

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS**

***MATURAÇÃO DE AGUARDENTE DE CANA COMPOSTA COM
EXTRATO DE MADEIRA DE CARVALHO EM EMBALAGENS DE
POLIETILENO TEREFALATO (PET)***

Flávio João Forlin
Engenheiro Agrônomo

Prof. Dr. Roberto Hermínio Moretti
Orientador

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos
da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do Título de Doutor
em Tecnologia de Alimentos

CAMPINAS – SP
2005

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA F.E.A. – UNICAMP

F765m Forlin, Flávio João
Maturação de aguardente de cana composta com extrato de madeira de carvalho em embalagens de polietileno tereftalato (PET) / Flávio João Forlin. – Campinas, SP: [s.n.], 2005.

Orientador: Roberto Hermínio Moretti
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1.Aguardente de cana de açúcar. 2.Extrato de carvalho.
3.Maturação. 4.Polietileno Tereftalato - PET. 5.Cachaça.
I.Moretti, Roberto Hermínio. II.Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos.
III.Título.

cars-fea

Palavras-chave em inglês (Keywords): Brazilian sugar-cane spirit, Oak extract, Maturation, Polyethylene terephthalate, Cachaça

Titulação: Doutor em Tecnologia de Alimentos

Banca examinadora: Roberto Hermínio Moretti

Ivana Maria Pereira Amstalden

Carlos Alberto Rodrigues Anjos

João Bosco Faria

Fernando Valadares Novaes

Evelyn de Souza Oliveira

Helena Maria André Bolini Cardello

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Roberto Hermínio Moretti
UNICAMP/FEA

Prof^a. Dr^a. Ivana Maria Pereira Amstalden
UNICAMP/COTUCA

Prof. Dr. Carlos Alberto Rodrigues Anjos
UNICAMP/FEA

Prof. Dr. João Bosco Faria
UNESP/Faculdade de Ciências Farmacêuticas

Prof. Dr. Fernando Valadares Novaes
ESALQ/USP
fvnovaes@terra.com.br

Prof^a. Dr^a. Evelyn de Souza Oliveira
UFMG/Faculdade de Farmácia

Prof^a. Dr^a. Helena Maria André Bolini Cardello
UNICAMP/DEPAN

Dias melhores

*Vivemos esperando,
dias melhores.
dias de paz, dias a mais.
Dias que não deixaremos para trás.
Vivemos esperando,
o dia em que seremos melhores.
Melhores no amor, melhores na dor.
Melhores em tudo.
Vivemos esperando,
o dia em que seremos para sempre.
Vivemos esperando,
dias melhores para sempre.*

(Rogério Flausino)

A Maria,

*pelo que sonhamos,
indelével existência e amor.*

Dedico.

AGRADECIMENTOS

A Unicamp pela oportunidade de desenvolvimento do Curso.

Ao professor Roberto Hermínio Moretti pela orientação.

Aos demais professores do DTA/FEA pela oportunidade de convívio acadêmico e experiência técnico-científica.

A Sucuriú Indústria e Comércio Ltda, Coatec Industrial e Comercial Ltda e Rhodia-ster Ltda pelo fornecimento de material experimental.

Ao Laboratório de Análises de Bebidas e Vinagres de Andradadas-MG do Ministério da Pecuária, Agricultura e Abastecimento pela colaboração na realização das análises cromatográficas.

Aos apreciadores de cachaça pela inestimável contribuição na realização dos testes sensoriais.

Aos funcionários do DTA, de forma especial a Ana Maria, Ana Lourdes, Ana Koon, Priscila, Marlene, Adauto, pelo apoio e auxílio técnico, carinho, paciência e amizade.

Aos bibliotecários da Faculdade de Engenharia de Alimentos pela atenção, orientação e empenho nas pesquisas bibliográficas.

Aos colegas do Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) e de outras Unidades da Unicamp pelo convívio acadêmico, amizade, colaboração e estímulo.

Ao Banco do Brasil S.A. e colegas da Gerel-Porto Alegre-RS, Gerel-Campinas-SP e URR Pelotas-RS, apoios estratégicos, amizade e estímulo.

Aos familiares, suportes emocionais em todos os momentos.

A Rosane *Maria*, pelas contribuições acadêmico-profissionais, presença, amizade, privilégio de conviver e amor.

Aos membros da Banca Examinadora pelas contribuições na tese.

A Deus, por tudo.

SUMÁRIO

	Página
RESUMO GERAL.....	xv
GENERAL ABSTRACT.....	xvii
INTRODUÇÃO GERAL	1

CAPÍTULO 1

Revisão bibliográfica geral

1. Revisão bibliográfica geral	5
1.1. Aspectos sócio-econômicos de produção, consumo e comercialização de aguardente de cana e cachaça.....	5
1.2. Padrões de identidade e qualidade de destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar, aguardente de cana e cachaça.....	7
1.3. Caracterização físico-química e sensorial de aguardente de cana e cachaça.....	10
1.4. Estabilização de bebidas destiladas, aguardente de cana e cachaça.....	19
1.5. Utilização de compostos de madeira de carvalho na maturação de bebidas destiladas e aguardente de cana	28
1.6. Utilização de embalagens de PET no acondicionamento e/ou maturação de aguardente de cana.....	35
2. Referências bibliográficas.....	40

CAPÍTULO 2

Obtenção de extrato de madeira de carvalho triturada por maceração com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar para maturação de aguardente de cana

Resumo.....	55
Abstract.....	56

1. Introdução.....	57
2. Material e métodos.....	59
2.1. Madeira de carvalho.....	59
2.2. Destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA).....	61
2.3. Maceração da madeira de carvalho com DASCA e obtenção de extrato.....	61
2.4. Determinações físico-químicas.....	62
2.4.1. pH.....	62
2.4.2. Teor alcoólico real a 20°C, acidez volátil, fixa e total e extrato seco....	63
2.4.3. Compostos fenólicos totais.....	63
2.4.4. Cor.....	63
2.4.6. Aldeídos totais, ésteres totais e álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico.....	63
3. Resultados e discussão.....	64
4. Conclusões.....	78
5. Referências bibliográficas.....	80

CAPÍTULO 3

Maturação de aguardente de cana composta com extrato de carvalho em embalagens de PET

Resumo.....	85
Abstract.....	86
1. Introdução.....	87
2. Material e métodos.....	89
2.1. Aguardente de cana.....	87
2.2. Extrato de carvalho.....	87
2.3. Acondicionamento da aguardente de cana.....	87
2.3.1. Embalagens de vidro.....	87
2.3.2. Barris de carvalho.....	89
2.3.3. Embalagens de PET.....	90

2.3.3.1. Caracterização das embalagens de PET	91
2.4. Experimentos e tratamentos.....	92
2.5. Determinações físico-químicas.....	94
2.5.1. Grau alcoólico real a 20°C.....	94
2.5.2. pH.....	94
2.5.3. Acidez volátil, fixa e total.....	94
2.5.4. Compostos fenólicos totais.....	94
2.5.5. Cor.....	95
2.5.6. Massa aparente.....	95
2.5.7. Aldeídos totais, ésteres totais e álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico.....	95
2.6. Análise estatística dos resultados.....	96
3. Resultados e discussão.....	97
4. Conclusões.....	126
5. Referências bibliográficas.....	127
6. Apêndice.....	132

CAPÍTULO 4

Aceitabilidade de aguardente de cana composta com extrato de carvalho maturada em embalagens de PET

Resumo.....	141
Abstract.....	142
1. Introdução.....	143
2. Material e métodos.....	145
2.1. Aguardente de cana.....	145
2.2. Avaliação sensorial.....	145
2.3. Análise estatística dos resultados.....	148
3. Resultados e discussão.....	149
4. Conclusões.....	168
5. Referências bibliográficas.....	169

6. Apêndice.....	172
CONCLUSÕES GERAIS	175

RESUMO GERAL

FORLIN, F.J. **Maturação de aguardente de cana composta com extrato de madeira de carvalho em embalagens de polietileno tereftalato (PET)**. Campinas. 2005. 176p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

A elaboração de extrato por maceração de madeira de carvalho triturada com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA) para maturação de aguardente de cana mostra vantagens de processo e econômicas por racionalizar a utilização e otimizar a extração de compostos da madeira, reduzir o tempo de maturação da bebida, prescindindo da utilização de tonéis de carvalho. A utilização de embalagens de PET mostra viabilidade para o acondicionamento e/ou maturação de destilados em substituição aos tonéis de madeira tradicionalmente utilizados, por suas características de integridade estrutural, permeabilidade seletiva e inocuidade com a bebida. Foram obtidos 13 extratos por macerações contínuas em batelada a partir de mesma quantidade de madeira de carvalho triturada, nas formas tostada e não tostada, com DASCA de teor alcoólico de 55% em volume, a 20°C. O extrato de cada maceração foi estudado quanto ao extrato seco, compostos fenólicos totais, pH, acidez volátil, fixa e total e cor. A unificação dos extratos integrais das 5 primeiras macerações originaram um extrato resultante do qual foram obtidas as dosagens de 20, 40 e 60mL utilizadas na maturação de aguardente de cana em embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L e vidro de 4,7L, durante 4, 8 e 12 meses. Aguardente de cana sem extrato foi maturada paralelamente em barris de carvalho de 200L, durante 4, 8, 12, 36 e 48 meses. A maturação da bebida foi acompanhada com o estudo de perda de massa, teor alcoólico real, pH, acidez volátil, fixa e total, compostos fenólicos totais, cor, álcoois superiores (isoamílico, isobutílico e n-propílico), aldeídos e ésteres totais em cada período de maturação correspondente. As aguardentes de cana maturadas em embalagens de PET, vidro e barris de carvalho, em cada período de maturação, incluindo o tempo zero, foram submetidas ao teste de aceitação com 81 consumidores, avaliando-se os atributos cor, aroma, sabor e impressão global, utilizando escala hedônica não estruturada de 9cm. Os resultados das análises físico-químicas e sensorial de aceitabilidade foram tratados com análise de variância e comparação de médias pelos testes de Duncan ($p \leq 0,05$) e Tukey ($p \leq 0,10$), respectivamente. O atributo impressão global da análise de aceitação foi complementarmente analisado pelo método Mapa de Preferência Interno (MDPREF). O extrato resultante originado da mistura dos extratos integrais das cinco primeiras macerações (acumulando 41 dias de maceração), no contexto de 13 macerações (acumulando 346 dias de maceração), resultou na extração de 74,5% de extrato seco, 67,5% de compostos fenólicos totais, 83,9% de acidez fixa e 67,7% de acidez total. A maturação da aguardente de cana pela incorporação de 20, 40 e 60mL deste extrato/L de

aguardente de cana alterou significativamente ($p \leq 0,05$) o perfil físico-químico e sensorial da bebida, agregando cor e compostos fenólicos totais, reduzindo o pH, incrementando a acidez total, volátil e fixa e a composição orgânica de aldeídos e ésteres totais e de álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico. O período de maturação de 12 meses em embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L alterou o perfil físico-químico da aguardente de cana, diminuindo a acidez volátil e total e de aldeídos totais, incrementando a acidez fixa e o teor de ésteres totais. O aumento de volume das embalagens de PET refletiu em menores perdas de massa e maiores incrementos de ésteres totais. A aguardente de cana maturada 12 meses em embalagens de PET e vidro com a incorporação de extrato de carvalho mostrou similar aceitabilidade pelos consumidores, em relação à bebida maturada em barris de carvalho, entre 12 até 48 meses. A incorporação na aguardente de cana de dosagens de extrato de 20, 40 e 60mL/L determinou incrementos significativos ($p \leq 0,10$) de aceitabilidade da bebida maturada em embalagens de PET e vidro, independentemente do tempo de maturação. O atributo cor, originado pela incorporação de distintas dosagens de extrato à aguardente de cana, foi o de melhor aceitabilidade pelos consumidores, seguido pelo aroma, impressão global e sabor.

Palavras-chave: aguardente de cana; cachaça; extrato de carvalho; maturação; PET.

GENERAL ABSTRACT

FORLIN, F.J. **Brazilian sugar-cane spirit maturation with brazilian sugar-cane spirit oak extract in PET packages.** Campinas. 2005. 176p. Thesis (Doctor in Food Technology) – Faculty of Food Engineering, State University of Campinas, Campinas, 2005.

The elaboration of extract through maceration of brazilian sugar-cane spirit (BSCS) with oak wood grinded for brazilian sugar-cane spirit maturation shows advantages of process as well as economic ones, such as rationalization of the utilization, optimization of wood compounds extraction, reduction of the maturation time of the drink, renouncing the utilization of oak wood barrels. The utilization of PET packages shows its viability for storage and/or maturation of distilled beverages in substitution to the traditionally used wood structures for its structural integrity characteristics, selective permeability and innocuousness with the content. It was obtained 13 oak extracts by sequential units macerations using fixed quantity of toasted and not toasted grinded wood with BSCS 50°GL/20°C. Each extract was studied with the dry extract, total phenolic compounds, fixed, volatile and total acidity and colour. The unification of the integral units extracts from the five initial macerations produced the resultant extract for which were obtained the 20, 40, 60mL dosages for BSCS maturation in 0.250, 2, and 20L PET packages and in 4,7L glass packages during 4, 8 and 12 months. This study went along with the maturation of BSCS in 200L oak barrels during 4, 8, 12, 36 and 48 months. The maturation process of BSCS was physical-chemically accompanied by the study of mass losses, real alcoholic level, fixed, volatile and total acidity, total phenolic compounds, colour, superior alcohols (isoamilic, isobutilic, and n-propilic), total esters and aldehydes, in each specific times, included at zero time. An acceptance test also took place involving 81 BSCS consumers through their manifestation concerning the attributes colour, aroma, flavour and global impression using a non-structured 9cm hedonic scale. The physical-chemical and acceptance tests results were statistically treated with variance analysis and Duncan ($p \leq 0.05$) and Tukey ($p \leq 0.10$) tests for average comparisons, respectively. The global impression attribute of the acceptance test was supplementary treated by Multidimensional Preference Analysis (MDPREF) method. The resultant extract obtained of the mixture of the five initial units macerations (totalizing 41 days of maceration) in context of thirteen units macerations (totalizing 346 days of maceration) resulted in 74.5% dry extract, 67.5% total phenolic compounds, 83.9% fixed acidity and 67.7% total acidity extraction. The incorporation of 20, 40, and 60mL of this extract per liter for BSCS maturation were significant effect ($p \leq 0.05$) on physical-chemical profile of the beverage, associating to it colour and total phenolic compounds, reducing pH, adding volatile and fixed total acidity, the organic composition of superior alcohols, total esters and aldehydes. At 12 months BSCS maturation time in 0.250, 2 and 20L PET packages altered the physical-chemical profile of the

beverage, decreasing the total and volatile acidity and total aldehydes and increasing the fixed acidity and total esters. The volume increase in PET packages reflected smaller indexes of mass losses and larger increments of total esters. The BSCS matured in PET and glass packages with the incorporation of oak extract during 12 months showed similar acceptability by consumers, in relation to the BSCS matured in oak barrels, during 12 to 48 months. The incorporation of the 20, 40, and 60mL oak extract dosage per liter for BSCS maturation determined significant increments ($p \leq 0.10$) of acceptance of the BSCS matured in PET and glass packages independently of maturation time. The colour attribute originated by the distinct dosages of extract was the better acceptance by the consumers, followed by aroma, global impression and flavour.

