de ácido acético/100mL)} = \frac{(At - Af) * 100}{G} \quad (\text{Equação 1})$$

Onde: At = Acidez total, Af = Acidez fixa e G = graduação alcoólica

Para determinação da acidez total, foi realizado por método titulométrico com solução de hidróxido de sódio a 0,01 M. O Em um Erlenmeyer foi acrescentado uma alíquota de 10 mL de amostra, 50 mL de água destilada e 3 gotas do indicador fenolftaleína a 1%, ocorrendo a titulação do hidróxido de sódio até o ponto de virada, verificando-se a mudança de coloração. O resultado da acidez total foi determinado pela Equação 2.

$$\text{Acidez Total (g de ácido acético/100mL)} = \frac{(n \cdot f \cdot M \cdot PM)}{V \cdot 10} \quad (\text{Equação 2})$$

Onde: n = Volume gasto de hidróxido de sódio padronizado;

f = Fator de correção da solução de hidróxido de sódio;

V = volume de amostra usada na titulação;

M = Molaridade da solução de hidróxido de sódio;

PM = Massa molecular do ácido acético (60 g).

A acidez fixa foi determinada a partir da evaporação da amostra, seguida da titulação do residual com o hidróxido de sódio padronizado. Para obtenção do residual, foram adicionados em capsulas de porcelana 10 mL da amostra e levadas ao banho-maria para evaporação. O resíduo formado foi lavado com água destilada e transferido para um erlenmeyer para o procedimento de titulação com a base. A determinação de acidez fixa foi utilizada a Equação 2.

4.3.3 Congêneres voláteis

Os congêneres voláteis foram determinados seguindo metodologia adaptada por Bortoletto *et al.* (2016), por cromatografia gasosa com detector de ionização de chamas (GC-FID). Para quantificação dos analitos, foi construído curvas relacionando a integração da área do pico do padrão interno e a concentração desses analitos. Acetaldeído, acetato de etila, metanol, 1-propanol, isobutanol, iso-amílico, sec-butanol, acroleína, furfural e 5-HMF foram os padrões usados, todos com grau de pureza >99%.

As amostras foram analisadas em cromatógrafo a gás Agilent modelo HP6890, com coluna capilar polar CP-Wax 52CB (60 m x 0,25 mm x 0,25 µm) e detector de ionização de chama (FID – Flame ionization detection). As condições implementadas no detector e injetor foram 250°C e 245°C, respectivamente, e a temperatura da coluna foi programada com rampa de 40°C por 4 minutos, aumentando até 60°C (taxa de 15 °C/minuto) por 5 minutos e

aumentando 30°C/minuto por 10 minutos até alcançar 170°C. O modo de injeção foi manual split, onde 1 µL da amostra foi injetada em triplicata no equipamento.

4.4 CARACTERIZAÇÃO NÃO VOLÁTIL

4.4.1 Intensidade de cor e cor instrumental

A determinação da intensidade de cor foi realizada em espectrofotômetro UV visível (Quimis®, Modelo Q798U), utilizando cubetas de vidro ou quartzo, com leitura no comprimento de onda à 420 nm, conforme apresentado por Bortoletto & Alcarde (2013). A cor instrumental das cachaças foi analisada conforme as especificações da Commission Internationale de L'éclairage (CIE, 2004) através dos parâmetros L* (luminosidade), a* (intensidade vermelho/verde), b* (intensidade amarelo/azul), C* (chroma) e hue (ângulo hue de tonalidade). Esses parâmetros foram determinados utilizando um colorímetro digital Minolta (Modelo CR-300, Minolta, Mahwah/New Jersey, USA).

4.4.2 Teor de compostos fenólicos totais

O conteúdo de compostos fenólicos totais foi determinado pelo método de Folin-Ciocalteu, conforme descrito por Amerine e Ough (1980) por meio de espectrofotometria à 765nm. Alíquotas de 50 µL de amostras foram adicionadas em 3950 µL de água destilada, 250 µL de Folin (2N) e 750 µL de carbonato de sódio à 20%, sendo homogeneizadas em agitador de tubos, mantendo os frascos em repouso no escuro por 2 horas, seguidos da leitura no equipamento Quimis®, Modelo Q798U. A curva analítica padrão foi construída utilizando o ácido gálico em solução de 40% (v/v) de etanol. Os resultados foram expressos como mg equivalentes de ácido gálico por 100mL (mg EAG/100mL).

4.4.3 Atividade antioxidante

4.4.3.1 Atividade Sequestradora do Radical 2,2-difenil-1-picrilhidrazila (DPPH•)

A atividade sequestradora do Radical DPPH foi determinada por método espectrofotométrico descrito por Brand-Williams *et al.* (1995). Foram adicionadas alíquotas de 100 uL de amostra a 3,9mL radical DPPH diluído em etanol (0,06 mM) e homogeneizadas em

um agitador de tubos. Em seguida foram incubadas em ambiente escuro, permanecendo por 30 minutos em temperatura ambiente, após o tempo ocorreu a leitura no espectrofotômetro a 515nm, com o álcool metílico P.A como branco. A curva de calibração foi elaborada utilizando o padrão Trolox em etanol P.A e o resultados foram expressos em porcentagem de inibição do radical DPPH.

4.4.3.2 Atividade Sequestradora do Radical 2,2- azino-bis (3-etilbezotiazolina)-6-ácido sulfônico (ABTS^{•+})

A capacidade sequestradora do radical ABTS foi determinado pela metodologia proposta por Re *et al.* (1999). Nesse método, foram adicionadas em tubos 30µl das amostras a 3000 µl do radical ABTS, cujo preparo foi feito a partir da combinação da solução estoque ABTS 7mM e persulfato de potássio por 12 a 16 horas. Após isso, os tubos foram agitados e transferidos para abrigo da luz à temperatura ambiente por 6 minutos. Em seguida, houve a leitura das absorbâncias no espectrofotômetro a 734nm. Os resultados foram expressos em porcentagem de inibição do ABTS, no qual a curva de padrão foi construída com padrão Trolox em etanol.

4.4.3.3 Poder Antioxidante de Redução do Ferro (FRAP)

O poder antioxidante de redução do ferro foi avaliado pelo método apresentado por Benzie e Strain (1999). Nessa metodologia foram adicionadas uma alíquota de 90 µL de amostra a 270 µL de água destilada e 2,7 mL do reagente FRAP em tubos. Os tubos foram colocados em banho-maria à 37°C por 30 minutos em abrigo da luz, após o período houve a leitura das absorbâncias no espectrofotômetro à 595 nm. O reagente de FRAP foi preparado a partir de uma mistura de acetato tampão (0,3 M, pH 3,6), solução de TPTZ 10 mM e cloreto férrico 20 mM. Os resultados foram expressos em porcentagem de redução do radical FRAP a partir da curva padrão feita com o padrão Trolox 2mM em etanol.

4.4.4 Perfil de compostos fenólicos

Um volume de 20 µL da amostra previamente diluídas (1:1 V/V) na fase A (ácido fosfórico 0,52%) e filtrada em PVDF (diâmetro 13mm, poro 0,45 µm) foi injetada no equipamento. O fluxo do solvente foi ajustado para 0,8 mL/min, sendo aplicado um gradiente de 0-5min: 5% B; 5-14 min: 23%: B; 14-30 min: 50% B; 30-33min: 80% B. O solvente A foi uma solução de ácido fosfórico 0,52% e o B foi metanol acidificado com ácido fosfórico 0,52%.

O perfil de fenólicos das cachaças foi realizado através do Cromatógrafo Líquido Agilent 1260 Infinity LC System (Agilent Technologies, Santa Clara, EUA) acoplado a um Detector de Arranjo de Diodos (DAD) (modelo G1315D) mediante metodologia apresentada por Lima *et al.* (2024). A pré-coluna e coluna utilizada foram Zorbax C18 (12,6 X 4,6 mm, 5 µm) e Gemini NX RP-C18 (150 x 4,6 mm, 3 µm), respectivamente.

4.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA), seguida pelo Teste de Tukey, com nível de significância de 5%, por meio do software XLSTAT (versão 2014.5.03, Addinsoft, Nova York, EUA). Além disso, os dados referentes ao perfil de fenólicos foram normalizados para construção do mapa de calor, elaborado com o software TBtools v2.105 (Chen *et al.*, 2023). Para a construção da análise dos principais componentes (PCA-Biplot), os dados da caracterização não-volátil foram autoescalados e através do XLSTAT desenvolvido o gráfico por covariância.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 PARÂMETROS DE IDENTIDADE E QUALIDADE

Foram avaliados os parâmetros de identidade e qualidade das cachaças maturadas com os “chips” de madeira e em barris e todas as cachaças apresentaram os valores referentes aos parâmetros de identidade e qualidade analisados dentro dos limites determinados pela legislação, como apresentado na Tabela 2.

Tabela 2: Dados referentes aos parâmetros de identidade e qualidade das cachaças maturadas com “chips” e as comerciais.