Key-words: brazilian sugar-cane spirit; cachaça; oak extract; maturation; PET.

INTRODUÇÃO GERAL

Aguardente de cana e cachaça caracterizam bebidas destiladas típicas do Brasil. Integram a economia nacional, desde o período colonial, presentes na cultura do povo como o futebol e o samba (Oliveira, 2000; Cascudo, 1986; Maior, 1985).

A produção de aguardente de cana e cachaça está dispersa em todo o País, predominantemente nas regiões sudeste e nordeste. Recentemente, o enfoque de produção da bebida com qualidade vem se estabelecendo como elemento mercadológico relevante no setor, ampliando o mercado interno e conquistando mercados estrangeiros, tradicionalmente consumidores de outros destilados (Oliveira, 2000).

A maturação de bebidas destiladas em recipientes de madeira propicia o aporte de compostos da madeira e o desenvolvimento de transformações físico-químicas e sensoriais de fundamental importância para a qualidade das bebidas, agregando-lhe valor comercial (Nishimura e Matsuyama, 1989). Tradicionalmente, a madeira de carvalho tem sido utilizada para este fim, vantajosamente a outras madeiras, entre outros fatores, pelas propriedades sensoriais qualitativas peculiares que pode agregar à bebida durante o processo de maturação (Maga, 1989).

A disponibilidade de madeira de carvalho é limitada no Brasil. A obtenção de extratos a partir da maceração de madeira de carvalho com destilado alcoólico simples de cana mostra vantagens em escala de processo e econômicas para agregar qualidade sensorial à aguardente de cana, possibilitando prescindir do sistema convencional de maturação em barris ou tonéis de madeira.

- Introdução Geral -

Embalagens de PET têm sido destacados no acondicionamento de destilados e outras bebidas por suas propriedades de resistência à ruptura, perfuração, rasgamento, impacto, brilho, transparência, baixo peso, boa estabilidade dimensional, boa faixa de interação com o produto acondicionado, boa estabilidade química-estrutural, entre outros (Food..., 2002; Goddard, 1986; Peters e Heuer, 1984).

Este trabalho teve como objetivos a obtenção de extrato de madeira de carvalho triturada por maceração com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar para utilização na maturação de aguardente de cana em embalagens de PET, avaliando a sua aceitabilidade pelos consumidores.

Capítulo 1

Revisão bibliográfica geral

1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA GERAL

1.1. Aspectos sócio-econômicos de produção, consumo e comercialização de aguardente de cana e cachaça

Aguardente de cana e cachaça, entre outras denominações, caracterizam bebidas destiladas típicas do Brasil. Integram a economia nacional, desde o período colonial, sendo tão populares e presentes quanto o futebol e o samba (Oliveira, 2000; Cascudo, 1986; Maior, 1985).

Neste capítulo, as abordagens sobre cachaça estarão implicitamente contidas com as de aguardente de cana, exceto quando individualizadas no texto, respeitados os parâmetros específicos regulamentados na legislação brasileira.

A produção da aguardente de cana no Brasil é de origem tecnológica casual associada a processos rudimentares de obtenção e marginalizada à produção de açúcar com destaque sócio-econômico e mercadológico recente (Cascudo, 1986).

O consumo da bebida sempre esteve relegado a classes econômicas menos favorecidas com conotações e caracterizações socialmente negativas, embora ciclicamente a produção e comercialização tenham mostrado importância econômica expressiva (Cascudo, 1986).

Associado à caracterização de identidade cultural e à dispersão da produção em praticamente todo o País, predominantemente das regiões sudeste e nordeste, a aguardente de cana vem se estabelecendo item importante na economia nacional, conquistando novos mercados, tradicionalmente consumidores de outras bebidas destiladas (Oliveira, 2000).

- Capítulo 1 -

A produção nacional de aguardente de cana está estimada em 1,8 bilhão de litros/ano, gera cerca de 400 mil empregos diretos, sendo encontrada em mais de 960 mil pontos de venda (Campelo, 2002).

Somente em Minas Gerais, estado de maior tradição na produção de aguardente de cana no sistema artesanal, aproximadamente 8.500 estabelecimentos estão envolvidos com a sua produção (Sebrae-MG, 2001).

A produção de aguardente de cana no Brasil está concentrada em torno de 50% no estado de São Paulo, 30% em estados do nordeste (Bahia, Pernambuco, Ceará e Paraíba), 10% em Minas Gerais e 10% nos demais estados, destacando-se Paraná, Rio Grande do Sul e Rio de Janeiro (Estanislau *et al.*, 2002).

O consumo médio anual de aguardente de cana, por habitante, no Brasil, cresceu de 4,4 litros, em 1970, para 8,7 litros, em 1985, e para 11 litros, em 2001 (Sebrae-MG, 2001).

Segundo Sebrae-MG (2001), o Brasil é um dos maiores mercados mundiais de destilados, superando tradicionais países consumidores, como Alemanha, Hungria e Polônia, que apresentam consumo entre 9 e 10 litros/habitante/ano. A aguardente de cana é a segunda bebida alcoólica mais vendida no Brasil, precedida pela cerveja, e o terceiro destilado mais consumido no mundo, após a vodca e *soju*.

O agronegócio da aguardente de cana apresenta deficiências de produtividade e rentabilidade. A marginalização histórica do setor, o preconceito social e o retardo do governo em reconhecer a importância econômica contribuíram para que a bebida ficasse durante décadas excluída das agendas políticas e econômicas, permitindo que os outros destilados fossem ocupando o

mercado, a ponto de substituírem a aguardente de cana no mais típico e famoso coquetel brasileiro, a caipirinha (Campelo, 2002).

Resultado de esforços conjuntos de setores produtivos regionais junto aos governos estaduais e federal, as exportações de aguardente de cana vêm aumentando nos últimos anos, tendo representado cerca de 7 milhões de litros em 2003, menos de 1% da produção nacional. Alemanha, Paraguai e Estados Unidos destacam-se marcadamente como importadores (Brasil, 2004).

O reconhecimento pelo governo da marca *Cachaça* como bebida de origem típica e exclusiva do Brasil (Brasil, 2003b) remove preconceitos e reformula as estratégias de comercialização no mercado interno, amplia as oportunidades de negócios em outros mercados, estimulando a produção voltada para a qualidade e valor agregado da bebida (Laender, 2002).

A atualização da regulamentação oficial vigente incluindo a harmonização com outras legislações de destilados de outros países, o limitado controle dos parâmetros de qualidade e de tipificação, considerados os potenciais de produção e de comercialização, evidenciam questões importantes a serem sanadas nos setores da produção e comercialização da aguardente de cana.

1.2. Padrões de identidade e qualidade de destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar, aguardente de cana e cachaça

Os principais parâmetros de identidade e qualidade para destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar, aguardente de cana e cachaça regulamentados na legislação brasileira estão condensados na Tabela 1.

Tabela 1. Principais padrões de identidade e qualidade de destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar, aguardente de cana e cachaça regulamentados na legislação brasileira

Parâmetro	Mínimo	Máximo
Destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar		
Graduação alcoólica (% em volume a 20°C) ^(c)	>54	<95
Furfural (mg/100mL a. a.) ^(c)	-	5
Álcool metílico (mg/100mL a. a.) ^(c)	-	200
Aguardente de cana e cachaça		
Graduação alcoólica de aguardente de cana (% em volume a 20°C) ^(b)	38	54
Graduação alcoólica de cachaça (% em volume a 20°C) ^(b)	38	48
Coefficiente de congêneres (mg/100mL a.a.) ^(b)	200	-
Acidez volátil, em ácido acético (mg/100mL a.a.) ^(b)	-	150
Ésteres, em acetato de etila (mg/100mL a.a.) ^(b)	-	200
Aldeídos, em aldeído acético (mg/100mL a.a.) ^(b)	-	30
Furfural (mg/100mL a.a.) ^(b)	-	5
Álcoois superiores (mg/100mL a.a.) ^(b)	-	300
Açúcares em sacarose (g/L) ^(b)	-	6
Açúcares em sacarose para a denominação “adoçada” (g/L) ^(b)	>6	30
Adição de caramelo para correção da cor ^(a)		livre
Cobre (mg/L) ^(b)	-	5
Denominação “envelhecida” (% da bebida envelhecida por período não inferior a um ano)	50	-
Corte (uso de destilado de igual natureza para ajuste das frações não álcool aos limites legais) ^(a)		livre

(a). Portaria nº 371 (Brasil, 1974);

(b). Decreto nº 4.851 (Brasil, 2003a);

(c). Decreto nº 2.314 (Brasil, 1997);

a.a.. álcool anidro.

Destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar é o produto com graduação alcoólica específica (Tabela 1) destinado à elaboração de bebidas alcoólicas e obtido pela destilação simples ou por destilo-retificação parcial seletiva de mosto, ou subprodutos provenientes unicamente da matéria-prima cana-de-açúcar, resultante da fermentação alcoólica. A destilação deverá ser efetuada de forma que o destilado apresente aroma e sabor provenientes da cana-de-açúcar utilizada, dos derivados do processo fermentativo e dos formados durante a destilação (Brasil, 1997).

- Capítulo 1 -

Aguardente de cana é a bebida com a caracterização de identidade e qualidade específica (Tabela 1) obtida de destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar ou pela destilação do mosto fermentado de cana-de-açúcar (Brasil, 2003a).

Cachaça é a denominação típica e exclusiva da aguardente de cana produzida no Brasil, com caracterização de identidade específica (Tabela 1), obtida pela destilação do mosto fermentado de cana-de-açúcar, com características sensoriais peculiares (Brasil, 2003a).

Tem sido ressaltada a necessidade de regulamentação e controle de importantes parâmetros de qualidade, como carbamato de etila, hidrocarbonetos, metais pesados e outros minerais (Nagato *et al.*, 2003; Isique *et al.*, 2002; Boscolo *et al.*, 2001; Nagato *et al.*, 2001; Nascimento *et al.*, 1999, Bezerra, 1995).

A atualização e uniformização de metodologias de análise e de controle da qualidade da aguardente de cana, harmonizadas com as de outros países, têm sido apontados como entraves na comercialização da bebida no mercado interno e exportação (Isique *et al.*, 2002; Nagato *et al.*, 2000; Nascimento *et al.*, 1998).

A Portaria nº59, de 13.08.2004, em regulamentação, propõe a atualização dos padrões de identidade e qualidade de aguardente de cana e cachaça (Brasil, 2004).

A utilização permitida de sacarose e de caramelo (correção da cor) favorece o mascaramento de defeitos e de propriedades inerentes ao processo de envelhecimento ou maturação de aguardente de cana e cachaça, sendo impróprios para o controle da caracterização e autenticidade das bebidas (Boscolo *et al.*, 2002; Isique *et al.*, 2002; Boscolo, 2001; Cardello e Faria, 2000b).

1.3. Caracterização físico-química e sensorial de aguardente de cana e cachaça

De acordo com a legislação brasileira (Brasil, 2003a) (Tabela 1), a aguardente de cana é a bebida hidroalcoólica constituída, entre outros parâmetros de qualidade e identidade, com um teor alcoólico entre 38 a 54% em volume a 20°C e fração minoritária de componentes orgânicos secundários ou congêneres e minerais.

A natureza e a proporção dos compostos orgânicos secundários na aguardente de cana são determinadas, distintamente, pela variedade, qualidade e condições de processamento da matéria-prima (cana-de-açúcar); pela microbiota predominante e ingredientes utilizados na fermentação do caldo; pelo processo de destilação e sistemas de maturação adotados (Novaes, 2002a; Oliveira, 2001; Bizelli, 2000; Dias, 1997; Boza, 1996).

Ressaltada a importância das etapas de produção e processamento da matéria-prima e de fermentação do mosto, a destilação e estabilização de aguardente de cana, associados ou não com a etapa de maturação, são determinantes para a definição do perfil de compostos orgânicos na bebida e na sua caracterização físico-química e sensorial.

A destilação é um processo termodinâmico de separação de frações voláteis de uma solução em base à solubilidade e ponto de ebulição específicos dos componentes minoritários voláteis nas frações majoritárias de vapor de água e etanol (Léauté, 1990).

Distinguem-se, no Brasil, os sistemas de produção de aguardente de cana artesanal ou de destilação em alambique e o sistema industrial ou de destilação em coluna de destilação contínua. Ambos, distintamente, caracterizam-se por

operações unitárias preliminares e de escala produtiva específicos, conduzindo a aguardentes de cana com perfis sensorial e físico-químico diferenciados e particulares (Novaes, 2002a).

As aguardentes de cana produzidas em sistemas artesanais são destiladas na maior parte em equipamentos de cobre. Destacam-se em atributos sensoriais de estrutura e aroma encorpados, possibilidade de seleção e aproveitamento de maior quantidade de compostos secundários, geralmente associando teores residuais de cobre e acidez acima dos limites permitidos (Novaes, 2002a).

Os sistemas industriais caracterizam-se por utilizarem colunas de destilação, em processo contínuo, reguladas para produzirem uma bebida padronizada e que atenda prioritariamente aos parâmetros da legislação. Originam aguardentes de cana menos encorpadas, geralmente com excesso de aldeídos e presença de hidrocarbonetos (Novaes, 2002a).

Enquanto o sistema artesanal possibilita vantagens qualitativas relativas, os sistemas industriais visam, primordialmente, a produção quantitativa e de bebida de menor qualidade relativa. Em função da capacidade de produção e a menor riqueza de compostos secundários as aguardentes de cana obtidas pelo sistema industrial são comercializadas por menor preço daquelas obtidas artesanalmente, prestando-se melhor para serem consumidas em misturas ou coquetéis (Campelo, 2002; Estanislau *et al.*, 2002).

Recentemente, vem sendo implementada a técnica de redestilação ou bidestillação, visando a reestruturação de perfil de compostos orgânicos secundários de aguardentes de cana produzidas nos sistemas artesanal e industrial, originando uma bebida diferenciada sensorialmente, através da seletividade de frações voláteis desejadas, redução de acidez volátil, do teor de cobre e de ésteres e possibilitar relativo controle, redução ou eliminação de

- Capítulo 1 -

compostos não permitidos pela legislação, como metanol, furfural e carbamato de etila (Novaes, 2002b; Bizelli, 2000).

Bizelli (2000) estudou a caracterização físico-química de aguardentes de cana produzidas em sistema artesanal comparativamente ao de redestilação. Observou variações marcantes na acidez total, volátil e fixa (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro), respectivamente, de 43,95 para 17,95; de 42,60 para 17,00; e de 1,35 para 0,92; no teor de cobre de 2,67 para 0,32mg/L; no teor de aldeídos totais de 21,11 para 15,80mg de aldeído acético/100mL de álcool anidro; de ésteres totais de 20,26 para 9,74mg de acetato de etila/100mL de álcool anidro; de acetona de 1,81 a 1,68 mg/100mL de álcool anidro; de álcoois superiores totais de 397,17 para 349,33 mg/100mL de álcool anidro. Não observou variações relevantes na densidade real, grau alcoólico e extrato seco.

Observados os distintos sistemas de destilação na sua elaboração, a aguardente de cana constitui-se por uma fração orgânica volátil majoritária representada pela fração etanol, expressa pelo teor alcoólico real da bebida, o qual pode variar de 38 a 54%, em volume, a 20°C (Brasil, 2003b), além de inúmeros outros compostos orgânicos voláteis. A fração álcool não volátil é basicamente representada pelo teor de álcoois superiores. Excetuando-se as frações majoritárias de etanol e água, incluindo a composição mineral, tem-se a fração de compostos secundários ou de congêneres da aguardente de cana.

O etanol em solução com a água é essencial para a estruturação sensorial (corpo) de bebidas destiladas. Realça a manifestação dos demais constituintes orgânicos voláteis, abranda a acidez, bem como aporta propriedades edulcorantes e solventes às bebidas (Williams, 1972).

A caracterização da composição orgânica secundária ou de congêneres em aguardente de cana pode ser abordada por classes de similaridade físico-química

- Capítulo 1 -

e/ou funcional, em álcoois superiores, aldeídos, ácidos, ésteres, cetonas, compostos fenólicos totais, entre outros.

A fração de compostos orgânicos secundários representa quantitativamente teores relativos na faixa de 0,1 a 0,001%, ou menores, equivalendo-se a de outras bebidas destiladas (Lima, 1964). Mesmo encontrados em concentrações ínfimas, estes compostos caracterizam um perfil sensorial específico à aguardente de cana, determinando a sua qualidade e aceitação (Cardello e Faria, 2000a; Isique *et al.*, 1998).

Os álcoois superiores desempenham importante papel na estruturação do corpo da aguardente de cana por suas propriedades intrínsecas de aroma e por atuarem como solventes de outras frações orgânicas, aumentando o seu potencial de manifestação sensorial (Maia, 1994).

A variação de álcoois superiores na aguardente de cana é devida à variação de outros componentes na composição da bebida, visto que seu teor é decorrente da fermentação e da separação adequada durante a etapa de destilação (Maia, 1994).

Boscolo *et al.* (2000) pesquisaram 31 álcoois superiores em 25 aguardentes de cana comerciais. Quantificaram 15 compostos numa concentração total média de 262 ± 34 mg/100mL de álcool anidro. Os álcoois superiores isoamílico, isobutanol, n-propanol, cinâmico, cetílico, n-butanol e amílico representaram $138(\pm 26)$, $62(\pm 14)$, $46(\pm 7)$, $6,95(\pm 1,94)$, $6,13(\pm 2,43)$, $1,15(\pm 0,21)$ e $0,13(\pm 0,04)$ mg/100mL de álcool anidro, respectivamente.

Reazin (1981) apresentou a caracterização de rum e uísque, respectivamente, com os teores médios (mg/100mL de álcool anidro) de 104 e 250

- Capítulo 1 -

(álcool isoamílico), 162 e 90 (isobutanol), 38 e 31 (n-propanol), 8,7 e 9,7 (álcool amílico), 1 e 0,4 (n-propanol).

As relações álcool amílico/isoamílico de 0,34, em uísques, de 0,22, em *brandies*, e de 0,20, em runs, têm sido destacados na caracterização destas bebidas (Smedt e Liddle, 1975).

Os aldeídos representam os compostos da fração orgânica de maiores propriedades voláteis relativas em função dos baixos pontos de ebulição intrínsecos (Nykänen, 1986).

A formação de aldeídos é diversificada em quantidade e qualidade por diversos mecanismos durante a fermentação, integrando a composição em aguardente de cana, fundamentalmente, em função da adequabilidade e eficiência de separação da fração *cabeça* no processo de destilação.

Os aldeídos desempenham funções químicas importantes na maturação de destilados, podendo resultar produtos de reações químicas de oxidação de álcoois e/ou constituindo-se compostos intermediários na formação de ácidos. Com elevado potencial de volatilização e limiares de percepção relativamente baixos, associando notas aromáticas de frutas, agregam particular importância na caracterização e estruturação do aroma de aguardentes de cana (Yokoya, 1995; Chaves *et al.*, 1992).

Nascimento *et al.* (1997b) estudaram a composição de aldeídos de 56 aguardentes de cana (18 de produção artesanal e 38 de produção industrial) e de 19 outros destilados (bagaceira, uísque, *brandy*, conhaque, grapa, tequila, rum e vodca). Destacaram as concentrações percentuais médias (mg/100mL de álcool anidro) de acetaldeído (86,8), 5-hidroximetilfurfural (3,8), furfural (3,1), butiraldeído (1,5), formaldeído (1,4), acroleína (1,0), benzaldeído (0,9),

valeraldeído (0,8), isovaleraldeído (0,5) e propionaldeído (0,2). As aguardentes de cana produzidas industrialmente apresentaram perfil quantitativo de aldeídos marcadamente menor do que as produzidas artesanalmente e, ambas, menor do que os demais destilados.

Os ácidos orgânicos constituem a expressão da acidez em bebidas destiladas atuando como fixadores de compostos aromáticos, contribuindo distintamente no caráter ácido das bebidas e formação do sabor, bem como na estruturação do aroma (Léauté, 1990; Nykänen, 1986).

Fundamentalmente, os ácidos são formados durante a etapa de fermentação. A natureza, quantidade e qualidade dos mesmos dependem da microbiota presente e das condições de condução da fermentação, entre outros fatores. Durante a maturação da bebida resultam de reações químicas lentas, a partir da oxidação de álcoois a aldeídos e/ou da oxidação destes. Podem, também, provir de compostos extraídos da madeira incorporada ou empregada na confecção das estruturas de acondicionamento e/ou maturação (Mosadale, 1995; Maga, 1989).

O perfil de ácidos orgânicos na aguardente de cana, além das características dos processos fermentativos, é influenciado pela natureza do processo e modo de condução da destilação. Boza (1996) verificou influência negativa da acidez no sabor da aguardente de cana.

Nascimento *et al.* (2000) e Nascimento (1997) avaliaram a composição de ácidos de 7 aguardentes de cana tipo exportação, 10 comercializadas no mercado interno e 10 outros diferentes destilados. Entre 15 ácidos com cadeias moleculares de 2 a 18 carbonos (C), destacaram-se quantitativamente as médias (100mL de álcool anidro), respectivamente, de 85,7, 92,4 e 69,4 de ácido acético (C2); 3,0, 1,3 e 6,4 de ácido cáprico (C10); 2,6, 0,8 e 5,4 de ácido caprílico (C8);

- Capítulo 1 -

2,2, 1,2 e 8,3 de ácido láurico (C12); 1,2 , 0,5 e 1,8 de ácido capróico (C6); 1,1, 0,6 e 1,6 de ácido isovalérico; 1,0, 1,4 e 1,8 de ácido palmítico; e 0,8, 0,7 e 2,7 de ácido mirístico (C14).

Os ésteres representam a fração orgânica de maior contribuição na formação do aroma e de maior variação relativa durante a maturação (Rijke e Heide, 1983).

O caráter aromático frutado dos ésteres em bebidas destiladas está relacionado com as propriedades específicas de volatilização, intrinsecamente associadas ao seu menor peso molecular (Nykänen e Nykänen, 1991).

Os ésteres menos voláteis de ocorrência em destilados são os caprilatos de etila, de propila, de isopropila e de butila, além dos ésteres terpênicos, cujo ponto de ebulição varia entre 130 e 180°C. Os mais voláteis são representados pelos acetatos, propionatos e butiratos de etila, de propila e de amila (Yokoya, 1995).

A etapa de maturação é fundamental para o desenvolvimento quantitativo e qualitativo de ésteres em bebidas destiladas, como resultado da oxidação de ácidos carboxílicos e de outras reações de oxidação envolvendo as demais frações orgânicas. A maturação e/ou acondicionamento em estruturas de madeira propiciam a migração destes compostos para a bebida, cuja quantidade e qualidade depende da natureza e histórico de utilização e de tratamentos aplicados à madeira e tempo de contato com a bebida, entre outros (Boscolo, 1996; Yokoya, 1995).

Boscolo *et al.* (2000) estudando 25 aguardentes de cana comerciais determinaram a concentração total média (mg/100mL de álcool anidro) de 24,4, sendo 23,8 de acetato de etila e 0,46 de etil benzoato. Os demais ésteres encontrados foram amil propionato, etil benzoato, etil heptanoato, isoamil valerato,

metil propionato e propil butirato. Rum e uísque apresentaram teores médios (mg/100mL de álcool anidro) de 69,7 e 74,1 de acetato de etila, respectivamente.

As cetonas são compostos orgânicos de particular importância na caracterização do sabor e aroma de aguardentes de cana como componentes ou realçando a manifestação de outros compostos voláteis, agregando propriedades solventes (Furuya *et al.*, 1998).

A presença de cetonas em 12 aguardentes de cana artesanais, 21 aguardentes de cana comerciais e em outros 21 destilados (uísque, rum e conhaque) foram estudadas por Furuya *et al.* (1998). Entre 23 compostos pesquisados foram determinados, respectivamente, os teores de 0,51, 0,74 e 0,35 de acetona; de 0,29, 0,40 e 0,13 de acetil-cetona; de 0,22, 0,05 e 0,15 de acetofenona; e de 0,19, 0,13 e 0,11 de ciclopentanona (mg/100mL de álcool anidro).

Os compostos minerais que integram a aguardente de cana são provenientes da matéria-prima e ingredientes de fermentação e dos equipamentos de destilação, com importância destacada na dinâmica das reações químicas durante a maturação e na tipificação da bebida (Nascimento *et al.*, 1999; Bezerra, 1995).

Nascimento *et al.* (1999), acompanhando outros trabalhos (Bettin *et al.*, 2002; Nascimento *et al.*, 1997a; Bezerra, 1995), avaliaram o perfil de íons metálicos de 69 aguardentes de cana (16 tipo exportação, 37 de comercialização no mercado interno e 16 produzidas artesanalmente) e de 26 outros destilados (bagaceira, uísque, pisco, rum, grapa, *steinhager*, tequila, conhaque, *brandy* e vodca), encontrando, respectivamente, em aguardente de cana tipo exportação, comercializadas no mercado interno e produzidas artesanalmente e em outros destilados, os teores médios de lítio 0,75, 0,044, 0,030 e 0,065; sódio 10,2, 6,72,

- Capítulo 1 -

3,87 e 3,60; potássio 8,64, 3,05, 5,07 e 5,70; magnésio 9,60, 11,2, 5,20 e 5,95; cálcio 9,60, 9,21, 12,6 e 14,2; cromo 0,060, 0,012, 0,016 e 0,019; manganês 0,032, 0,053, 0,033 e 0,022; ferro 0,267, 0,353, 0,113 e 0,190; cobalto 0,022, 0,035, 0,028 e 0,024; níquel 0,104, 0,115, 0,115 e 0,120; cobre 1,67, 4,40, 5,01 e 1,64; zinco 0,137, 0,151, 0,126 e 0,130; e chumbo 0,092, 0,059, 0,036 e 0,250 (mg/L).

A composição mineral, além da sua importância físico-química e sensorial, é um parâmetro importante na tipificação da aguardente de cana, pois permite caracterizar a região de produção (Isique *et. al.*, 2002).

Outras substâncias podem ocorrer em aguardentes de cana integrando classes de compostos orgânicos, como compostos sulfurados e nitrogenados (aminoácidos), carbamato de etila, metanol, furfural, hidrocarbonetos aromáticos policíclicos, além de componentes inorgânicos (íons metálicos de chumbo, cromo, mercúrio, cádmio), todos de caráter não permitido ou com limites controlados, por representarem algum nível de risco ao organismo humano ou provocarem instabilidades físico-químicas e sensoriais na bebida comprometendo a sua qualidade (Nagato *et al.*, 2003; Isique *et al.*, 2002; Siebald *et al.*, 2002; Polastro *et al.*, 2001; Nascimento, 1997; Nascimento *et al.*, 1997a).

A análise conjunta de resultados físico-químicos de componentes orgânicos de bebidas destiladas com testes sensoriais propicia a identificação dos compostos responsáveis por uma determinada resposta sensorial, possibilitando sua eliminação ou acentuação, aprimoramento da qualidade, melhoramento da aceitação e tipificação das bebidas (Odello, 2002; Franco, 2001; Cardello e Faria, 2000b).