Parâmetros de qualidade	CBB	CJB	CBC	CJC
Teor alcoólico (% v/v)	40,00	40,00	40,00	40,00
Acidez volátil (mg de ácido acético/100mL)	29,37 ^b ± 1,11	71,84 ^a ± 4,45	29,47 ^b ± 4,05	31,46 ^b ± 1,54
Estéres totais em acetato de etila (mg/100mL de anidro)	56,07 ^b ± 0,09	79,84 ^a ± 0,41	37,59 ^c ± 3,36	45,93 ^{bc} ± 7,36
Aldeídos totais em acetaldeído (mg/100mL)	11,42 ^a ± 0,01	6,82 ^b ± 0,04	11,93 ^a ± 0,82	8,06 ^b ± 0,53
Soma de furfural e Hidroximetilfurfural (mg/100mL de anidro)	0,34 ^b ± 0,01	0,15 ^c ± 0,002	0,50 ^a ± 0,05	0,20 ^c ± 0,08
Soma de álcoois isobutilícos, isoamilícos e n-propílico (mg/100mL de anidro)	270,24 ^b ± 0,12	306,18 ^a ± 1,81	173,90 ^c ± 3,58	172,45 ^c ± 15,04
Álcool metílico (metanol) (mg/100mL de anidro)	6,00 ^a ± 0,02	5,69 ^b ± 0,03	ND	ND
Acroléina (2-propenal) (mg/100mL de anidro)	ND	ND	ND	ND

Álcool sec-butílico (2-butanol) (mg/100mL de anidro)	0,46 ^{ab} ± 0,001	0,45 ^b ± 0,003	ND	0,49 ^a ± 0,03
Álcool n-butílico (1-butanol) (mg/100mL de anidro)	0,46 ^b ± 0,01	0,63 ^a ± 0,004	0,24 ^c ± 0,004	0,53 ^{ab} ± 0,09

Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais nas linhas não diferem entre si pelo teste de Tukey HSD (P<0,05)

CBB: Cachaça maturada em barril de Bálamo, CJB: Cachaça maturada em barril de Jequitibá, CBC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Bálamo, CJC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Jequitibá.

No que diz respeito a acidez volátil, foi observado que a amostra de barril de jequitibá (CJB) se sobressaiu nesse parâmetro quando comparado com as outras cachaças, apresentando valor de 71,84 mg de ácido acético/100mL. Este comportamento pode ocorrer porque durante a interação do destilado com a madeira ocorre o aumento progressivo da acidez volátil em função da incorporação de novos compostos na bebida, como os ácidos fenólicos (Bortoletto e Alcarde, 2013). Em soma, as diferentes espécies de madeira impactam na variação da composição química da bebida (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016). A partir disso, verifica-se que o destaque da amostra CJB quanto à acidez volátil pode estar associado a espécie, o tipo de maturação realizada e o tempo prolongado de contato da madeira com o destilado.

No que se refere aos ésteres totais, foi possível observar que a amostra CJB apresentou maiores valores quanto a esse parâmetro (79,84 mg/100mL), seguido da CBB (56,07 mg/100mL), CJC (45,93 mg/100mL) e CBC (37,59 mg/100mL). Esses resultados indicam que o uso dos barris confere impacto mais expressivo na produção de ésteres e conseqüentemente no desenvolvimento de um perfil aromático com mais variado quando comparado com as cachaças maturadas com os “chips”. Além disso, a maior concentração observada em CJB indica que a espécie de madeira utilizada também impacta nos valores obtidos, no qual jequitibá se mostrou mais influente quanto aos ésteres totais.

Os ésteres desempenham um papel muito importante em bebidas alcoólicas por estarem associados ao enriquecimento das características de sabor (Moreira, Neto e De Maria, 2012). Entre os ésteres presentes na cachaça, o acetato de etila é o mais abundante (Bortoletto, Silvello e Alcarde, 2021).

Adicionalmente, as reações químicas de esterificação entre ácidos e o etanol colaboram no processo de maturação, visto que aceleram a oxidação e conseqüentemente a formação de ésteres aromáticos. Sendo esses, importantes para o desenvolvimento do perfil sensorial da bebida, uma vez que compostos como acetato de etila apresentam características sensoriais associadas a abacaxi e frutado (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Bortoletto, Silvello e Alcarde, 2021).

Os resultados obtidos de ésteres totais foram superiores ao relatado por Bortoletto e Alcarde (2013), no qual obtiveram valores de 21,81 mg/100mL para cabreúva ou bálsamo (*M. Frondosus*), 19,39 mg/100mL para jequitibá branco (*C. estrellensis*) e 17,60 mg/100mL para jequitibá rosa (*C. legalis*) em cachaças envelhecidas em barris por 3 anos. De acordo com Conner, Reid e Jack (2003), as condições ambientais de maturação (temperatura e umidade) e o tempo são impactantes no processo de extração e formação de compostos, conseqüentemente influenciando na composição química das bebidas submetidas ao envelhecimento. A partir disso, as diferenças dos valores quando comparado com outros estudos pode ser explicado principalmente pelas condições ambientais de temperatura e umidade, como o tempo de envelhecimento.

Os aldeídos são compostos que também desempenham um papel importante no perfil sensorial, uma vez que os aldeídos benzoicos provenientes das vias de degradação da lignina são associados a descritores positivos e significativo no enriquecimento das características sensoriais. Entretanto, concentrações elevadas de aldeídos indica qualidade inferior do destilado, além de poder afetar a saúde do consumidor (Conner, Reid e Jack, 2003; Bortoletto e Alcarde, 2013; Lima *et al.*, 2022).

Assim, as amostras CBB e CBC se sobressaíram nesse parâmetro, apresentando valores médios de 11,42 e 11,93 mg/100mL de etanol anidro. Esses resultados sugerem que a espécie de madeira exerce uma influência mais expressiva do que o tipo de maturação usada e o tempo de interação, permitindo afirmar que o bálsamo exerce maior impacto na produção de aldeídos na bebida quando comparado com jequitibá. Os valores obtidos da madeira de bálsamo pelos dois métodos de maturação foram semelhantes ao encontrado por Bortoletto e Alcarde (2013), que relataram valor médio de 10,30 mg/100mL em cachaça envelhecida em barril por 36 meses. No que se refere a madeira de jequitibá, os autores encontraram concentrações 10,14 e 9,42 mg/100mL para jequitibá rosa e branco, respectivamente.

Em relação aos álcoois superiores, que compreendem a soma dos álcoois isoamílico, isobutílico e n-propílico, a amostra CJB apresentou maior valor, com média de 306,18 mg/100mL, e em seguida a CBB com concentração média de 270,24 mg/100mL. Em contrapartida, as cachaças maturadas com “chips”, CJC e CBC, obtiveram valores iguais estatisticamente, 172,45 e 173,90 mg/100mL respectivamente.

Os álcoois superiores são provenientes da fermentação e destilação. A formação desses compostos são influenciados pelas condições de fermentação, no qual a maioria dos álcoois superiores formados ocorre principalmente pela degradação de aminoácidos. Esses compostos possuem relevância por contribuírem na construção do buquê aromático, porém o excesso não é desejável por afetar a qualidade dos destilados (Lima *et al.*, 2022; Silva *et al.*, 2023; Pang *et al.*, 2017). De acordo com Bortoletto, Correa e Alcarde (2016), o tipo de madeira e a tosta realizada não impacta na formação desses compostos na bebida durante o envelhecimento, mas provoca o aumento desses álcoois durante a maturação. A partir disso, os resultados obtidos evidenciam o impacto que o tipo de maturação realizada exerce na concentração desses compostos, sugerindo que o uso dos barris provoca concentrações mais expressivas.

O furfural e 5-hidroximetilfurfural são compostos provenientes da pirólise de açúcares, no qual a presença desses compostos são associados a etapa de colheita e queima da matéria-prima (Lima *et al.*, 2022; Bortoletto e Alcarde, 2013). A amostra CBC apresentou maior concentração da soma de furfural e 5-hidroximetilfurfural, seguido da CBB, apresentando valores médio de 0,50 e 0,34 mg/100mL, respectivamente. As amostras CJC e CJB apresentaram valores iguais estatisticamente desse parâmetro, 0,15 e 0,20 mg/100mL respectivamente. Esses resultados indicam a influência maior do tipo de madeira do que a forma de maturação realizada, uma vez que os valores mais expressivos foram apresentados pelas cachaças de bálsamo (CBB e CBC).

Durante o envelhecimento esses compostos são fornecidos principalmente pelas reações do tipo de Maillard e de caramelização do processo de carbonização dos barris. Esses processos promovem a formação desses compostos que são incorporados a bebida, conferindo descritores sensoriais como caramelo na bebida (Barbosa *et al.*, 2022; Bortoletto, Silvello e Alcarde, 2021). Com base nisso, as diferenças de concentrações obtidas entre as amostras pode estar associado também ao processo de tosta da madeira utilizada.

No que se refere aos contaminantes, ou seja, metanol, 1-butanol, 2-butanol e acroleína (1-propenal), todas as amostras apresentam valores dentro do permitido pela legislação

brasileira. Acroleína não foi detectada nas amostras analisadas, esse resultado é positivo uma vez que altos teores desse composto são indesejáveis devido à sua alta toxicidade associado a propriedades mutagênicas que pode afetar a saúde do consumidor, além de conferir amargor nas bebidas. Esse composto pode ser formado durante a fermentação por meio de bactérias, e na destilação com temperaturas altas (Lima *et al.*, 2022; Sauvageot *et al.*, 2000).

O metanol foi detectado apenas nas amostras acondicionadas em barris, onde a CBB apresentou maior valor, com 6,00 mg/100mL e CJB com 5,69mg/100mL. O aparecimento desse composto pode estar associado ao processo de filtração e fermentação, visto que os bagaços da cana-de-açúcar possuem pectina, que pode ser degradada durante a fermentação formando o metanol. Com isso, quando a filtragem não é realizada de forma adequada pode contribuir para o aumento da concentração desse álcool (Lima *et al.*, 2022; Moreira, Netto e De Maria, 2012). Além disso, a toxicidade desse álcool é relacionado com incidentes de envenenamento (Wu *et al.*, 2024). Assim, o processo de maturação com madeira, seja através de barris ou “chips”, não apresenta relação com o aparecimento desse composto.