Silva e Nóbrega (2001) analisaram 31 aguardentes de cana comerciais caracterizando os parâmetros médios de 45,5% de etanol, em volume; de 110mg

de ácido acético/100mL de álcool anidro de acidez volátil; de 115mg/100mL de álcool anidro de ésteres; e de 220mg de álcool isoamílico/100mL de álcool anidro de álcoois superiores; e de 3,45ppm de cobre. Entre os parâmetros estudados verificaram correlação ($r=0,705$) somente entre a acidez volátil e o teor de ésteres.

Furtado (1995) estudou 7 aguardentes de cana recém-destiladas em sistema artesanal, nas frações *cabeça*, *coração* e *cauda*, em relação a 2 aguardentes de cana comerciais, verificando que as características físico-químicas de teor alcoólico e cobre, acidez volátil e composição orgânica (acetaldeído, acetato de etila, ácido acético, etanol, metanol, n-propanol, 2-butanol, isobutanol, n-butanol e álcool isoamílico) permitiram conjuntamente relacionar o perfil sensorial específico de cada fração das bebidas recém-destiladas entre si com as aguardentes de cana comerciais.

Almeida *et al.* (1947) propuseram a relação álcoois superiores e ésteres, associados com outros parâmetros, para a caracterização físico-química qualitativa de aguardentes de cana, indicando o fator 1 como referencial, no intervalo entre 0,7 a 1,3.

1.4. Estabilização de bebidas destiladas, aguardente de cana e cachaça

A estabilização de bebidas destiladas compreende a harmonização de propriedades físico-químicas na estruturação de perfil sensorial qualitativo peculiar, caracterizando-se por um estado de invariabilidade relativa (conservabilidade) de seus componentes em condições de acondicionamento definidas num determinado período (Forlin e Jerônimo, 2001).

No processo de estabilização de aguardente de cana é obrigatório um período de descanso após a destilação, podendo associar ou não um período de

- Capítulo 1 -

envelhecimento ou maturação (Almeida *et al.*, 1947; Novaes, 1997), da mesma forma que outras bebidas destiladas (rum, tequila, pisco, grapa, entre outras), visando harmonizar os seus componentes e adequá-la sensorialmente para o consumo (Singleton, 1995; Nishimura *et al.*, 1989).

A aguardente de cana recém destilada não é adequada para o consumo por apresentar instabilidade físico-molecular das frações água e álcool, presença de teores residuais de gases carbônico e amoniacais, compostos sulfurados, apresentar as frações orgânicas não álcool desarmonizadas entre si, refletindo num perfil sensorial não harmônico, desagradável e indesejado (Maia, 2002; Isique *et al.*, 1998; Novaes, 1995; Faria *et al.*, 1993; Valsechi, 1962).

Segundo Barrufaldi e Oliveira (1998), os termos envelhecimento, maturação ou cura, para destilados e bebidas alcoólicas, podem ser entendidos como sinônimos, caracterizando uma etapa no processo de estabilização das bebidas onde a ocorrência de reações químicas diversas, influenciadas pela embalagem e/ou ambiente, ao longo de um período de tempo altera a quantidade e a qualidade dos elementos da sua composição inicial, desenvolvendo atributos sensoriais peculiares nas bebidas, tipificando-as.

Embora usual em bebidas destiladas, o termo envelhecimento pode não associar necessariamente o desenvolvimento de propriedades sensoriais desejáveis, mas descanso ou alteração de características químicas sem controle, ao longo de um determinado tempo, ou agregar atributos artificialmente sem necessariamente ter havido alteração na matriz inicial de seus compostos. Embora menos usual, o termo *maturação* caracteriza melhor o processo (Barrufaldi e Oliveira, 1998), igualmente utilizado para outros destilados (Mosedale e Puech, 1998; Singleton, 1995; Nishimura e Matsuyama, 1989; Reazin, 1981).

- Capítulo 1 -

Segundo Cardello e Faria (1998), os atributos sabor agressivo, aroma alcoólico, sabor alcoólico inicial e sabor alcoólico residual distinguiram aguardentes de cana recém-destiladas de aguardentes de cana envelhecidas em barris de carvalho. Os autores sugeriram que a maior presença de aldeídos, ésteres e ácidos, relativamente à simultânea redução de álcoois superiores, como n-propanol e álcool isoamílico, decorrente da etapa de maturação, contribuíram para a diminuição da percepção sensorial dos atributos, desenvolvendo na bebida envelhecida um perfil sensorial mais suave.

Almeida *et al.* (1947) avaliaram a aplicação de coeficiente de oxidação em aguardentes de cana, analogamente ao implementado para conhaques, como mecanismo de monitoramento da etapa de maturação. A partir da relação percentual entre a fração aldeídos totais menos a de ácidos totais, e a composição orgânica total, os coeficientes entre 10 a 15 caracterizariam aguardentes de cana recém destiladas e entre 30 a 35, aguardentes de cana envelhecidas. Embora não aplicável indistintamente para diferentes tipos de aguardentes de cana, consideraram elemento importante associado com outras avaliações, como a análise sensorial, para o monitoramento da maturação.

Embora não obrigatória para a estabilização, a etapa de maturação ou envelhecimento da aguardente de cana é comumente aplicada no Brasil visando agregar qualidade sensorial e valor comercial à bebida.

O envelhecimento da aguardente de cana está insuficientemente regulamentado na legislação brasileira, apenas caracterizado pela utilização mínima de 50% da bebida envelhecida por período não inferior a um ano (Brasil, 2004b).

- Capítulo 1 -

Avanços na regulamentação do processo de envelhecimento de aguardente de cana e cachaça estão sendo propostos através da Portaria nº59, de 13.08.04 (Brasil, 2004), conjuntamente com outros parâmetros de identidade e qualidade.

A madeira de carvalho tem consolidado ao longo dos séculos parâmetros referenciais únicos na estabilização de bebidas destiladas, em função da sua disponibilidade nas regiões produtoras, do seu potencial em ceder compostos às bebidas de elevada aceitação sensorial, características intrínsecas de permeabilidade e de trabalhabilidade para a confecção de estruturas para acondicionamento, transporte e armazenamento das bebidas (Mosedale e Puech, 1998; Maga, 1989).

A estabilização de bebidas destiladas com a inclusão de uma etapa de maturação em barris ou tonéis de carvalho representa incremento de custos relativos em função do tempo necessário (não inferior a 3 anos), investimentos fixos para instalações apropriadas, aquisição de madeira para a confecção de barris ou tonéis para o acondicionamento e associar perdas por volatilização de componentes da bebida (Mosedale e Puech, 1998; Philp, 1989).

A maturação promove o aprimoramento do perfil inicial agregando novas características sensoriais à aguardente de cana, melhorando o aroma e o sabor, modificando a cor e originando uma bebida com valor agregado e com propriedades sensoriais agradáveis e peculiares (Maria e Moreira, 2003; Yokoya, 1995).

No Brasil, a maturação de aguardente de cana é implementada no sistema convencional, tradicionalmente utilizado para a maturação de outras bebidas destiladas, ou seja, pelo acondicionamento preferencial em barris ou tonéis de madeira de carvalho, por períodos de tempo relativamente longos, usualmente compreendidos entre 3 a 4 anos.

- Capítulo 1 -

Madeiras nativas e exóticas também são utilizadas em menor escala, mostrando elevado potencial de exploração, não apenas pelas qualidades sensoriais singulares que podem agregar à bebida, como também pela sua disponibilidade e diversidade no País (Mori *et al.*, 2003; Dias *et al.*, 2002; Mendes *et al.*, 2002).

A maturação convencional de bebidas destiladas em barris ou tonéis de madeira envolve um sistema complexo de transformações físicas, químicas e sensoriais complexas, como a mistura e o equilíbrio das frações majoritárias água e etanol com os compostos secundários da bebida, reações químicas e interações físico-químicas entre os componentes da bebida e aqueles provenientes da madeira e trocas gasosas entre a bebida e o ambiente externo aos recipientes de acondicionamento (Nishimura e Matsuyama, 1989).

Os processos químicos envolvidos na maturação e estabilização de bebidas destiladas dependem, entre outros fatores, do oxigênio dissolvido, do potencial redox do meio, da formação de oxidantes intermediários (peróxidos), da composição em extrato seco e da presença de íons metálicos de cobre, ferro, manganês e molibdênio, entre outros, originando compostos químicos de maior estabilidade na bebida (Litchev, 1989).

Mourges *et al.* (1973) abordaram a necessidade mínima de 3 a 7mg/L de oxigênio para a maturação de conhaque em barris de carvalho de 225L.

A solubilidade do oxigênio em conhaques tem sido avaliada superior a 50mL/L em condições normais de temperatura e pressão, diminuindo distintamente em relação à proporção das frações álcool e água com o aumento da temperatura. A 20°C, a solubilidade do oxigênio no álcool e na água é de 45 e 8mL/L, respectivamente. Em solução hidroalcoólica de 30°GL/20°C foi avaliada

- Capítulo 1 -

em cerca de 5mL/L, aumentando marcadamente em concentrações alcoólicas mais elevadas (Mourges *et al.*, 1973; Singleton, 1987).

Mourges *et al.* (1973), observaram que o potencial redox para a maturação de conhaque variou de 425 a 510mV, inversamente proporcional à temperatura e pH da bebida.

O consumo médio de oxigênio em destilados de conhaque novos foi avaliado em 0,25mg/L/dia/25°C, aumentando ao longo do período de maturação, na presença de 300 a 600mg/L de extrato seco, de 0,40 a 0,53mg/L/dia/25°C Mourges *et al.* (1973).

Singleton (1995) caracterizou perdas por evaporação de bebidas destiladas em processos de maturação em barris de carvalho variando, em média, entre 7 e 15% (volume/ano) em uísques envelhecidos em zonas com climas predominantemente frios e regiões tropicais. Foram consideradas as condições específicas de temperatura e umidade relativa do ar, idade, integridade e tamanho do recipiente, graduação alcoólica da bebida e a circulação de ar no ambiente de maturação.

Períodos excessivos de maturação de destilados em recipientes de madeira podem conduzir para o desequilíbrio de perfil sensorial das bebidas, em consequência do incremento excessivo de cor, compostos secundários ou congêneres e fenólicos e acidez, entre outros (Mosadale e Puech, 1998; Maga, 1989).

A operação de *corte* é utilizada em destilados excessivamente envelhecidos em barris ou tonéis de madeira, sendo implementada pela incorporação de água ou com destilados mais novos, requerendo períodos adicionais de descanso, a fim

de obter parâmetros de estabilização sensorial padronizados para a tipificação da bebida (Booth *et al.*, 1989).

A operacionalização da estabilização por *corte* requer habilidade, apurado conhecimento das características sensoriais das frações a serem cortadas e a existência de padrões pré-estabelecidos de comparação, estabilizados física, química e sensorialmente (Booth *et al.*, 1989).

A operação de *corte* em aguardente de cana está prevista na legislação brasileira pela utilização de destilado de igual natureza para o ajuste de frações não álcool aos limites legais (Brasil, 1974) (Tabela 1).

O conhecimento detalhado da composição química e sensorial da aguardente de cana, bem como do tempo de maturação, constituem-se fatores importantes no controle de qualidade da bebida e avaliação das alterações que possam contribuir para a melhoria de processos envolvidos na sua estabilização (Cardello e Faria, 2000b; Boscolo, 1996).

Boscolo (1996), estudando a maturação de aguardente de cana em barris de carvalho, durante 37 meses, observou que a variação média total de aldeídos foi de 8,2 a 14,28mg/100mL de álcool anidro, representando o acetaldeído 95,5% do total. No período observou incremento de 75% de acetaldeído, 80% de furfural e 22% de hidroximetilfurfural e decréscimo de 50% de acroleína. O teor de formaldeído variou de 0,02 para 0,21mg/100mL de álcool anidro. O teor de álcoois superiores totais apresentou decréscimo médio de 1%, a partir do teor inicial de 258,6mg/100mL de álcool anidro. Os álcoois isoamílico, isobutanol e propanol apresentaram a variação de 51,6, 18,0 e 13,7%. O total de ácidos carboxílicos de até 6 carbonos variou de 6,6 a 7,1mg/100mL de álcool anidro. O ácido acético, representando mais do que 78,5% do total, variou de 5,2 a 5,6mg/100mL de álcool anidro. Foi observado o incremento médio de 19,6% do total de ésteres. Acetato

- Capítulo 1 -

de etila e acetato de isoamila, representando, respectivamente, 60,5 e 27,6% do total, variaram de 12,6 a 15,8 e de 6,4 a 7,2mg/100mL de álcool anidro, respectivamente.

Silva Júnior (1999) verificou que a irradiação aplicada em ancorotes de carvalho propiciou o melhoramento das qualidades sensoriais e a aceitabilidade da aguardente de cana, caracterizando a importância do método na aceleração da maturação da bebida. O incremento médio total de 164% de compostos fenólicos totais, no período de maturação de 180 dias, entre outros parâmetros físico-químicos, destacou notável aumento da cor e melhor aceitação das aguardentes de cana maturadas em ancorotes irradiados, daquelas maturadas em ancorotes não irradiados.

Queiroz (1998) verificou que a maturação de aguardente de cana em embalagens de vidro durante 180 dias com 57,1g de raspas de carvalho/L de aguardente de cana, com aeração forçada periódica, melhorou marcadamente a aceitação da bebida, influenciada, entre outros parâmetros físico-químicos, pelo incremento médio de 65,7% de compostos fenólicos totais, em relação à bebida acondicionada em ancorotes de carvalho, e de 80,4 vezes, em relação ao teor de fenóis no início da maturação.

Cardello e Faria (2000a), através de análise sensorial descritiva quantitativa de 13 atributos de 3 aguardentes de cana comercializadas como envelhecidas e 3 não envelhecidas, constataram que os grupos apresentaram características físico-químicas semelhantes entre si, sendo que as envelhecidas se destacaram em relação às não envelhecidas pela coloração e maior teor de compostos fenólicos totais; estes, respectivamente, apresentaram os teores médios de 45,4 e 6,4mg/L de ácido tânico. As aguardentes de cana analisadas apresentaram entre si perfis sensoriais semelhantes. Nas aguardentes de cana não envelhecidas, o sabor agressivo predominou, negativamente, enquanto nas envelhecidas, destacaram-

se, positivamente, os atributos coloração amarela, aroma de madeira e de baunilha e sabores de madeira inicial e residual.