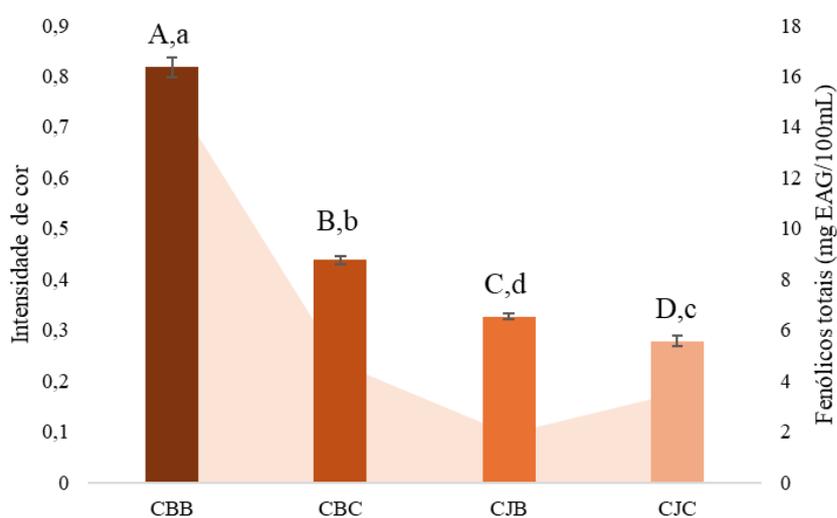
No que se refere ao 1-butanol e 2-butanol, as amostras de cachaças obtiveram valores baixos. O aparecimento desses compostos está relacionado a contaminação bacteriana durante a fermentação. O alto teor desses álcoois não é interessante, pois refletem problemas referentes a boas práticas de fabricação no processamento da cachaça (Lima *et al.*, 2022; Bortoletto e Alcarde, 2015). A partir disso, os resultados obtidos demonstram que o processamento das cachaças comerciais e da matriz ocorreram de forma adequada, garantindo a qualidade para o consumidor.

Os parâmetros de identidade e qualidade mostraram que o tipo de maturação impacta principalmente nos valores referentes aos ésteres totais, mas também na concentração dos álcoois superiores. Os outros compostos como aldeídos totais e furfural e 5-hidroxiacetilfurfural, o tipo de madeira ou espécie utilizada se mostrou mais influente na composição química das cachaças. Dessa forma, o processo de envelhecimento com barris e maturação acelerada com “chips” são influenciados por diversos fatores que afetam a forma de extração e formação de novos compostos, e conseqüentemente na composição química e qualidade dos destilados, como observado nos resultados obtidos.

5.2 AVALIAÇÃO DO TEOR DE FENÓLICOS TOTAIS, INTENSIDADE DE COR E ANÁLISE DE COR INSTRUMENTAL DAS CACHAÇAS

Os resultados de fenólicos totais e intensidade de cor pode ser observado na Figura 5. A partir dos valores obtidos constatou-se que as cachaças maturadas com Bálsamo (CBB e CBC) se sobressaíram quanto ao teor de fenólicos totais, apresentado valores médios de 16,34 e 8,76 mg EAG/100mL, respectivamente. Além disso, foi possível verificar que a maturação em barril proporcionou maior intensidade de extração dos fenólicos.

Figura 5: Teor de fenólicos totais e intensidade de cor das cachaças comerciais e maturadas com “chips”



Letras maiúsculas iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$) para teor de fenólicos totais, letras minúsculas iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey para intensidade de cor. CBB: Cachaça maturada em barril de Bálsamo, CJB: Cachaça maturada em barril de Jequitibá, CBC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Bálsamo, CJC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Jequitibá.

Os primeiros dias de contato da bebida com o barril promove inicialmente um processo em que a madeira absorve o destilado, e posteriormente ocorre o retorno em função do tempo da bebida absorvida com os compostos extraídos da madeira, entre esses compostos destacam-se os fenólicos provenientes da degradação da lignina (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Castro *et al.*, 2023). Diante disso, os resultados observados demonstram um comportamento que enfatiza como as diferenças do processo da utilização do barril e dos “chips” impactam significativamente na extração e transferência dos fenólicos para bebida. Além disso, o tempo

promove grande influência para a continuidade da extração desses compostos fenólicos, corroborando com os valores superiores das amostras de barris que foram submetidas a maturação por mais tempo.

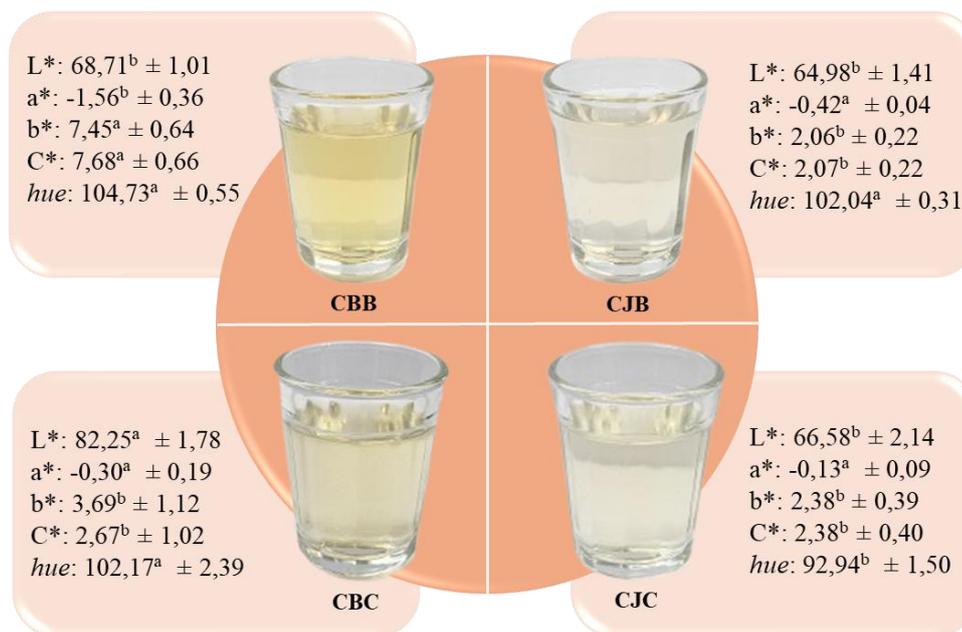
O valor do teor de fenólicos totais da cachaça acondicionada em barril de jequitibá foi superior ao encontrado por Bortoletto e Alcarde (2013), no qual relataram valores de 0,70 e 1,94 mg EAG/100mL das espécies *Cariniana estrellensis* e *Cariniana Legalis*, respectivamente. As diferenças do conteúdo fenólico extraído durante o envelhecimento são influenciadas por diversos fatores, entre eles a espécie de madeira utilizada e as condições como pH e o teor alcoólico influenciam no processo de degradação da lignina (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016; Cernîșev, 2017). Além disso, as condições de tosta podem interferir, uma vez que a lignina degradada em moléculas menores por conta da carbonização é facilmente absorvida pela bebida (Barbosa *et al.*, 2022).

Dessa forma, foi possível observar que a influência da espécie de bálsamo impacta significativamente em uma quantidade mais expressiva de fenólicos que são extraídos e transferidos para a bebida, tanto pelo processo de maturação em barril como utilizando os “chips”. Além disso, o tempo prolongado de contato com o barril promove a continuidade da extração dos compostos, corroborando com valores elevados para o teor de fenólicos totais.

Destaca-se também que com a oxidação de compostos fenólicos provenientes da madeira e os taninos são os principais responsáveis pela coloração amarelada característica de destilados envelhecidos com madeira Delgado-González *et al.* (2021). Com base nisso, através da Figura 4, foi possível observar que os fenólicos exercem forte influência no desenvolvimento de cor das cachaças, no qual a amostra maturada com barril de bálsamo se destaca quanto a intensidade de cor, com valor médio de 0,762, sendo a amostra com maior teor de fenólicos totais. Ainda, destaca-se a amostra CJC por apresentar valor superior de intensidade de cor quando comparada com a cachaça maturada em barril de jequitibá.

Os parâmetros L*, a*, b*, C* e hue de cor instrumental estão apresentados nas Figura 6. Os valores de a* e b* representam limites verde (-) e vermelho e azul (-) e amarelo (+), respectivamente, e o C* expressa a saturação e intensidade das cores. A partir dos resultados, foi possível verificar que a amostra CBB apresentou o maior valor de b* e C*, e menor valor de a*, indicando a tendência de uma coloração de amarelo saturado.

Figura 6: Parâmetros de cor instrumental das cachaças



Letras minúsculas iguais não diferem entre si pelo teste de Tukey. CBB: Cachaça maturada em barril de Bálamo, CJB: Cachaça maturada em barril de Jequitibá, CBC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Bálamo, CJC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Jequitibá.

O comportamento das demais amostras em relação a esses parâmetros foram estatisticamente iguais. Para o parâmetro a*, as amostras CJB, CBC e CJC apresentaram valores superiores quando comparadas a de bálamo acondicionada em barril, enquanto para b* e C* foram inferiores, evidenciando uma tendência para uma coloração amarelo menos intenso e saturado.

Nie *et al.* (2023) e Duan *et al.* (2024) relataram sobre a influência da madeira no desenvolvimento de cor nos destilados, no qual observaram que a utilização da madeira contribui para uma coloração amarelada saturada, refletindo no aumento dos valores de b* e C*. Dessa forma, os valores elevados de b* e C* da amostra CBB sugerem a influência significativa do método utilizando barril e do tempo prolongado exercem no desenvolvimento do amarelo amadeirado.

Além disso, os valores inferiores da cachaça maturada com “chips” de bálamo enfatizam a importância que o tempo prolongado de interação da madeira com a bebida para formação de cor mais expressiva. De acordo com Canas *et al.* (2019), a cor é um aspecto sensorial de grande importância pois é um dos primeiros atributos a serem notados pelo

consumidor, no qual os processos de oxidação de fenólicos são responsáveis pela formação de compostos pigmentados marrons, conferindo às bebidas envelhecidas uma coloração amadeirada.

No que se refere ao L (luminosidade), foi analisado que as amostras maturadas com “chips” apresentaram o mesmo comportamento estatisticamente, com valores superiores em relação a CBB e CJB, indicando que a utilização dos barris no processo de maturação de cachaças influencia na diminuição da luminosidade, conferindo uma característica mais escura das bebidas, no qual as de “chips” não conseguem alcançar esse resultado em 1 mês de maturação acelerada.

A partir dos resultados analisados, foi possível compreender que o método de maturação utilizado, a madeira e o tempo influenciam na composição química da bebida, uma vez que ocorre o aumento do teor de fenólicos totais, intensidade de cor e mudanças quanto aos parâmetros de cor instrumental. Apesar das amostras maturadas com “chips” não apresentarem valores altos de intensidade de cor, teor de fenólicos totais, b^* e C, pode-se verificar que o processo utilizando os “chips” consegue conferir aspectos promissores na bebida em um curto período.

5.3 PERFIL DE FENÓLICOS E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DAS CACHAÇAS MATURADAS

Foram identificados 22 compostos fenólicos nas cachaças maturadas com “chips” e em barris, como apresentado na Tabela 3. Os compostos fenólicos podem ser divididos em dois grupos principais, os fenólicos simples e os polifenóis. Os fenólicos simples são subdivididos em ácidos fenólicos derivados do ácido hidroxibenzoico e do ácido hidroxicinâmico, enquanto os polifenóis são subgrupados em flavonóides, não flavonoides (taninos), terpenóides fenólicos, cumarinas e bromofenóis (Sadeghi *et al.* 2024). No presente estudo foram detectados majoritariamente ácidos fenólicos, seguido de flavonoides e taninos condensados.

Os compostos vanilina, ácido vanílico e ácido siríngico são considerados marcadores do envelhecimento, uma vez que a degradação da lignina possibilita a formação desses marcadores fenólicos (Cernîșev, 2017). Em todas as cachaças foi detectado a vanilina, no qual a CJC se destacou por possuir maior concentração desse composto (1,83 mg/L), seguido da CBC (1,31 mg/L), CBB (1,25 mg/L) e CJC (0,18 mg/L). No que se refere ao ácido vanílico, todas as

amostras, exceto a CJB, apresentaram esse composto, onde as cachaças maturadas com “chips” de jequitibá e de bálsamo se sobressaíram, com valores médios de 0,65 e 0,54 mg/L, respectivamente.

A partir desse comportamento, verificou-se que as cachaças maturadas com “chips” por 1 mês, CBC e CJC, apresentaram valores mais expressivos estatisticamente da vanilina e ácido vanílico quando comparadas com as acondicionadas em barril do mesmo gênero de madeira, indicando que esses compostos fenólicos são formados e extraídos no início da maturação e que nos “chips” esse processo ocorre de forma rápida. Em contrapartida, as concentrações inferiores da vanilina e ácido vanílico na CBB e CJB, podem estar associados a processos de oxidação, degradação ou esterificação em contato com álcool desses fenólicos em função do contato prolongado com a madeira, evidenciando que o tempo e o processo utilizando barril influencia na degradação e na formação de novos compostos (Cernișev, 2017).

Tabela 3: Perfil de compostos fenólicos das cachaças maturadas com “chips” e em barris.

Compostos fenólicos (mg/L)	CBB	CJB	CBC	CJC
Ácido gálico	ND	2,97 ^a ± 0,02	ND	0,05 ^b ± 0,001
Ácido 3,4 di-hidroxibenzóico	1,42 ^a ± 0,01	0,27 ^b ± 0,003	0,23 ^c ± 0,01	ND
Ácido vanílico	0,25 ^c ± 0,002	ND	0,54 ^b ± 0,02	0,65 ^a ± 0,01
Ácido 4-hidroxibenzóico	ND	0,88 ^c ± 0,02	8,00 ^a ± 0,24	6,89 ^b ± 0,06
Ácido siríngico	1,50 ^a ± 0,01	ND	ND	ND
Ácido trans-cinâmico	0,10 ^b ± 0,0003	ND	0,12 ^a ± 0,003	ND
Naringenina	0,59 ^a ± 0,02	ND	ND	ND
Hesperina	1,75 ^a ± 0,05	ND	ND	ND
Procianidina B1	0,29 ^a ± 0,003	0,02 ^d ± 0,002	0,09 ^b ± 0,004	0,03 ^c ± 0,0003
Epigallocatequina	3,64 ^b ± 0,07	4,22 ^a ± 0,0003	0,27 ^d ± 0,01	0,56 ^c ± 0,03
Catequina	1,49 ^a ± 0,01	0,34 ^b ± 0,01	ND	0,30 ^c ± 0,001
Procianidina B2	0,13 ^d ± 0,002	0,16 ^c ± 0,001	0,65 ^a ± 0,01	0,39 ^b ± 0,002
Epigallocatequina galato	0,09 ^c ± 0,0001	0,06 ^d ± 0,002	0,23 ^b ± 0,01	0,28 ^a ± 0,003
Epicatequina	0,12 ^d ± 0,005	0,15 ^c ± 0,001	0,25 ^a ± 0,004	0,17 ^b ± 0,001
Epicatequina galato	0,88 ^b ± 0,003	0,86 ^b ± 0,01	1,14 ^a ± 0,03	1,11 ^a ± 0,03
Procianidina A2	0,56 ^b ± 0,01	1,06 ^a ± 0,02	ND	ND
Ácido trans-caftárico	ND	ND	0,31 ^b ± 0,01	0,40 ^a ± 0,001

Vanilina	1,25 ^c ± 0,01	0,18 ^d ± 0,001	1,31 ^b ± 0,04	1,83 ^a ± 0,01
Ácido p-cumárico	ND	ND	0,17 ^a ± 0,005	ND
Ácido ferúlico	ND	ND	0,47 ^b ± 0,01	1,23 ^a ± 0,01
Isorhamnetina	0,37 ^a ± 0,004	ND	ND	ND
Hidrato de quercetina	1,43 ^a ± 0,07	ND	ND	ND

Resultados expressos em média ± desvio padrão. Letras iguais nas linhas não diferem entre si pelo teste de Tukey HSD (P<0,005)

CBB: Cachaça maturada em barril de Bálsamo, CJB: Cachaça maturada em barril de Jequitibá, CBC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Bálsamo, CJC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Jequitibá.

ND: Não detectado

Além disso, durante a maturação com a madeira compostos como a vanilina, siringaldeído, coniferaldeído e sinapaldeído atuam tanto como marcadores de envelhecimento da bebida como também são associados a descritores sensoriais como “fumaça”, “especiarias” e “baunilha”, contribuindo no enriquecimento aromático dos destilados (Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016). Dessa forma, a amostra CJC se destacou em relação as outras cachaças quanto à vanilina, como verificado no Mapa de Calor (Figura 6), indicando a possibilidade do aparecimento de notas aromáticas associadas a “baunilha” nessa bebida.

A presença desses ácidos viabiliza reações de esterificação na presença do etanol, formando ésteres. Esses compostos são responsáveis pela manutenção das características sensoriais e são associados a descritores sensoriais de aroma em bebidas alcoólicas (Chatonnet & Dubourdiou, 1998; Cernîșev, 2017; Nie *et al.*, 2023). A partir disso, os valores inferiores do ácido vanílico e vanilina nas amostras CJB e CBB podem estar relacionados principalmente a formação de ésteres na bebida, os quais desempenham um papel importante no desenvolvimento do buquê aromático da cachaça.

Além disso, foi possível observar que as amostras maturadas com os “chips” se destacaram quanto ao ácido vanílico e vanilina, sugerindo que os “chips” conseguem formar compostos associados a marcadores fenólicos e descritores positivos sensoriais mesmo em tempo inferior de maturação. Esse comportamento indica também que a via inicial de degradação da lignina da maturação utilizando os “chips” é a guaiacil, sendo o principal canal de formação da vanilina e do ácido vanílico.

O tempo de maturação, a espécie da madeira e o nível de tosta são alguns dos parâmetros que interferem no processo de extração e degradação da lignina, como também na concentração dos compostos obtidos (Castro *et al.*; 2023; Bortoletto, Correa e Alcarde, 2016). A partir disso,

as diferenças de concentrações da vanilina, ácido siríngico e vanílico entre as cachaças de madeiras do mesmo gênero evidencia o impacto significativo que o tempo e processo utilizado de maturação gera na formação e na degradação desses fenólicos.

Esse comportamento corrobora com o analisado por Bortoletto, Correa e Alcarde (2016) em aguardentes envelhecidas em barris de carvalho, visto que foi verificado que a concentração do ácido vanílico varia ao longo do tempo, diminuindo a partir 12 meses de envelhecimento. Castro *et al.* (2020) também observaram em estudo com cachaças envelhecidas em barris de carvalho que a concentração da vanilina diminuiu após 60 meses de acondicionamento em função da formação de ácidos benzoicos, ressaltando a influência que o tempo possui na composição fenólica das bebidas maturadas com madeira.