A análise sensorial em aguardente de cana tem sido utilizada para avaliar a aceitação da bebida (Cardello e Faria, 2000b; Isique *et al.*, 1998) e o melhoramento de processos (Bizelli, 2000; Marcellini, 2000; Silva Júnior, 1999; Queiroz, 1998; Furtado, 1995), pesquisa de atributos e melhoramento da qualidade da bebida (Oliveira, 2001; Cardello e Faria, 2000a; Cardello e Faria, 1999; Cardello e Faria, 1998; Cardello e Faria, 1997), validação e desenvolvimento de técnicas sensoriais (Cardello e Faria, 1999).

A análise de resultados de testes de aceitação associada a métodos estatísticos de análise das respostas, como o Mapa de Preferência Interno, além da análise de variância e testes de comparação de médias adequadas, pode agregar amplitude e melhor compreensão do comportamento das respostas obtidas dos testes sensoriais, explicando as preferências dos consumidores, possibilitar sua relação com parâmetros físico-químicos ou outros, disponibilizando informações valiosas sobre as características qualitativas das bebidas (Cardello e Faria, 2000b; Greenhoff e MacFie, 1994).

Cardello e Faria (2000b) analisaram aguardente de cana envelhecida em barril de carvalho, durante 12, 24, 36 e 48 meses, e aguardentes de cana comercializadas como envelhecidas e não envelhecidas, através de análise de aceitação e Mapa de Preferência Interno. As aguardentes de cana envelhecidas por mais de 24 meses em barril de carvalho obtiveram maior aceitação dos consumidores em detrimento às demais. A intensidade da cor e o conteúdo de polifenóis totais mostraram influência relevante na aceitação, relevando a importância do envelhecimento no aumento da aceitabilidade da bebida. O teor de polifenóis totais na aguardente de cana envelhecida até 48 meses mostrou variação crescente de 6,4 a 171,8mg/L de ácido tânico, ao longo do período,

enquanto as aguardentes de cana comerciais envelhecidas e sem envelhecimento mostraram teores médios de 45,4 e 6,4mg/L de ácido tânico.

No Brasil, a estabilização de aguardente de cana pela utilização de período de maturação em barris ou tonéis de carvalho mostra-se limitante frente aos volumes produzidos, escassez, custo e dependência da importação de madeira, reutilização de barris de carvalho e desconhecimento do histórico dos recipientes reutilizados.

1.5. Utilização de compostos de madeira de carvalho na maturação de bebidas destiladas e aguardente de cana

A extração de compostos de madeiras, bem como de ervas, raízes, tubérculos, folhas e flores, é uma prática adotada na elaboração de muitas bebidas alcoólicas, visando associar propriedades sensoriais específicas de cor, aroma, sabor e agregar propriedades funcionais estimulantes e digestivas (Tritton, 1975).

A incorporação de madeira fracionada na bebida tem sido utilizada para acelerar a maturação de destilados fundamentalmente porque o aumento da área específica de contato acelera a extração de seus compostos (Howel e Muller, 1992; Gos, 1990; Singleton e Draper, 1961).

A aplicação prévia de tratamentos térmicos na madeira, o tamanho dos particulados da madeira, o tempo de contato da madeira com a solução, assim como o teor alcoólico, acidez e temperatura da solução, são determinantes na eficiência de extração de compostos da madeira, conduzindo para o desenvolvimento de distintos perfis sensoriais na bebida.

Segundo Maga (1989), os compostos extraíveis da madeira originam-se de componentes estruturais celulares da fração lignina e polissacarídeos. Destes, por hidrólise da fração celulose, origina-se a D-glicose, enquanto que da fração hemicelulose, são originados hexoses, pentoses, ácidos e grupos acetil. Além dos componentes estruturais, outros compostos solúveis e insolúveis da madeira ficam disponibilizados para extração, como substâncias fenólicas, óleos voláteis (terpenos), ácidos graxos, carboidratos (glicose, frutose, sacarose, arabinose e rafinose) e compostos nitrogenados (proteínas/aminoácidos e alcalóides).

A lignina na sua forma natural não reage com a água, contrariamente aos seus derivados que, como as frações hemicelulose e celulose, possuem diferenciados graus de reatividade e solubilidade em água. A hemicelulose é a fração de polímeros estruturais da madeira mais suscetível à hidrólise hidroalcoólica (Mosedale e Puech, 1998; Maga, 1989).

Têm sido estudadas diferentes naturezas e intensidades de tratamentos térmicos, visando a hidrólise de polímeros da madeira de carvalho para sua utilização na maturação de bebidas destiladas. A ação hidrolítica específica ou associada da água e do álcool em solução aumenta os efeitos de tratamentos térmicos previamente aplicados na madeira ou associados a outros tratamentos (Martinez *et al.*, 1996; Puech e Moutounet, 1992).

A degradação de compostos da lignina, via etanólise, na presença de oxigênio, origina os aldeídos coniferaldeído e sinapaldeído e, seqüencialmente, vanilina e seringaldeído, respectivamente, e formação correspondente dos ácidos ferúlico, sinápico, vanílico e siríngico (Puech *et. al.* 1984; Puech, 1981).

Dos componentes extraíveis da madeira de carvalho os fenóis são destacados pelas propriedades intrínsecas relacionadas no aprimoramento sensorial de bebidas destiladas (Mosedale e Puech, 1998; Puech, 1988).

- Capítulo 1 -

De acordo com Bravo (1998) os fenóis compreendem um grande número de compostos que se caracterizam por possuírem a unidade funcional oxidrila (OH) ligada diretamente a um anel aromático, como ácidos, aldeídos, álcoois, flavonóides, taninos e cumarinas. Entre os fenóis simples destacam-se os derivados da lignina (vanilina, siringaldeído, coniferaldeído, sinapaldeído e p-hidroxibenzaldeído). Fenóis mais complexos incluem as cumarinas e os flavonóides e os taninos (peso molecular entre 500 e 3000D) (Conner *et al.*, 1993).

Os taninos hidrolisáveis em meio ácido, alcalino ou por via enzimática formam carboidratos e ácidos fenolcarboxílicos (ácido gálico e elágico, vescalagina e castalagina). Os taninos não hidrolisáveis ou condensados caracterizam-se pela ausência de unidades de carboidratos na molécula (Chung *et al.*, 1998).

Os compostos não voláteis de fenóis e derivados exercem importante papel na estruturação do aroma de destilados por reduzirem, (em solução e em concentração livre no recipiente (*headspace*), os compostos voláteis. A incorporação de extratos de madeiras em destilados aumenta a solubilidade de radicais etil ésteres, aos quais estão associadas características sensoriais indesejadas, melhorando o aroma da bebida (Mosadale e Puech, 1998). Os compostos não voláteis de extratos de madeira são importantes para a estruturação do aroma, enquanto às frações voláteis estão associadas à manifestação do aroma (Maga, 1989).

O tratamento térmico de tostagem da madeira altera quantitativa e qualitativamente a fração de substâncias extraíveis durante a maturação de bebidas destiladas.

Vários estudos (Puech e Moutounet, 1992; Lethonen, 1983; Puech, 1981; Nishimura e Matsuyama, 1989; Onishi *et al.*, 1977; Martin *et al.* 1965) têm

relacionado o potencial de formação de aldeídos e ácidos aromáticos no desenvolvimento de aroma e sabor à degradação da lignina, pela aplicação de tratamentos térmicos à madeira de carvalho, como a flambagem, tostagem ou queima, entre outros.

Nishimura *et al.* (1983) apresentam resultados da aplicação de tratamentos térmicos com temperaturas de 100, 150, 200°C (tostagem) e superiores a 200°C (carbonização parcial) à madeira de carvalho fracionada, com posterior maceração hidroalcolica a 60°CGL, na relação de 2% peso/volume, durante 12 dias, à temperatura ambiente. Respectivamente, as relações de rendimentos (ppm) foram de 1,1, 3,8, 13,5 e 2,8 de vanilina; 0,1, 3,8, 32,0 e 9,2 de seringaldeído; traços, 4,3, 24,0 e 4,8 de coniferaldeído; ausência, 1,8, 6,1 e 1,1 de ácido vanílico; traços, 6,5, 60,0 e 9,0 de sinapaldeído.

Em estudo similar, usando madeira fracionada sem tratamento térmico e com a aplicação de temperaturas superiores a 200°C, com maceração posterior em solução hidroalcolica a 60°CGL, na relação 1% peso/volume, durante 6 meses, mostraram, respectivamente, os rendimentos (ppm) de 0,14 e 6,25 de vanilina; 0,27 e 12,40 de seringaldeído; traços e 8,40 de coniferaldeído; 0,35 e 2,63 de ácido vanílico; e 0,04 e 5,40 de sinapaldeído.

A aplicação de tratamentos térmicos na madeira para posterior utilização na maturação de destilados conduz à alteração do perfil sensorial das bebidas aumentando o aroma, coloração e corpo, diminuindo a pungência e a acidez das bebidas (Chatonnet *et al.*, 1999; Puech, 1984).

A maturação de bebidas destiladas com compostos extraídos de madeiras envolve fundamentalmente reações de oxidação, redução e esterificação. A presença de íons metálicos ou sais inorgânicos exerce ação catalítica, podendo

ocorrer, ainda, reações de Maillard, de polimerização e de policondensação (Cutzach *et al.*, 1997; Nishimura *et al.*, 1983).

Os compostos catequina, epicatequina e escopoletina têm sido apontados como indicadores da etapa de maturação de bebidas destiladas, em função da sua formação durante o processo, neutralizando grupos funcionais hidroxílicos (radicais livres) existentes ou formados, especialmente na presença de íons metálicos (Bettin *et al.*, 2002; Aruoma *et al.*, 1993; Singleton *et al.*, 1971).

De acordo com Noble (1990) a taxa de oxidação de compostos fenólicos no processo de maturação de bebidas alcoólicas está relacionada com o incremento de sua polimerização e conseqüente redução de sua solubilidade e atenuação dos atributos de adstringência e amargor no perfil sensorial das bebidas.

Os compostos fenólicos caracterizam a adstringência no sabor, agregam cor, participam de reações químicas para a formação de novos compostos, exercendo importante papel na estabilização físico-química e sensorial de bebidas destiladas (Bravo, 1998; Singleton, 1987). Na presença de açúcares, proteínas ou outros compostos podem formar precipitados atóxicos durante a estabilização da aguardente de cana, caracterizando um defeito na bebida, influenciando negativamente na sua aceitabilidade.

A utilização de extratos em bebidas destiladas altera a atividade relativa e a concentração de frações de solutos hidrofóbicos de baixo peso molecular (solúveis em etanol), influenciando diretamente na estabilidade e no perfil sensorial da bebida, reduzindo o impacto negativo das sensações de pungência e ardência e fixando compostos essenciais para a estabilização de atributos de aceitabilidade positivos relacionados ao aroma e sabor (Conner *et al.*, 1993).

A obtenção de extratos hidroalcoólicos de madeira para posterior utilização na maturação de bebidas destiladas tem mostrado viabilidade para a redução dos períodos tradicionais de envelhecimento em tonéis, pois proporciona melhor controle e direcionamento de pré-tratamentos à madeira, aumenta a eficiência relativa de extração, possibilita a incorporação na bebida de compostos desejados da madeira, permite melhor controle no desenvolvimento do perfil sensorial da bebida, racionaliza o uso de madeira, reduz as perdas da bebida por volatilização e os custos relativos de instalações físicas (Zimlich e Joseph, 2000; Martinez *et al.*, 1997; Bowen *et al.*, 1994).

Nishimura e Matsuyama (1989) estudaram a eficiência de extração, em extrato seco (%) e de compostos fenólicos totais (mg de ácido gálico/L), de soluções etanol/água em maceração de madeira de carvalho desestruturada (lascas), durante 5 meses, verificando incrementos crescentes de extração, com o aumento do volume de etanol de 20 até 60%, correspondendo a incrementos de 6,31 a 7,68% de extrato seco, e de 62,5 a 78,8mg de ácido gálico/L de compostos fenólicos totais. O aumento da relação etanol/água acima de 60 até 100% refletiu em decréscimos gradativos no rendimento de extração, correspondendo a soluções com 100% de etanol, 3,7% de extrato seco e 38,5mg de ácido gálico/L de compostos fenólicos totais.

Segundo Mosedale (1995) a reatividade seletiva dos compostos da madeira em relação à água e ao álcool determina a sua disponibilidade quantitativa e qualitativa nos extratos. Associadamente, o aumento relativo da temperatura e do pH de 4 para 6 pode favorecer melhores rendimentos de extratos.

Singleton (1995), Nishimura e Matsuyama (1989), Puech (1984), Singleton e Draper (1961) estudaram a eficiência relativa de extração de compostos de madeiras de carvalho fracionadas em maceração hidroalcoólica, verificando incrementos e decréscimos proporcionais ao teor alcoólico da solução. Os

melhores rendimentos de extração obtidos foram observados no intervalo de concentrações de etanol entre 40 e 72°GL, tendo pontos de inflexão (rendimentos máximos) na faixa de 55 a 60°C.

Bettin *et al.* (2002) estudaram a composição de fenóis totais em 8 amostras de aguardentes de cana não envelhecidas tipo exportação e artesanais, encontrando, respectivamente, os teores médios de 5,33mg/L (mínimo de 3,33mg/L e máximo de 9,78mg/L) e de 4,20mg/L.

A adição de extratos de madeira de carvalho promove a interação físico-molecular das frações etanol/água em solução. Associadamente com os compostos resultantes da maturação reduzem a pungência e promovem um perfil sensorial encorpado e agradável em bebidas alcoólicas (Nishimura e Matsuyama, 1989).

Muitos processos têm sido implementados para a obtenção de compostos de madeira de carvalho visando a maturação de bebidas destiladas e redução do tempo de maturação, como o emprego da secagem natural, fracionamento e aplicação de tratamentos térmicos na madeira; extração de compostos da madeira sob a ação de calor, pressão e soluções ácido-alcalinas; tratamento da madeira, de barris ou tonéis com ondas eletromagnéticas, ultrassom, irradiação gama e ultravioleta (Zimlich e Joseph, 2002; Queiroz, 1998; Monodero *et al.*, 1998; Martinez *et al.*, 1996; Singleton, 1995; Silva Junior, 1991).