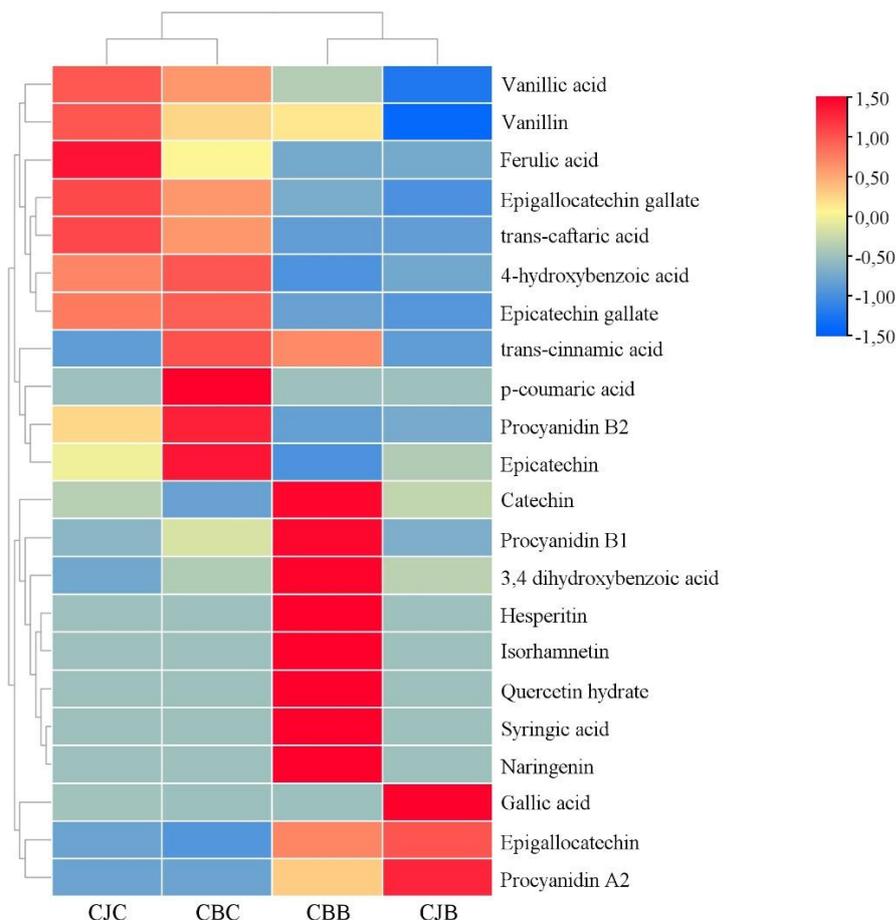
A partir do mapa de calor, foi possível observar que a cachaça maturada com “chips” de bálsamo (CBC) se destacou por apresentar o maior número de ácidos fenólicos em sua composição. Entre eles o ácido 4-hidroxibenzóico, trans-cinâmico e p-cumárico se sobressaíram nesse destilado em relação as outras cachaças, apresentando valores médios de 0,23; 8,00 e 0,17 mg/L, respectivamente. A formação dos ácidos p-cumáricos e p-hidroxibenzoicos são provenientes da oxidação do p-cumárico em uma das vias de degradação da lignina, onde esses compostos são encontrados em bebidas que foram submetidas a envelhecimento de anos (Cernîșev, 2017).

A hidrólise dos taninos presentes na composição química da madeira permite a formação do ácido gálico (Spaho *et al.* 2019). Dentre as amostras analisadas, somente a CJB e CJC foram detectados esse composto fenólico, onde a amostra acondicionada em barril apresentou maior valor, 2,97 mg/mL. Esse comportamento sugere que o aumento do tempo de contato do destilado com o gênero *Carinana* favorece a formação desse ácido. Esse composto fenólico é responsável pela formação do “corpo” e “oleosidade” da bebida, promovendo sensações táteis na boca, como também na contribuição para remoção de sulfetos na bebida (Conner, Reid & Jack, 2003).

A concentração do ácido gálico da amostra CJB foi inferior ao relatado por Bortoletto e Alcarde (2013), no qual a cachaça envelhecida por 36 meses com Jequitibá rosa (*Carinana Legalis*) apresentou valor de 9,1 mg/L desse fenólico. A variação de concentração desse composto entre cachaças maturadas em madeira de mesmo gênero pode estar associada ao tempo, processo utilizado de maturação e o nível de tosta que madeira foi submetida, uma vez que tanto os chips como os barris a informação sobre o nível de tosta é desconhecida. Conforme

relatado por Barbosa *et al.* (2022), o nível de tosta é um dos fatores que impactam nos compostos que são formados e extraídos, influenciando nas concentrações encontradas na bebida.

Figura 6: Mapa de calor dos compostos fenólicos das cachaças maturadas com “chip” e em barris.



CBB: Cachaça maturada em barril de Bálamo, CJB: Cachaça maturada em barril de Jequitibá, CBC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Bálamo, CJC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Jequitibá.

Compostos classificados como flavonóis, como a epigallocatequina, catequina, epilocatequina galato, epicatequina e epicatequina galato, foram detectados nas cachaças. Nas amostras acondicionadas em barris, todos esses compostos fenólicos foram identificados, destacando-se a epigallocatequina, onde CBB e CJB apresentaram valores médios de 3,64 e 4,22 mg/L respectivamente. Esse composto também foi detectado nas amostras CBC e CJC, porém em concentração inferior, sugerindo que ocorre a formação ao longo do tempo, e que o gênero

Carinana promove maior extração e formação desse polifenol mesmo com processos de maturação diferentes.

A epigalocatequina e seus derivados, como epigalocatequina galato, são polifenóis, apresentando mais de uma hidroxila em sua estrutura. As características referentes a quantidade e posição das hidroxilas são determinantes na atuação e na atividade antioxidante desses compostos fenólicos, visto que a alta reatividade do grupo funcional fornece aos polifenóis maior atuação contra os radicais livres, viabilizando efeitos promotores à saúde (Yan *et al.* 2020; Zuo *et al.*, 2018).

A partir disso, as amostras CBC e CJC apresentaram valores superiores de epigalocatequina galato quando comparadas com as de barris, com concentrações de 0,23 e 0,28 mg/L. O mesmo comportamento foi observado para a epicatequina, no qual as cachaças maturadas em “chips” obtiveram maior valor desse composto. Esses resultados evidenciam a possibilidade dessas cachaças apresentarem atividade e atuação antioxidante significativa mesmo em pouco tempo de maturação.

Os valores inferiores da epicatequina da amostra de jequitibá maturada em barril (CJB) pode ser atribuído a formação da procianidina A2, no qual essa amostra possui concentração expressiva desse fenólico. Esse comportamento corrobora com os valores inferiores da epicatequina na CJB, pois esses flavonóis podem estar associados a catequinas por ligação C-O-C, formando fenólicos mais complexos, como a procianidina A2. No que se refere a procianidina B1, a CBB se destaca quanto a esse tanino condensado, validando a não detecção da epicatequina, uma vez que esse fenólico pode estar atrelado com as catequinas presentes nessa amostra por ligação C-C, permitindo a formação da procianidina B1.

A presença das procianidinas B1 e A2 nas amostras maturadas em barris, revelam a necessidade de um período maior de maturação para que os flavonóis extraídos, como epicatequina e catequina, se reorganizem e formem compostos mais complexos. Concentrações mais expressivas das procianidinas nas amostras CBB e CJB podem contribuir para aumento da atividade antioxidante no destilado, visto as procianidinas são fortemente associadas a um potencial antioxidante e atividade hipoglicemiante, e são também atrelados a sensações de adstringência em razão da interação com proteínas (Dai *et al.*, 2024; Cheynier *et al.* 2006).

A Isorhamnetina, quercetina, naringenina e hesperina foram compostos detectados apenas na CBB. A quercetina é um flavonol encontrado em grandes concentrações em frutas

vermelhas, enquanto a naringina e hesperina se destacam na casca de frutas cítricas, como limão e laranja, com alta capacidade antioxidante (Vollmannová *et al.*, 2024; Munir *et al.* 2024). Diante disso, o processo de maturação utilizando barril, a madeira de bálsamo e o tempo prolongado de interação conferiram a essa cachaça um perfil fenólico com compostos que podem contribuir na complexidade de aromas e no potencial bioativo da bebida.

Destaca-se também que observando a Figura 6 verifica-se que foi possível agrupar as amostras por clusters, onde as amostras foram divididas em dois agrupamentos. As amostras CBB e CJB se agruparam em um cluster, indicando que as amostras acondicionadas em barris apresentam um perfil fenólico semelhante, o mesmo ocorrendo com a CJC e CBC. Essa observação enfatiza que as cachaças mesmo com madeiras diferentes apresentaram um perfil semelhante em função do processo semelhante utilizado na maturação da cachaça, além de evidenciar a influência que o tempo de contato com a madeira exerce é determinante na composição fenólica e na complexidade dos compostos formados e extraídos.

Como mencionado anteriormente, alguns compostos fenólicos são associados a atividade antioxidante, influenciando no potencial bioativo das cachaças. Na Figura 7 são apresentados os resultados referentes à atividade antioxidante dos destilados pelos métodos DPPH, FRAP e ABTS. Através dos resultados obtidos, foi possível verificar que o método de redução de ferro foi o que obteve uma maior porcentagem de atividade nas cachaças analisadas. As cachaças maturadas com “chips” de bálsamo apresentou maior porcentagem para esse método, valor médio de 71,49%. As demais amostras apresentam valores iguais estatisticamente para FRAP.

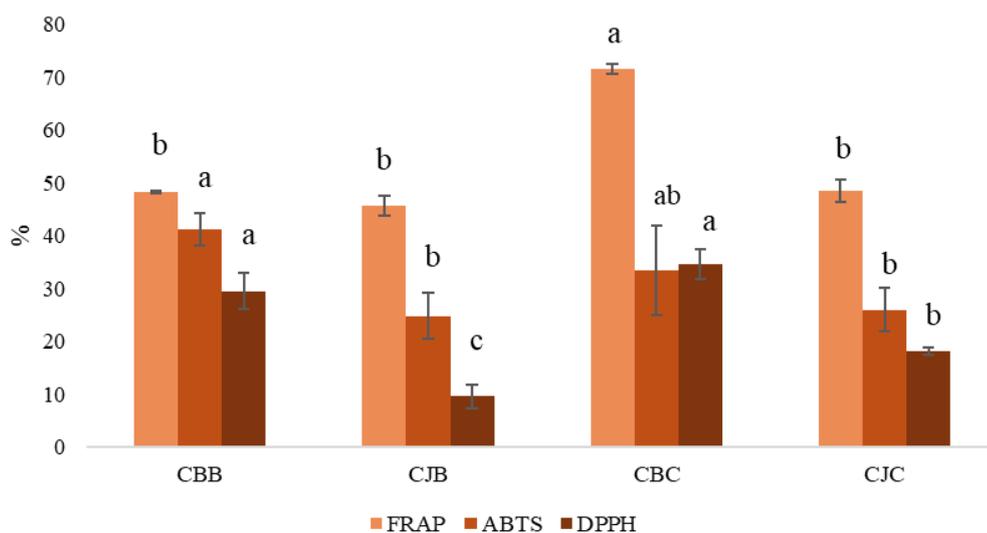
As cachaças CBB e CBC se sobressaíram no método DPPH, obtendo valores médio de 29,44% e 34,62%. Esse comportamento foi semelhante em relação a atividade contra o radical ABTS, onde a CBC além de apresentar valores iguais estatisticamente a amostra comercial de bálsamo, apresentou atividade antioxidante para esse método equivalente as cachaças CJB e CJC, que obtiveram valores de 24,79% e 25,94%.

Os compostos fenólicos apresentam alta atividade antioxidante em função da reatividade que a hidroxila do grupo funcional promove, devido à facilidade de doar átomos de hidrogênio. A atividade antioxidante de compostos químicos tem sua potencialidade atrelada principalmente em função da sua estrutura química. No qual essa atuação antioxidante é vinculada a muitos efeitos benéficos à saúde (Dai *et al.*, 2024; Hu *et al.*, 2024).

De acordo com Hu *et al.* (2024), o mecanismo de atuação dos antioxidantes pode ser influenciado por alguns fatores, entre eles a estrutura química, as interações desses compostos com parâmetros externos, a estrutura química e posição da hidroxila. Através disso, verifica-se a importância do grupo funcional reativo, principalmente a presença e a posição da hidroxila para que a estrutura química do composto seja propensa para o mecanismo de atuação antioxidante, ou seja, mudanças estruturais causadas por reações, degradação e formação de compostos podem modificar o mecanismo de atuação antioxidante.

A hipótese que nas amostras de barris a redução da concentração de ácidos, como o vanílico, esteja associado à formação de outros compostos, como ésteres, pode explicar e embasar os resultados obtidos de atividade antioxidante. Isso é evidenciado pelo comportamento das cachaças de barris, no qual a amostra CBB apresentou resultados inferiores para FRAP quando comparado a CBC, e valores iguais estatisticamente com as outras cachaças para esse método. Além disso, a CJB apresentou resultados semelhantes para ABTS com CJC e CBC, e inferior para DPPH em relação a todas as amostras, demonstrando que ocorre uma estabilização da atividade antioxidante ao longo do tempo.

Figura 7: Atividade antioxidante das cachaças acondicionadas em barris e maturadas com “chips” pelos métodos DPPH, FRAP e ABTS.



Letras minúsculas iguais as amostras de cachaça não diferem entre si pelo teste de Tukey. CBB: Cachaça maturada em barril de Bálamo, CJB: Cachaça maturada em barril de Jequitibá, CBC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Bálamo, CJC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Jequitibá.

Com isso, apesar dos barris conferirem as cachaças um perfil fenólico mais complexo, como a amostra CBB, as interações do destilado com a madeira provocam diversas reações que modificam essa composição química ao longo do tempo, impactando nas características sensoriais e no potencial bioativo da bebida. A partir dos resultados, foi possível observar que os “chips” conseguem apresentar valores expressivos quanto à atividade antioxidante, evidenciando a influência do perfil de fenólicos promissor desenvolvido por meio da maturação acelerada.

5.4 ANÁLISE DOS PRINCIPAIS COMPONENTES APLICADO À CARACTERIZAÇÃO NÃO VOLÁTIL DAS CACHAÇAS

Os resultados referentes a análise dos principais componentes da caracterização não volátil das cachaças são apresentados na Figura 8. A partir dessa análise foi possível observar que o componente F1, responsável por 55,99% da variância total, divide as amostras em função do método de maturação utilizada (barril ou “chips”) e do tempo. As amostras CJB e CBB estão localizadas no quadrante positivo do F1, enquanto as cachaças CBC e CJC estão do lado oposto.

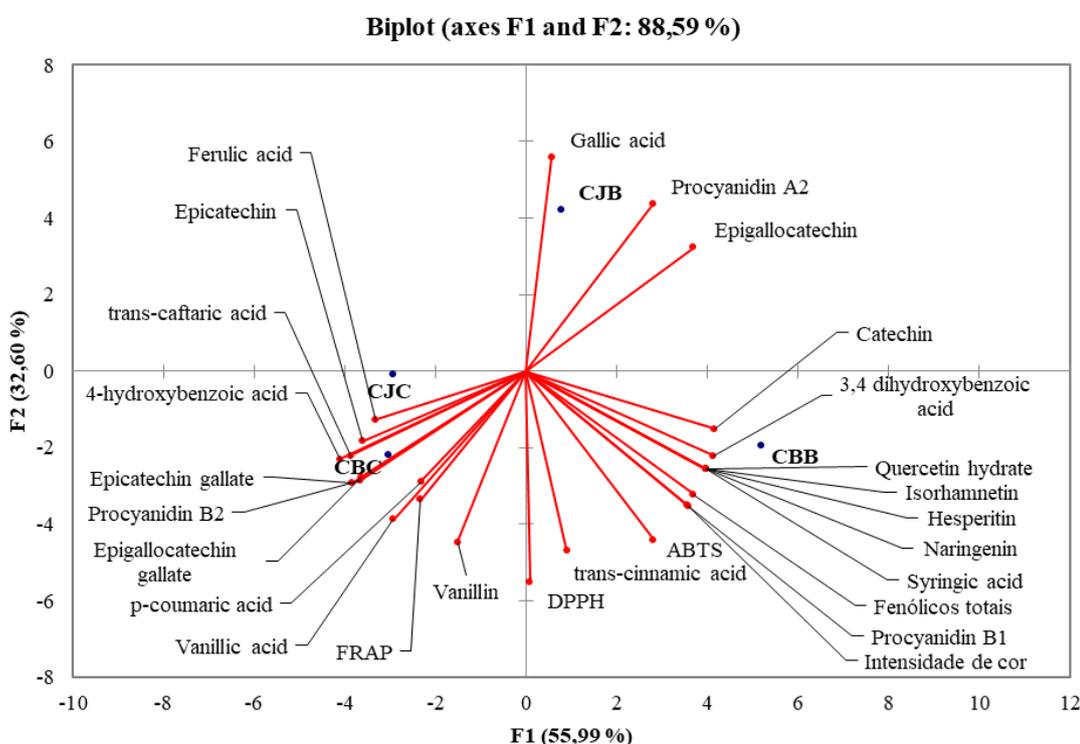
O componente F1, tem correlação positiva para os ácidos 3,4 dihidroxibenzoico e siringíco, como para as procianidinas A2 e B1, fenólicos totais, intensidade de cor, hespertina, naringenina, isorhamnetina, catequina e quercetina. A partir do PCA, pode-se compreender que o processo de maturação com barris, como o tempo prolongado de contato da madeira com o destilado confere as cachaças um perfil químico enriquecido, com presença mais expressiva de flavonóis, além de ácido fenólicos e taninos condensados. O destaque no teor de fenólicos totais e intensidade de cor das cachaças de barris é mostrado no agrupamento desses parâmetros no quadrante positivo da F1, onde o comportamento obtido resulta principalmente do perfil de fenólicos apresentado nessas amostras.

Além disso, é possível observar que a amostra CBB tem agrupamento a um perfil diferenciado pela composição de flavonóis, como quercetina, naringenina e isorhamnetina, além da intensidade de cor ser uma variável de grande impacto nessa amostra, resultado da composição obtida por meio do barril, apresentando agrupamento positivo forte junto aos flavonóis. De fato, maiores concentrações de fenólicos totais são notadas em amostras envelhecidas em barris, concomitantemente ocorre expressividade na intensidade de cor, onde

a amostra que obteve maior destaque pela ANOVA no que tange esses parâmetros foi a CBB, sendo coerente com o observado na Figura 8.