A utilização destes processos, isoladamente ou associados, tem mostrado viabilidade relativa de implementação, na dependência de fatores de tradição e logístico-empresariais, identificados com a tipificação da bebida e de parâmetros de custo-benefício agregados, frente aos processos tradicionais de maturação (Mosadale e Puech, 1998).

Singleton (1995) sugeriu a dosagem de madeira de carvalho fracionada de 0,5 a 2,0g/L para produzir efeitos sensoriais perceptíveis e não excessivos na maturação de bebidas alcoólicas.

Almeida *et al.* (1947) sugeriram 4g/L de extrato seco como referencial para considerar uma aguardente de cana envelhecida em recipiente de madeira, entre outros parâmetros.

A utilização de novos materiais para acondicionamento e estabilização da aguardente de cana e a utilização de extratos da madeira de carvalho, maximizando o aproveitamento do potencial sensorial disponível; o desenvolvimento de novas técnicas de maturação, incluindo a utilização de madeiras nativas ou exóticas; podem agregar características sensoriais genuínas à aguardente de cana, distinguindo-a de outros destilados tradicionais, prescindindo da utilização de barris ou tonéis de carvalho.

A adição de extratos de matérias-primas de origem vegetal na aguardente de cana determina sua caracterização legal como *aguardente de cana composta* (Brasil, 1997).

1.6. Utilização de embalagens de PET no acondicionamento e/ou maturação de aguardente de cana

A utilização de materiais plásticos rígidos de policloreto de vinila (PVC), de polipropileno (PP) e de PET têm sido avaliados para o acondicionamento e estabilização e/ou maturação de aguardente de cana e de outros destilados, em substituição aos materiais tradicionais, como vidro, cerâmica e madeira.

- Capítulo 1 -

PET é um polímero de condensação pertencente à classe dos poliésteres. O monômero é produzido industrialmente por esterificação direta do ácido tereftálico purificado com etileno glicol ou por transesterificação do dimetil tereftalato com etileno glicol. A polimerização, independentemente da via de produção do monômero, é realizada por policondensação em fase líquida (produção de PET amorfo) e policondensação no estado sólido ou pós-condensação no estado sólido (cristalização), originando a matéria-prima (resina), comercializável em grãos, para a indústria de embalagens (Rhodia-ster, 2000).

O processo de fabricação de embalagens de PET envolve etapas de injeção, estiramento e sopro, em um ou dois estágios. Os grãos de PET são fundidos a uma temperatura aproximada de 270°C e a massa injetada em moldes no formato de tubos com rosca na extremidade aberta e fundo fechado, originando as pré-formas ou pré-formados, que podem sofrer estiramento e sopro em um único equipamento (processo de um estágio), ou alimentarem um equipamento de sopro em uma mesma planta industrial ou em plantas diferentes (processo de 2 estágios) (Rhodia-ster, 2000).

O PET tem sido destacado em comparação a outros materiais plásticos pelas suas propriedades mecânicas, como alta resistência à ruptura, perfuração, rasgamento e impacto; por seu amplo espectro de estabilidade dimensional, podendo suportar temperaturas na faixa de -180°C a 220°C; apresentar estabilidade química e inocuidade relativa de interação com os produtos acondicionados; ter propriedades de transparência e brilho similares ao vidro; e apresentar versatilidade em parâmetros de apresentação de embalagem (Food..., 2002; Goddard, 1986; Peters e Heuer, 1984).

A etapa de sopro é importante na fabricação de embalagens de PET, pois possibilita a ordenação das moléculas do polímero nos sentidos horizontal e longitudinal, conhecido como biorientação, melhorando as propriedades

mecânicas, de barreira e resistência química (Brody, 2001; Brown, 1992; Garcia *et al.* 1989).

A utilização da resina, aditivos, equipamentos e materiais de PET em contato com alimentos no Brasil é regulamentada pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Brasil, 1999), harmonizada com outras regulamentações, como as do Mercosul, Mercado Comum Europeu e Estados Unidos da América (FDA) (Freire *et. al.*, 1998).

Parâmetros de processo na fabricação de pré-formas, tais como a temperatura de fusão e umidade inicial da resina; tempo de permanência na temperatura de fusão e o atrito, originam compostos voláteis residuais de baixo peso molecular que ficam aprisionados nas paredes de garrafas de PET, destacando-se o acetaldeído, que pode difundir para os produtos, alterando o perfil sensorial dos mesmos (Chang *et al.*, 2002; Duarte, 2001).

Tawfic *et al.* (1997), Feron *et al.* (1994) e Monarca *et al.* (1994) verificaram que a utilização de PET para o acondicionamento de bebidas não mostra perigos à saúde.

Correa (2001) avaliou o acondicionamento de aguardente de cana em garrafas plásticas de PP, PET e PVC e de vidro, durante 17 meses, em base à variação do grau alcoólico, densidade, acidez total, volátil e fixa de compostos voláteis (acetaldeído, acetato de etila, metanol, propanol, isobutanol e álcool isoamílico) e análise sensorial por testes de diferença do controle e de aceitação. Verificou decréscimo do grau alcoólico da aguardente de cana envasada em PP e aumento na acondicionada em PET e PVC; relativo aumento da acidez total e correspondente decréscimo da acidez volátil, bem como relativa estabilidade da acidez fixa; os compostos voláteis não apresentaram variações significativas ($p \leq 0,05$) ao longo do período de estocagem. As características sensoriais de

- Capítulo 1 -

aroma e sabor, avaliadas através do teste de diferença do controle, mostraram as melhores respostas para as aguardentes de cana envasadas em PP, PET e PVC, crescentemente, nessa ordem, sem variações significativas ($p \leq 0,05$) na aceitabilidade pelos consumidores.

Faria (1995) abordou a possibilidade de ocorrência de instabilidades em bebidas decorrentes da degradação estrutural e eluição de elementos da estrutura da embalagem, como chumbo, cádmio e arsênico (embalagens de vidro e cerâmica); cloreto de vinila e estabilizantes de bases metálicas (embalagens de PVC); e acetaldeído (embalagens de PET).

Correa (2001) determinou a taxa de permeabilidade ao oxigênio em garrafas de PET de volume médio de 1L, a 25°C, de 0,0788mL/garrafa/dia; a taxa de permeabilidade ao vapor de água de 0,0459 e 0,946g/embalagem/dia, respectivamente, em embalagens com umidade relativa externa de 0% e 100% no interior da garrafa, a 25 e 35°C; e a taxa correspondente de permeabilidade ao etanol de 0,0175 e 0,0106g/embalagem/dia.

Ough (1987) concluiu que a utilização de embalagens de PET de 3 e 4L para o acondicionamento de vinho, até 12 meses, à temperatura de 20°C, mostrou eficiência para a sua estabilidade, não detectando variação no total de acetaldeído e alteração do aroma e sabor, em relação à bebida acondicionada em vidro.

Segundo Datamark (2003), no Brasil, em 2001, as embalagens de PET acondicionaram 1,2% do total de vinhos, aguardentes e outros destilados comercializados a varejo; o vidro 97,8%; as latas de alumínio 0,4%; e as embalagens assépticas (laminadas) 0,6%.

As embalagens de PET podem oferecer características de permeabilidade interessantes sob o ponto de vista de estabilização e/ou maturação de aguardente

- *Capítulo 1* -

de cana, cachaça e de outros destilados, permitindo a difusão de oxigênio do ambiente para o produto, contrariamente aos objetivos perseguidos para outros alimentos, onde o PET e outros materiais plásticos são planejados para serem barreira ao oxigênio, além de outras propriedades.

2. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, J.R.; VALSECCHI, O.; NOVAIS, R.F. Envelhecimento das aguardentes. In: **Anais da ESALQ/USP**. Piracicaba: ESALQ/USP, 1947. v.4, p.11-83.

ARESTA, M.; BOSCOLO, M.; FRANCO, D.W. Cupper(II) catalysis in cyanide conversion into ethyl carbamate in spirits and relevant reactions. **J. Agric. Food Chem.**, n.49, p.2819-2824, 2001.

ARUOMA, O.L.; MURCIA, A.; BUTLER, J.; HALLIWELL, B. Evaluation of the antioxidant and prooxidant actions of gallic acid and its derivatives. **J. Agric. Food Chem.**, n.41, p.1880-1885, 1993.

BARRUFALDI, R.; OLIVEIRA, M.N. Principais operações e processos unitários. In: _____. **Fundamentos de tecnologia de alimentos**. v.3. São Paulo: Atheneu, 1998. cap.4, p.27-61.

BETTIN, S.M.; ISIQUE, W.D.; FRANCO, D.W.; ANDERSEN, M.L.; KNUDSEN, S.; SKIBSTED, L.H. Phenols and metals in sugar-cane spirits. Quantitative analysis and effect on radical formation and radical scavenging. **Eur. Food Res. Technol.**, n.215, p.169-175, 2002.

BEZERRA, C.W.B. **Caracterização química da aguardente de cana-de-açúcar: determinação de álcoois, ésteres e dos íons Li^+ , Ca^{+2} , Mg^{+2} , Cu^{+2} e Hg^{+2}** . 1995. 53p. Dissertação (Mestrado) - USP/Instituto de Química de São Carlos, São Carlos, 1995.

BIZELLI, L.C.; RIBEIRO, C.A.F.; NOVAES, F.V. Dupla destilação da aguardente de cana: teores de acidez total e de cobre. **Scientia Agricola**, v.57, n.4, 2000. <disponível em://http:www.scielo.br>. Acesso em: 26 jan. 2004.

BIZELLI, L.C. **Influência da condução da dupla destilação nas características físico-químicas e sensoriais da aguardente de cana**. 2000. 61p. Dissertação (Mestrado) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2000.

BOSCOLO, M.; ANDRADE-SOBRINHO, L.G.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. Spectrophotometric determination of caramel content in spirits aged in oak casks. **Journal of AOAC International**, v.85, n.3, p.744-750, 2002.

BOSCOLO, M. **Caramelo e carbamato de etila em aguardente de cana. Ocorrência e quantificação**. 2001. 100 p. Tese (Doutorado) - USP/Instituto de Química de São Carlos, São Carlos, 2001.

BOSCOLO, M.; ANDRADE-SOBRINHO, L.G.A.; FRANCO, D.W. Carbamato de

etila em aguardente de cana. **Engarrafador Moderno**, n.86, 54-56, 2001.

BOSCOLO, M.; BEZERRA, C.W.B.; CARDOSO, D.R.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. Identification and dosage by HRGC of minor alcohols and esters in brazilian sugar-cane spirit. **J. Braz. Chem. Soc.**, v.11, n.1, p.86-90, 2000.

BOSCOLO, M. **Estudo sobre envelhecimento de aguardente de cana-de-açúcar**. 1996. 83p. Dissertação (Mestrado) - USP/Instituto de Química de São Paulo. São Carlos, 1996.

BOOTH, M.; SHAW, W.; MORHALO, L.. Blending and bottling. In: Piggott, J.R.; SHARP, R.; DUNCAN, R.E.B. **The science and technology of whiskies**. Essex: Longman Scientific & Technical, 1989. 410p.

BOWEN, D.; BENNING, J.; BRONZERT, C.; ELLISON, A. **Process for preparing an oak wood extract and distillate**. USA 5.356.641, 18 out. 1994.

BOZA, Y.E.A.G. **Influência da condução da destilação sobre a composição e a qualidade sensorial da aguardente de cana**. 1996. 143p. Dissertação (Mestrado) - USP/ESALQ, Piracicaba, 1996.

BRASIL. Portaria nº 59, de 13 de agosto de 2004. Aprova o Regulamento Técnico para fixação dos padrões de identidade e qualidade para aguardente de cana e para cachaça. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 17 ago. 2004. Seção I, p.10.

BRASIL. Decreto nº 4.851, de 2 de outubro de 2003. Altera dispositivos do Regulamento aprovado pelo Decreto nº 2.314, de 4 de setembro de 1997, que dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção, a produção e a fiscalização de bebidas. **Senado Federal**. Disponível em: <<http://www.senado.gov.br>>. Acesso em: 4 dez. 2003a.

BRASIL. Decreto nº 4.062, de 21 de dezembro de 2001. Define as expressões “cachaça”, “Brasil” e “cachaça do Brasil” como indicações geográficas e dá outras providências. **Senado Federal**. Disponível em: <<http://www.senado.gov.br>>. Acesso em: 20 out. 2003b.

BRASIL. Decreto nº 2.314, de 4 de setembro de 1997. Regulamenta a Lei nº 8.918, de 14 de julho de 1994, que dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção, a produção e a fiscalização de bebidas. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 5 set. 1997. Seção I, p.19.549-19.561.

- Capítulo 1 -

BRASIL. Ministério da Agricultura. Portaria nº 371. Complemento de padrões de identidade e qualidade para destilados alcoólicos. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 19 set. 1974. Seção I, parte I (Suplemento).

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução nº 105. de 19 de maio de 1999. Regulamento Técnico – Disposições gerais para embalagens e equipamentos em contato com alimentos. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 20 mai. 1999.

BRASIL. Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior. **Exportação brasileira de cachaça e caninha**. Brasília, 2003. Disponível em:<http://www.aliceweb.mdic.gov.br>. Acesso em: 12 fev. 2004.

BRAVO, L. Polyphenols: chemistry, dietary sources, metabolism, and nutritional significance. **Nutrition Reviews**, v.56, n.11, p.317-333, 1998.

BRODY, A.L. Strategies for polyester packaging. **Food Technology**, v.55, n.2, p.68-69, 2001.

BROWN, W.E. Barrier design. In: _____. **Plastic in food packaging: properties, design and fabrication**. New York: Marcel Dekker, 1992. Cap. 8. p.293-357.