Por outro lado, a CJB apresentou um perfil mais neutro e próximo ao centro, com menos influência dos flavonóis. Ainda, o agrupamento próximo a procianidina A2 e epilocatequina apresentam uma correlação positiva. Pela distribuição dessa amostra no gráfico, foi possível verificar que a CJB apresenta um comportamento moderado e mais neutro no que se refere a complexidade de compostos extraídos e formados, visto que não está fortemente associado a variáveis como intensidade de cor, fenólicos totais e os flavonóis como a CBB. Essa observação sugere que essa espécie de madeira não fornece um perfil químico rico em uma variedade de compostos fenólicos mesmo em tempo mais prolongado de maturação, apresentando uma composição com maior influência de taninos condensados como procianidina A2 e da epicatequina.

Figura 8: Análise de Componentes Principais de cachaças maturadas.



CBB: Cachaça maturada em barril de Bálamo, CJB: Cachaça maturada em barril de Jequitibá, CBC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Bálamo, CJC: Cachaça maturada com “chips” de madeira de Jequitibá.

No que se refere aos “chips”, a distribuição dessas amostras se concentra no quadrante negativo do F1, apresentando uma caracterização com associação a ácidos ferúlico, trans-caftárico, 4-hidroxibenzoico, p-cumárico, vanílico, além da procianidina B2, epicatequina galato, epigallocatequina galato e epicatequina. A posição das cachaças maturadas com “chips” de madeira conseguem mostrar que a maturação acelerada promove uma composição química com presença mais expressiva de ácidos fenólicos, mas também alguns flavonóis e atividade antioxidante pelo método FRAP.

Pela figura foi possível observar que os métodos de avaliação antioxidante, como FRAP e ABTS estão agrupados próximos a ácidos fenólicos e taninos condensados, evidenciando que esses compostos podem conferir as amostras atuação bioativa relevante. A cachaça CBC apresenta uma associação forte a flavonóis como e epicatequina galato, taninos condensados como procianidina B2 e ácidos fenólicos como ácido p-cumárico, vanílico e 4-hidroxibenzoico.

O posicionamento dessa cachaça no Biplot reflete o método de maturação realizada, como também a espécie de madeira, visto que quando comparada a CBB, essa amostra não está vinculada a maior variedade de flavonóis, resultando em uma composição rica em ácidos fenólicos no quais estão agrupados a atuação antioxidante. Esse comportamento sugere que essa cachaça devido ao curto período de maturação não consegue obter uma variedade maior de fenólicos, entretanto os compostos obtidos conferem atividade antioxidante significativa, contribuindo para atuação bioativa no destilado.

Da mesma forma que a amostra CJB apresentou um posicionamento próximo ao centro, a CJC também, no qual é possível observar que essa amostra não possui uma associação as variáveis F1 e F2, porém apresentando proximidade ao ácido ferúlico e trans-caftárico. Essa característica evidencia o comportamento da espécie de jequitibá quanto à transferência de compostos, demonstrando um impacto menos intenso na composição química do destilado.

Em relação aos marcadores de envelhecimento, o posicionamento do ácido vanílico e vanilina no quadrante negativo de F1, próximo as amostras CBC e CJC, sugerindo que a utilização dos “chips” em 1 mês de maturação consegue extrair compostos fundamentais na composição química do destilado, entretanto não apresentam um perfil enriquecido com variedade de outros compostos, como a CBB apresenta.

Com isso, o PCA aplicado na caracterização não volátil das cachaças permitiu compreender que parâmetros como tempo, espécie de madeira, utilização de “chips” ou barril

interferem na composição química dos destilados. O tempo prolongado e uso de barris promovem um perfil mais complexo e variado, entretanto a espécie de madeira apresenta forte impacto no perfil obtido, onde o bálsamo apresenta maior influência no enriquecimento químico da cachaça. Além disso, os “chips” conseguem apresentar um perfil mais moderado, com compostos marcadores de envelhecimento e atividade antioxidante significativa.

6 CONCLUSÃO

O presente estudo observou a influência que o uso de barris em cachaças e de “chips” em maturação acelerada provocam na composição química da cachaça. Com isso foi possível observar que o tipo de maturação realizada impacta significativamente na composição química, principalmente nos parâmetros de ésteres totais, álcoois superiores, fenólicos totais e intensidade de cor. O perfil de fenólicos também evidenciaram as diferenças que a maturação exerce na composição de compostos fenólicos, e em especial no que se refere aos marcadores do envelhecimento, como ácido siríngico, vanílico e vanilina, no qual foi observado que os “chips” obtiveram valores mais expressivos desses marcadores e as cachaças de barris um perfil com mais variedade de compostos.

Além disso, foi observado também que além da forma de maturação realizada, o tipo de madeira (espécie) e o tempo são fatores determinantes, uma vez que o bálamo apresentou mais expressividade na intensidade de cor, fenólicos totais, b^* e C de cor instrumental. A atividade antioxidante se mostrou um parâmetro que em função do tempo se estabiliza, ou seja, independente do uso de barril ou “chips”, a interação da madeira com o destilado confere compostos que apresentam atividade antioxidante em pouco tempo e que se consolidam ao longo do processo.

Com isso, apesar dos barris conferirem as cachaças um perfil fenólico mais complexo e robusto, os “chips” apresentaram mesmo em pouco tempo um perfil fenólico moderado com presença de alguns dos marcadores fenólicos do envelhecimento, desenvolvimento de cor e atividade antioxidante significativa, conferindo as cachaças características promissoras mesmo em um processo de maturação acelerada. A partir disso, essas descobertas contribuem para o melhor entendimento dos impactos gerados pelo tipo de maturação utilizada, como também mostra a eficiência do uso dos “chips” nas transformações da composição química de cachaças, indicando um potencial método alternativo para maturação de destilados.

REFERÊNCIAS

- AOAC: ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF AOAC INTERNATIONAL. 17th ed., AOAC International, Arlington, 2000.
- ALCARDE, André Ricardo. **Cachaça: ciência, tecnologia e arte**. Editora Blucher, 2017.
- ALENCAR, N. M. M. *et al.* Sensory profile and check-all-that-apply (cata) as tools for evaluating and characterizing syrah wines aged with oak chips. **Food Research International**, v. 124, p. 156-164, 2019.
- AMERINE, M. A.; OUGH, C. S. **Methods for analysis os musts and wines**. New York: Jonh Wiley, 1980. 314p.
- BARBOSA, R. B. *et al.* Physical–chemical profile and quantification of phenolic compounds and polycyclic aromatic hydrocarbons in cachaça samples aged in Oak (*Quercus sp.*) barrels with different heat treatments. **Food and Bioprocess Technology**, v. 15, n. 9, p. 1977-1987, 2022.
- BENZIE, I. F. F.; STRAIN, J. J. Ferric reducing/antioxidant power assay: direct measure of total antioxidant activity of biological fluids and modified version for simultaneous measurement of total antioxidant power and ascorbic acid concentration. **Methods in Enzymology**, v. 299, p. 15-27, 1999.
- BRAND-WILLIAMS, W.; CUVELIER, M.E.; BERSET C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. **LWT Food Science and Technology**, v. 28, p. 25–30, 1995.
- BRASIL. Ministério de Agricultura. Portaria Nº 539, de 26 de dezembro de 2022. **Estabelece os Padrões de Identidade e Qualidade da aguardente de cana e da cachaça**. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, 26 dez. 2022.
- BRASIL. Ministério da Agricultura e Pecuária. **Anuário da Cachaça 2024: ano de referência 2023**. Brasília: MAPA/SDA, 2024.
- BORTOLETTO, A. M. **Influência da madeira na qualidade química e sensorial da aguardente de cana envelhecida**. 2016. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2016.
- BORTOLETTO, A. M. **Composição química de cachaça maturada com lascas tostadas de madeira de carvalho proveniente de diferentes florestas francesas**. 2013. Dissertação (Mestrado em Ciências: Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.
- BORTOLETTO, A. M.; ALCARDE, A. R. Assessment of chemical quality of Brazilian sugar cane spirits and cachaças. **Food Control**, v. 54, p. 1-6, 2015.

BORTOLETTO, A. M.; SILVELLO, G. C.; ALCARDE, A. R. Chemical and microbiological quality of sugar cane juice influences the concentration of ethyl carbamate and volatile congeners in cachaça. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 121, n. 2, p. 251-256, 2015.

BORTOLETTO, A. M.; SILVELLO, G. C.; ALCARDE, A. R. Aromatic profiling of flavor active compounds in sugarcane spirits aged in tropical wooden barrels. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 24, p. e2019071, 2021.

BORTOLETTO, A. M.; ALCARDE, A. R. Congeners in sugar cane spirits aged in casks of different woods, **Food Chemistry**, v. 139, p. 695-701, 2013.

BORTOLETTO, A. M.; CORREA, A. C.; ALCARDE, A. R. Aging practices influence chemical and sensory quality of cachaça. **Food Research International**, v. 86, p. 46-53, 2016.

CANAS, S. *et al.* Phenolic profile and colour acquired by the wine spirit in the beginning of ageing: Alternative technology using micro-oxygenation vs traditional technology. **Lwt**, v. 111, p. 260-269, 2019.

CARVALHO, D. G. *et al.* Determination of the concentration of total phenolic compounds in aged cachaça using two-dimensional fluorescence and mid-infrared spectroscopy. **Food chemistry**, v. 329, p. 127142, 2020.

CARVALHO, P. E. R. *Espécies Arbóreas Brasileiras*. Brasília: Embrapa Informação Tecnológica; Colombo: Embrapa Florestas, 2003. 1039 p. (Coleção Espécies Arbóreas Brasileiras). ISBN 85-7383-167-7.

CASTRO, M. C. *et al.* Maturation-related phenolic compounds in cachaça aged in oak barrels: Influence of reuses. **Wood Science and Technology**, v. 57, n. 3, p. 781-795, 2023.

CASTRO, M. C. *et al.* Lignin-derived phenolic compounds in cachaça aged in new barrels made from two oak species. **Heliyon**, v. 6, n. 11, 2020.

CASTRO, M. C. **Caracterização química e sensorial do grau de maturação de cachaça envelhecida em tonéis novos de carvalho: avaliação dos compostos fenólicos marcadores de envelhecimento**. 2020. Dissertação (Mestrado em Ciências – Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2020.

CERNÎȘEV, S. Analysis of lignin-derived phenolic compounds and their transformations in aged wine distillates. **Food Control**, v. 73, p. 281-290, 2017.

COELHO, E. *et al.* Reuse of oak chips for modification of the volatile fraction of alcoholic beverages. **LWT**, v. 135, p. 110046, 2021.

COLDEA, T. E. *et al.* Volatile and phenolic profiles of traditional Romanian apple brandy after rapid ageing with different wood chips. **Food Chemistry**, v. 320, p. 126643, 2020.

CONNER, J.; REID, K.; JACK, F. Maturation and blending. In: **Whisky**. Academic Press, 2003. p. 209-240.

- CHATONNET, P.; DUBOURDIEU, D. Comparative study of the characteristics of American white oak (*Quercus alba*) and European oak (*Quercus petraea* and *Q. robur*) for production of barrels used in barrel aging of wines. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 49, n. 1, p. 79-85, 1998.
- CHEN C. *et al.* TBtools-II: A "one for all, all for one" bioinformatics platform for biological big-data mining. **Molecular Plant**, v. 16, p. 1733-1742, 2023.
- CHEYNIER, V. *et al.* Structure and properties of wine pigments and tannins. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 57, n. 3, p. 298-305, 2006.
- CROFT, K. D. *et al.* Screening plant derived dietary phenolic compounds for bioactivity related to cardiovascular disease. **Fitoterapia**, v. 126, p. 22-28, 2018.
- DAI, J. *et al.* Identification of procyanidins as α -glucosidase inhibitors, pancreatic lipase inhibitors, and antioxidants from the bark of *Cinnamomum cassia* by multi-bioactivity-labeled molecular networking. **Food Research International**, v. 192, p. 114833, 2024.
- DUAN, B. *et al.* Characterization of volatile compounds and sensory properties of spine grape (*Vitis davidii* Foex) brandies aged with different toasted wood chips. **Food Chemistry: X**, v. 23, p. 101777, 2024.
- DELGADO-GONZÁLEZ, M. J. *et al.* Colour evolution kinetics study of spirits in their ageing process in wood casks. **Food Control**, v. 119, p. 107468, 2021.
- FILHO, V. W. G. **Bebidas alcoólicas**. 2. ed. São Paulo: Editora Blucher, 2016.
- HU, Y. *et al.* A mini-review: Exploring the application prospects of the three major rules in the field of antioxidants. **Journal of Molecular Structure**, p. 137746, 2024.
- JANZANTTI, N. S. Compostos voláteis e qualidade de sabor da cachaça. **Compostos Voláteis e qualidade de sabor de cachaça**, 2004.
- JORDÃO, A. M. *et al.* Phenolic content, volatile composition and sensory profile of red wines macerated with toasted woods from different South American botanical species. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 137, p. 106854, 2024.
- KRÜGER, R. T.; ALBERTI, A.; NOGUEIRA, A. Current technologies to accelerate the aging process of alcoholic beverages: A review. **Beverages**, v. 8, n. 4, p. 65, 2022.
- KRÜGER, R. T. **Avaliação de bagaço de maçã imobilizado e de diferentes madeiras tratadas com ultrassom na extração fenólica durante o envelhecimento de licor de maçã**. 2024. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2024.
- LIMA, C. M. G. *et al.* A state-of-the-art review of the chemical composition of sugarcane spirits and current advances in quality control. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 106, p. 104338, 2022.

LIMA, M. S. *et al.* A robust method for quantifying 42 phenolic compounds by RP-HPLC/DAD: Columns performance and characterization of Brazilian Citrus peels. **Food Chemistry**, v. 460, p. 140807, 2024.

MARTÍNEZ-GIL, A. *et al.* Alternative woods in enology: Characterization of tannin and low molecular weight phenol compounds with respect to traditional oak woods. A review. **Molecules**, v. 25, n. 6, p. 1474, 2020.

MASSON, G.; PUECH, J. L.; MOUTOUNET, M. The chemical composition of barrel oak wood. 1996.

MOSEDALE, J. R.; PUECH, J.-L. Wood maturation of distilled beverages. **Trends in Food Science & Technology**, v. 9, n. 3, p. 95-101, 1998.

MOREIRA, R. FA; NETTO, C. C.; DE MARIA, C. AB. A fração volátil das aguardentes de cana produzidas no Brasil. **Química Nova**, v. 35, p. 1819-1826, 2012.

MORI, F. A. *et al.* Utilização de eucaliptos e de madeiras nativas no armazenamento da aguardente de cana-de-açúcar. **Food Science and Technology**, v. 23, p. 396-400, 2003.

MUNIR, H. *et al.* Unveiling the Chemistry of Citrus Peel: Insights into Nutraceutical Potential and Therapeutic Applications. **Foods**, v. 13, n. 11, p. 1681, 2024.

NIE, X. *et al.* Effects of oak chips on quality and flavor of persimmon brandy: A comprehensive analysis of volatile and non-volatile compounds. **LWT**, v. 183, p. 114915, 2023.

OLIVEIRA, S. *et al.* A green method for the authentication of sugarcane spirit and prediction of density and alcohol content based on near infrared spectroscopy and chemometric tools. **Food Research International**, v. 170, p. 112830, 2023.

PANG, X. *et al.* A comprehensive review of spirit drink safety standards and regulations from an international perspective. **Journal of food protection**, v. 80, n. 3, p. 431-442, 2017.

RE, R.; PELLEGRINI, N.; PROTEGGENTE, A.; PANNALA, A.; MIN YANG, M.; RICE EVANS, C. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. **Free Radical Biology and Medicine**, v.26, p.1231-1237, 1999.

SAUVAGEOT, N. *et al.* Glycerol metabolism in *Lactobacillus collinoides*: production of 3-hydroxypropionaldehyde, a precursor of acrolein. **International journal of food microbiology**, v. 55, n. 1-3, p. 167-170, 2000.

SADEGHI, A. *et al.* Seaweed-derived phenolic compounds as diverse bioactive molecules: A review on identification, application, extraction and purification strategies. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 131147, 2024.

SPAHO, N. *et al.* Aroma compounds in barrel aged apple distillates from two different distillation techniques. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 125, n. 3, p. 389-397, 2019.

SILVA, V. P. ; SOUZA, J. B. ; QUEIROZ, A. L. M. ; RIBEIRO FILHO, N. M. ; BEZERRA, T.K.A. . Cachaça Production: a review from sugarcane to a spirit. **Journal Of The Institute Of Brewing**, v. 129, p. 1-17, 2023.

SILVELLO, G. C.; ALCARDE, A. R. Experimental design and chemometric techniques applied in electronic nose analysis of wood-aged sugar cane spirit (cachaça). **Journal of Agriculture and Food Research**, v. 2, p. 100037, 2020.

SILVELLO, G. C. *et al.* New approach for barrel-aged distillates classification based on maturation level and machine learning: A study of cachaça. **Lwt**, v. 140, p. 110836, 2021.

SOUZA, L. M. *et al.* Produção de cachaça de qualidade. Piracicaba: ESALQ, p. 72, 2013.

SOUZA, E. G. T. *et al.* Accelerated aging of Brazilian sugarcane spirit: Impact of wood chips reuse on the phenolic and volatile profile of the beverage. **Food Chemistry**, p. 143163, 2025.

TAMBE, V. D; BHAMBAR R. S. Estimation of Total Phenol, Tannin, Alkaloid and Flavonoid in Hibiscus Tiliaceus Linn. Wood Extracts. **Journal Of Pharmacognosy And Phytochemistry**, Pravara, v. 1, n. 8, p. 413-736, 28 jul. 2014.

VIVAS, N. *et al.* Origin and characterisation of the extractable colour of oak heartwood used for ageing spirits. **Journal of Wood Science**, v. 66, p. 1-9, 2020.

VOLLMANNOVÁ, A. *et al.* Quercetin as one of the most abundant represented biological valuable plant components with remarkable chemoprotective effects-a review. **Heliyon**, 2024.

WU, Z. *et al.* Comprehensive analysis of risk factors (methanol, acetaldehyde and higher alcohols) in alcoholic beverages and their reduction strategies: GC–MS analysis and modified activated carbon adsorption and characterization. **Food Chemistry**, v. 460, p. 140461, 2024.

YAN, Z. *et al.* Antioxidant mechanism of tea polyphenols and its impact on health benefits. **Animal Nutrition**, v. 6, n. 2, p. 115-123, 2020.

YAN, T. *et al.* Chemical characterization and sensory properties of apple brandies aged with different toasted oak chips and ultra-high-pressure treatments. **Food Chemistry**, v. 442, p. 138390, 2024.

ZHISHEN, J.; MENGCHENG, T.; JIANMING, W. **The determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals** **Food Chemistry**, 1999.

ZUO, A. *et al.* The antityrosinase and antioxidant activities of flavonoids dominated by the number and location of phenolic hydroxyl groups. **Chinese medicine**, v. 13, p. 1-12, 2018.