CAMPELO, E.A.P. Agronegócio da cachaça de alambique de Minas Gerais: panorama econômico e social. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.217, p.7-18, 2002.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Perfil sensorial e características físico-químicas de aguardentes comerciais brasileiras envelhecidas e sem envelhecer. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, n.3, p.31-40, 2000a.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Análise da aceitação de aguardentes de cana por testes afetivos e Mapa de Preferência Interno. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.20, n.1, p.32-36, 2000b.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Análise tempo-intensidade de características sensoriais de aguardente de cana durante o envelhecimento em tonel de carvalho (*Quercus sp.*). **Bol. SBCTA**, v.33, n.1, p.27-34, 1999.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Análise descritiva quantitativa da aguardente de cana durante o envelhecimento em tonel de carvalho (*Quercus alba*, L.). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.18, n.2, p.169-175, 1998.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, B.F. Modificações físico-químicas e sensoriais de aguardente de cana durante o envelhecimento em tonel de carvalho (*Quercus alba*, L.). **Boletim CEPPA**, Curitiba, v.15.n.2, p.87-100, 1997.

CASCUDO, L.C. **Prelúdio da cachaça: etnologia, história e sociologia da aguardente no Brasil**. Belo Horizonte: Itatiaia, 1986. 85p.

CHANG, L.; MÁRQUEZ, E.; RODRIGUEZ, J.L.; BOLUMEN, S.; LEDEA, O.; HERNANDEZ, U. Determinación de acetaldehído en aguas mineral natural y carbonatada. **Alimentaria**, v.39, n.330, p.129-131, 2002.

CHATONNET, P.; CUTZACH, I.; PONS, M.; DUBOURDIEU, D. Monitoring toasting intensity of barrels by chromatographic analysis of volatile compounds from toasted oak wood. **J. Agric. Food Chem.**, v.47, p.4310-4318, 1999.

CHAVES, J.B.; PÓVOA, M.E.B. A qualidade da aguardente de cana-de-açúcar. In: MUTTON, M.J.R.; MUTTON, M.A. **Aguardente de cana: produção e qualidade**. Jaboticabal: FUNEP, p.93-132, 1992.

CHUNG, K.; WONG, T.Y.; WEI, C.; HUANG, Y.; LIN, Y. Tannins and human health: a review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**. v.38, n.6, p.421-464, 1998.

CONNER, J.M.; PATERSON, A.; PIGGOTT, J.R. Changes in wood extractives from oak cask staves through maturation of scotch malt whisky. **J. Sci. Food Agric.**, v.62, p.169-174, 1993.

CORREA, C.P.A. **Avaliação da influência de embalagens na qualidade da aguardente de cana-de-açúcar**. 2001. 111p. Dissertação (Mestrado) - UNICAMP/Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2001.

CUTZACH, I.; CHATONNET, P.; HENRY, R.; DUBOURDIEU, D. Identification of volatile compounds with a "toasty" aroma in heated oak used in barrelmaking. **J. Agric. Food Chem.**, v.45, p.2217-2224, 1997.

DATAMARK. Estatística: participação das embalagens no mercado nacional de bebidas. **Engarrafador Moderno**, n.105, p.34-35, 2003.

DIAS, S.M.B.C.; MAIA, A.B.R.A.; NELSON, D.L. Utilização de madeiras nativas no envelhecimento da cachaça de alambique. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v. 23, n.217, p.46-57, 2002.

DIAS, S.M.B.C. **Efeito de diferentes tipos de madeira sobre a composição química da aguardente de cana envelhecida**. 1997. 109p. Dissertação (Mestrado) - UFMG/Faculdade de Farmácia, Belo Horizonte, 1997.

DUARTE, G.M.B. **Determinação do limiar de detecção absoluto e avaliação dos níveis residuais de acetaldeído em águas minerais acondicionadas em garrafas de polietileno tereftalato (PET)**. 2001. 85p. Dissertação (Mestrado) – UNICAMP/Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2001.

ESTANISLAU, M.L.L.; CANÇADO JUNIOR, F.L.; PAIVA, B.M. Mercado atual e potencial da cachaça. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.217, p.19-24, 2002.

FARIA, J.A.F. Inovações e tendências de embalagens plásticas para alimentos. In: MATERIAIS PLÁSTICOS EM CONTATO COM ALIMENTOS, 1995, Campinas. Campinas: CETEA/ITAL, 1995.

FARIA, J.B.; DELIZA, R.; ROSSI, E.A. Compostos sulfurados e a qualidade das aguardentes de cana (*Saccharum officinarum*, L.). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.13, n.1, p.89-93, 1993.

FERON, V.J.; JETTEN, J.; KRUIJF, N.; VAN DEN BERG, F. Polyethylene terephthalate bottles (PRBs): a health and safety assessment. **Food Additives and Contaminants**, v.11, n.5, p.571-594, 1994.

FOOD JOURNAL OF THE SOUTH AFRICAN ASSOCIATION FOR FOOD SCIENCE 7 TECHNOLOGY. Message in a bottle... in a can... and in PET.... **Food Review**, v.29, n.5, p. 19-21, 2002.

FORLIN, F.J.; JERÔNIMO, E. Estabilização de bebidas alcoólicas. In: MORETTI, R.H. **Estabilização de bebidas**. Campinas:UNICAMP/FEA/DTA, 2001. 1 CD-ROM. Windows 98.

FRANCO, D.W. Controle da qualidade de aguardentes. Simpósio Latino Americano de Ciência dos Alimentos, 4., 2001. **Resumos...** Campinas: Unicamp, 2001.

FREIRE, M.T.A.; REYES, F.G.R.; KUZNESOF, P.M.; VETTORAZZI, G. Aspectos de legislação do mercado internacional de embalagens plásticas para alimentos. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, ano 8, n.4, p. 42-52, out./dez., 1998.

FURTADO, S.M.B. **Avaliação sensorial descritiva de aguardente de cana. Influência da composição em suas características sensoriais e correlação entre as medidas sensoriais e físico-químicas**. 1995. 100p. Tese (Doutorado) - UNICAMP/Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 1995.

FURUYA, S.M.B.; NASCIMENTO, R.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. Cetonas em aguardente de cana. **Engarrafador Moderno**, n.55, p.86-87, 1998.

GARCIA, E.E.C.; PADULA, M.; SANTÓPOULOS, C.I.G.L. **Embalagens plásticas: propriedades de barreira**. Campinas: Ital/Cetea, 1989. 43p.

GODDARD, K. The potential of PET. **Food Manufacture**, v.61, n.9, p. 22-25, 1986.

GOS, B. **Method for accelerating the aging of distillates**. USA 4.956.194, 11 set. 1990.

HOWELL, G.S.; MILLER, D.P. **Method for producing and using oak in divided form for flavoring wine**. USA 5.102.675, 7 abr. 1992.

ISIQUE, W.D.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. A qualidade da cachaça, uma opinião para discussão. **Engarrafador Moderno**, n.98, p.32-36, 2002.

ISIQUE, W.D.; CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Teores de enxofre e aceitabilidade de aguardentes de cana brasileiras. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.18, n.3, p.356-359, 1998.

LAENDER, F.C. Agronegócio da cachaça é fonte de emprego e renda para produtores mineiros. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.217, p.5, 2002.

LÉAUTÉ, R. Distillation in alambic. **American Journal of Enology and Viticulture**, v.41, n.1, p.90-103, 1990.

LETHONEN, M. High performance liquid chromatographic determination of nonvolatile phenolic compounds in matured distilled alcoholic beverages. **J. Assoc. Off. Anal. Chem.**, v.51, p.925-927, 1983.

LIMA, U.A. **Estudo dos principais fatores que afetam os componentes do coeficiente não álcool das aguardentes de cana**. 1964. 141p. Tese (Professor Catedrático) - USP/ESALQ, Piracicaba, 1964.

LITCHEV, V. Influence of oxidation processes on the development of the taste and flavor of wine distillates. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.40, n.1, p.31-35, 1989.

MAGA, J.A. The contribution of wood to the flavor of alcoholic beverages. **Food Reviews International**, v.5, n.1, p.39-99, 1989.

MAIA, A.B.R.A. Equipamentos para a produção de cachaça. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.217, p.63-66, 2002.

MAIA, A.B. Componentes secundários da aguardente. **Revista STAB**. v.12, n.6, p.29-34, 1994.

MAIOR, M.S. **Dicionário folclórico da cachaça**. Recife: Fundação Joaquim Nabuco/Editora Massangana, 1985. 152p.

MARCELLINI, P.S. **Análise descritiva quantitativa de aguardentes de cana (*Saccharum spp.*) comerciais e destiladas em alambiques de cobre e aço-inoxidável**. 2000. 77p. Dissertação (Mestrado) - UNESP/Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Araraquara, 2000.

MARIA, C.A.B.; MOREIRA, R.F.A. Composição do aroma de aguardente de cana envelhecida em barris de bálamo e carvalho. **Engarrafador Moderno**, São Paulo, n.117, p.24-27, 2003.

MARTINEZ, R.G.; SERRANA, H.L.G.; MIR, M.V.; MARTINEZ, M.C.L. Evolución de los parámetros físico-químicos en aguardientes macerados con madera de roble: influencia del tiempo de maceración. **Alimentaria**, jul./ago., p.111-117, 1997.

MARTINEZ, R.G.; DE LA SERRANA, H.L.G.; MIR, M.V.; GRANADOS, J.Q.; MARTINEZ, M.C.L. Influence of wood heat treatment, temperature and maceration time on vanillin, syringaldehyde, and gallic acid contents in oak wood and wine spirit mixtures. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.47, n.4, p.441-446, 1996.

MARTIN, G.E.; SCHIMIT, J.A.; SCHOENEMAN, R.L. Various components of Bourbon whisky by thin layer and gas-liquid chromatography. **J. Assoc. Off. Anal. Chem.**, v.48, p.962-964, 1965.

MENDES, L.M.; MORI, F.A.; TRUGILHO, P.F. Potencial da madeira de agregar valor à cachaça de alambique. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.217, p.52-58, 2002.

MONARCA, S.; DE FUSCO, R.; BISCARDI, D.; DE FEO, V.; PASQUINI, R.; FATIGONI, C.; MORETTI, M.; ZANARDINI, A. Studies of migration of potentially genotoxic compounds into water stored in pet bottles. **Food Chem. Toxic.**, v.32, n.9, p.783-788, 1994.

MONEDERO, L.; OLAILA, M.; QUESADA, J.J.; GA, H.L.; MARTINEZ, M.C.L. Exhaustion techniques in the selection and description of phenolic compounds in Jerez wine extracts obtained by an accelerated aging technique. **J. Agric. Food Chem.**, n. 46, p.1754-1764, 1998.

MORI, F.A.; MENDES, L.M.; TRUGILHO, P.F.; CARDOSO, M.G. Utilização de eucaliptos e de madeiras nativas no armazenamento da aguardente de cana-de-açúcar. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.23, n.3, p.396-400, 2003.

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

MOSEDALE, J.R. Effects of oak wood on the maturation of alcoholic beverages with particular reference to whisky. **Forestry**, v.68, n.3, p.203-230, 1995.

MOURGES, J.; JOURET, C.; MOUTOUNET, M. Détermination du taux d'oxygène dissous et du potentiel oxydo-réducteur des eaux-de-vie d'armagnac au cours de leur maturation. **Ann. Technol. Agric.**, v.22, n.2, p.75-90, 1973.

NAGATO, L.A.F.; NOVAES, F.V.; PENTEADO, M.V.C. Carbamato de etila em bebidas alcoólicas. **Bol. SBCTA**, Campinas, v. 37, n.1, p.40-47, 2003.

NAGATO, L.A.F.; DURAN, M.C.; CARUSO, M.S.F.; BARSOTTI, R.C.F.; BADOLATO, E.S.G. Monitoramento da autenticidade de amostras de bebidas alcoólicas enviadas ao Instituto Adolfo Lutz em São Paulo. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v.21, n.1, p.39-42, 2001.

NAGATO, L.A.F.; SILVA, O.A.; YONAMINE, M.; PENTEADO, M.V.C. Quantification of ethyl carbamate (EC) by gas chromatography and mass spectrometric detection in distilled spirits. **Alimentaria**, n.311, p.31-36, 2000.

NASCIMENTO, R.F. **Aldeídos, ácidos e compostos sulfurados em aguardente de cana-de-açúcar (*Saccharum spp.*)**. 1997. 126p. Tese (Doutorado) - USP/Instituto de Química de São Carlos, São Carlos, 1997.

NASCIMENTO, R.F.; BEZERRA, C.W.B.; FURUYA, S.M.B.; SANTI-DE, I.A.A.; CAMPOS, P.; POLASTRO, L.R.; SCHULTZ; M.S.; LIMA-NETO, B.S.L.; FRANCO, D.W. Mineral profile of brazilian cachaças and other international spirits. **Journal of Food Composition and Analysis**, n.12, p.17-25, 1999.

NASCIMENTO, R.F.; BEZERRA, C.W.B.; FURUYA, S.M.B.; SANTI-DE, I.A.A.; CAMPOS, P.; POLASTRO, L.R.; SCHULTZ; M.S.; LIMA-NETO, B.S.L.; FRANCO, D.W. A presença de metais nas caninhas brasileiras. **Engarrafador Moderno**, n.52, 69-78, 1997a.

NASCIMENTO, R.F.; CERRONI, J.L.; CARDOSO, D.R.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. Comparação dos métodos oficiais de análise e cromatográficos para a determinação dos teores de aldeídos e ácidos em bebidas alcoólicas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 18, n.3, p.350-355, 1998.

NASCIMENTO, R.F.; MARQUES, J.C.; LIMA NETO, B.S., KEUKELEIRE, D.; FRANCO, D.W. Qualitative and quantitative high-performance liquid chromatographic analysis of aldehydes in Brazilian sugar cane spirits and other

distilled alcoholic beverages. **Journal of Chromatography A**, **782**, p.13-23, 1997b.

NISHIMURA, K.; MATSUYAMA, R. Maturation and maturation chemistry. In: PIGGOTT, R.J.; SHARP, R.; DUNCAN, R.E.B. **The science and technology of whiskies**. London: Logman Scientific & Technical, p.235-263, 1989.

NISHIMURA, K.; OHNISHI, M.; MASUDA, M., KOGA, K.; MATSUYAMA, R. Reactions of wood components during maturation. In: PIGOTT, J.R. **Flavour of distilled beverages: origin and development**. Chichester: Ellis Horwood Limited, p.241-255, 1983.

NOBLE, A.C. Bitterness and astringency in wine. In: ROUSEFF, R.L. **Bitterness in foods and beverages**. Elsevier: New York, 1990.

NOVAES, F.V. Cachaça de alambique x aguardente “industrial”. **Engarrafador Moderno**, São Paulo, p.46-49, 2002a.

NOVAES, F.V. Aguardente de cana bidestilada: um novo conceito em bebida. Brazilian Meeting on Chemistry of Food and Beverages, 4., 2002. **Abstracts...**, Campinas: Unicamp, 2002b.

NOVAES, F.V. Como controlar a qualidade da cachaça. **Engarrafador Moderno**, n. 85, p.24-30, 2001.

NOVAES, F.V. Em nome da qualidade da aguardente de cana. **Engarrafador Moderno**, São Paulo, v.7, n.49, p.68-73, 1997.

NOVAES, F.V. **Produção e qualidade da aguardente de cana**. Piracicaba: ESALQ, 1995. 27p.

NYKÄNEN, L. Formation and occurrence of flavor compounds in wine and distilled alcoholic beverages. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.37, n.1, p.84-96, 1986.

ODELLO, L. The cachaça sensorial characterization: from the methods to the first experiences in Europe. Brazilian Meeting on Chemistry of Food and Beverages, 4., 2002. **Abstracts...** Campinas: Unicamp, 2002.

OLIVEIRA-DE, E.R. **A “marvada pinga” – produção de cachaça e desenvolvimento em Salinas, norte de Minas Gerais**. 2000. 178p. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2000.

OLIVEIRA, E.S. **Características fermentativas, formação de compostos voláteis e qualidade da aguardente de cana obtida por linhagens de**

leveduras isoladas de destilarias artesanais. 2001. 135p. Tese (Doutorado) - UNICAMP/Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2001.

ONISHI, M.; GUYMON, J.; CROWELL, E.A. Changes in some volatile constituents of brandy during ageing. **Am. J. Enol.Vitic.**, v. 28, p.152-158, 1977.

OUGH, C.S. Use of PET bottles for wine. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.38, n.2, p.100-104, 1987.

PETERS, J.W.; HEUER, R. Plastic bottles reshape food packaging's future. **Packaging**, v.29, n.1, p.31-38, 1984.

PHILP, J.M. Cask quality and warehouse conditions. In: PIGOOT, R.J.; SHARPM R.; DUNCAN, R.E.B. **The science and technology of whiskies.** New York: Longman, p.264-295, 1989.

POLASTRO, L.R.; BOSO, L.M.; ANDRADE-SOBRINHO, L.G.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. Compostos nitrogenados em bebidas destiladas: cachaça e tiquira. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.21, n.1, p.78-81, 2001.

PUECH, J-L. Phenolic compounds in oak wood extracts used in the ageing of brandies. **J. Sci. Food Agric.**, n.42, p.165-172, 1988.

PUECH, J-L. Characteristics of oak wood and biochemical aspects of armagnac aging. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.35, n.2, p.77-81, 1984.

PUECH, J-L. Extraction and evolution of lignin products in armagnac matured in oak. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.32, p.111-114, 1981.

PUECH, J-L.; LEAUATE, R.; CLOT, G.; NOMDEDUE, L. Evolution de divers constituents volatiles et phenolique des eau de vie de cognac au cours de leur vieillissement. **Sci. Alim.**, v.4., p.65-80, 1984.

PUECH, J-L.; MOUTOUNET, M. Phenolic compounds in ethanol-water extract of oak wood and in a brandy. **Lebensm.-Wiss.-Technol.**, v.25, p.350-352, 1992.

QUEIROZ-DE, E.L.M.T. **Envelhecimento forçado da aguardente de cana: estudo comparativo com o envelhecimento tradicional em carvalho (*Quercus sp.*)**. 1998. 83p. Dissertação (Mestrado) - UNESP/Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Araraquara, 1998.

REAZIN, G.H. Chemical mechanisms of whiskey maturation. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.32, n.4, p.283-289, 1981.

RHODIA-STER. **Manual Técnico Rhopet**. 1.ed. São Paulo, Rhodia-ster, 2000, 79p.

RIJKE, R.; HEIDE, R. Flavour compounds in rum, cognac and whisky. In: PIGGOT, J.R. **Flavour of distilled beverages: origin and development**. Florida: Verlag Chemie International, p.79-92, 1983.

SEBRAE-MG. **Diagnóstico da cachaça de Minas Gerais**. Belo Horizonte, Sebrae, 2001. 259p.

SIEBALD, H.G.L.; CANUTO, M.H.; LIMA, G.M.; SILVA, J.B.B. Alguns aspectos toxicológicos da cachaça. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.217, p.59-62, 2002.

SILVA JÚNIOR-DA, L.S. **Avaliação físico-química e sensorial da cachaça durante o envelhecimento em ancorote de carvalho (*Quercus sp.*) irradiado**. 1999. 113p. Dissertação (Mestrado) - UNESP/Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Araraquara, 1999.

SILVA, P.H.A.; NÓBREGA, I. Physical-chemical characterization of commercial brands of brazilian sugar cane spirit. **Technical Quarterly**, v.38, n.3, p.163-166, 2001.

SINGLETON, V.L. Maturation of wines and spirits: comparisons, facts, and hypotheses. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.46, n.1, p.98-115, 1995.

SINGLETON, V.L. Oxygen with phenols and related reactions in must, wines, and model systems: observations and practical implications. **Am. J. Enol. Vitic.**, v. 38, n.1, p.69-77, 1987.

SINGLETON, V.L.; SULLIVAN, A.R.; KRAMER, C. An analysis of wine to indicate aging in wood or treatment with wood chips or tannic acid. **Am. J. Enol. Vitic.**, v. 22, n.3, p.161-166, 1971.

SINGLETON, V.L.; DRAPER, D.E. Wood chips and wine treatment: the nature of aqueous alcohol extracts. **Am. J. Enol. Vitic.**, n.12, p.152-158, 1961.

SMEDT, P.; LIDDLE, P. Differentiation between runs and other spirits. **Annales de Technologie Agricole**, v.24, p.269-286, 1975.

TAWFIC, M.S.; DEVLIEGHERE, F.; STEURBAUT, W.; HUYGHEBAERT, A. Chemical contamination potential of bottle materials. **Acta Alimentaria**, v.26, n.3, p.219-233, 1997.

- Capítulo 1 -

TRITTON, S.M. **Spirits, aperitifs and liqueurs: their production**. London: Faber and Faber, 1975. 82p.

VALSECHI, O. Envelhecimento da aguardente de cana-de-açúcar. **Revista de Tecnologia de Bebidas**, ano 4, n.10, p.21-29, 1962.

WILLIAMS, A.A. Flavour effects of ethanol in alcoholic beverages. **The Flavour Industry**, v.3, p.604-607, 1972.

YOKOYA, F. **Fabricação de aguardente de cana**. Campinas: Fund. Tropical de Pesquisas e Tecnologia "André Tosello", 1995. 92p.

ZIMLICH, III; JOSEPH, A. **Process for producing an extract of an accelerated oak aged alcoholic concentrate**. USA 6.344.226, 5 fev. 2002.

ZIMLICH, III; JOSEPH, A. **Oak aged alcoholic beverage extract**. USA 6.132.788, 17 out. 2000.

Capítulo 2

**Obtenção de extrato
de madeira de carvalho triturada por maceração
com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar para
maturação de aguardente de cana**

RESUMO

FORLIN, F.J. **Obtenção de extrato de madeira de carvalho triturada por maceração com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar para maturação de aguardente de cana**. Campinas. 2005. 176p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

A elaboração de extratos de madeira de carvalho por maceração com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA) para maturação de aguardente de cana mostra vantagens de processo e econômicas por racionalizar a utilização e otimizar a extração de compostos da madeira, melhorar o controle na estabilização do perfil sensorial e reduzir o tempo de maturação da bebida. Quantidade fixa de madeira de carvalho triturada tostada e não tostada na relação 9:1 (p/p) foi macerada com DASCA com teor alcoólico de 55% em volume a 20°C, na relação 1:5 (g/v). Os extratos obtidos de cada batelada de maceração foram analisados quanto ao teor de extrato seco, compostos fenólicos totais, acidez volátil, fixa e total, e cor. Foram realizadas 13 macerações seqüenciais em batelada com duração de: 1, 4, 8, 12, 16, 20, 10 (após manutenção de 15 dias da madeira drenada, sem DASCA), 20, 30, 15 (após manutenção de 30 dias com madeira drenada, sem DASCA), 30, 45 e 30 dias (após manutenção de 60 dias com madeira drenada, sem DASCA). Os rendimentos agregados dos extratos das macerações 1, 4, 8, 12 e 16 dias (totalizando 41 dias de maceração), no contexto das 13 macerações (totalizando 346 dias de maceração), foram de 74,5% de extrato seco, 67,5% de compostos fenólicos totais, 83,9% de acidez fixa, 67,7% de acidez total. A cor dos extratos da 1ª à 13ª maceração variou de 45,09, 39,45 e 70,28 para 85,57, 2,18 e 35,90, respectivamente, para L, a, b, avaliada com a turbidez média de 33,82. Estes resultados embasaram a formação de extrato resultante utilizado na maturação de cachaça, o qual representou um enriquecimento do DASCA de 66,7 vezes de extrato seco, 17,7 vezes de compostos fenólicos totais, 28,9% de acidez volátil, 39 vezes de acidez fixa, 4,3 vezes de acidez total e 28,2% de ésteres totais. A cor foi de 71,23, 18,85 e 77,42, para L, a, b, respectivamente, sendo a turbidez de 35,58. Foram associadas perdas de 1,5% do teor alcoólico real, 2,0% de aldeídos totais, 2,7% de álcool isoamílico, 3,8% de álcool isobutílico e 4,0% de álcool n-propílico.

Palavras-chave: destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar; aguardente de cana; cachaça; extrato de madeira de carvalho.

ABSTRACT

FORLIN, F.J. **Oak extracts obtaining through oak wood grinded maceration with brazilian sugar-cane spirit for its utilization in cachaça maturation.** Campinas. 2005. 176p. Thesis (Doctor in Food Technology) – Faculty of Food Engineering, State University of Campinas, Campinas, 2005.

The elaboration of oak wood extract in maceration with sugar-cane spirit for cachaça maturation shows advantages both of process and economic making it, to enable and rationalize wood utilization, to optimize wood compound extraction, to improve the control in the stabilization of the sensory profile and to reduce the maturation time of the cachaça. Constant amount oak wood grinded toasted and non-toasted at relation 9:1 (p/p) was macerated in consecutive units macerations with sugar-cane spirit at 55°GL/20°C (BSCS) at relation 1:5 (g/v). The each unit extract maceration was analyzed in relation to the dry extract, total phenolic compounds, volatile, fixed and total acidity, and colour. Thirteen consecutive units macerations took place with following duration time: 1, 4, 8, 12, 16, 20, 10 (after maintenance for 15 days with drained wood, without BSCS), 20, 30, 15 (after maintenance for 30 days with drained wood, without BSCS), 30, 45 and 30 days (after maintenance for 60 days with drained wood, without BSCS). The associated profit of the units macerations 1, 4, 8, 12 and 16 days (totalizing 41 days of maceration) in context of the thirteen consecutive units macerations (totalizing 346 days of maceration) went of 74.5% dry extract, 67.5% total phenolic compounds, 86.0% fixed acidity and 67.7% total acidity. The colour reading to the first at thirteen extracts went of 45.09, 39.45 and 70.28 to 85.57, 2.18, and 35.90, for L, a, b, respectively, with haze average of 33.82. This dates made possible to originate a resultant extract used in cachaça maturation witch improved the BSCS in 66.7 times of dried extract, 17.7 times of total phenolic compounds, 28.9% of volatile acidity, 39 times of fixed acidity, 4.3 times of total acidity and 28.2% of total esters. The colour was of 71.23, 18.85 and 77.42, for L, a, b, respectively, and haze of 35.58. It was losses associated of the 1.5% of ethanol, 2% of total aldehydes, 2.7% isoamilic alcohol, 3.8% the isobutylic alcohol and 4% n-propylic alcohol.

Key-words: cachaça; brazilian sugar-cane spirit; oak extract.

1. INTRODUÇÃO

A estabilização de bebidas destiladas requer um período de repouso após a destilação, visando a harmonização dos constituintes minerais, orgânicos voláteis e não voláteis, adequando-as sensorialmente para o consumo (Singleton, 1995).

Em determinados destilados o período de repouso é implementado pelo acondicionamento das bebidas em recipientes de madeira, cuja prática, além de viabilizar o armazenamento e/ou transporte, propicia a extração e o aporte na bebida de compostos da madeira, a difusão seletiva de componentes voláteis dos destilados para o ambiente e a incorporação de oxigênio, através da porosidade da madeira, propiciando transformações físico-químicas e sensoriais importantes nas bebidas, agregando qualidade e valor comercial (Nishimura *et al.*, 1989).

A madeira de carvalho tem sido tradicionalmente utilizada na maturação de bebidas destiladas, vantajosamente a outras madeiras, em função de propriedades intrínsecas de densidade, porosidade, trabalhabilidade e potencial de ceder compostos importantes sob o ponto de vista sensorial, sedimentando propriedades referenciais qualitativas na caracterização destas bebidas (Maga, 1989).

O Brasil não possui condições edafoclimáticas para o desenvolvimento de carvalho. A disponibilidade da madeira para utilização no acondicionamento e/ou maturação de destilados provém, em grande parte, do reaproveitamento dos recipientes utilizados na importação de bebidas destiladas ou seus insumos.

O reaproveitamento de barris de carvalho limita o controle da estabilização e qualidade da aguardente de cana em utilização sucedânea, tendo em vista o desconhecimento do histórico de utilização e dos tratamentos aplicados na

- Capítulo 2 -

madeira, a dificuldade de neutralização dos compostos de bebidas antecedentes impregnados na porosidade da madeira e o desconhecimento do efetivo potencial remanescente de compostos da madeira para aproveitamento na maturação da nova bebida.

A obtenção de extratos a partir da maceração de madeira de carvalho triturada com a mesma matriz alcoólica de origem da aguardente de cana mostra vantagens econômicas e em escala no processo de maturação, visando agregar qualidade sensorial na bebida, racionalizando o uso da madeira, possibilitando a maturação de maiores volumes e diminuindo os custos relativos envolvidos; permite prescindir de recipientes de madeira, viabilizando a utilização de outras estruturas, além de possibilitar melhor controle na estabilização de atributos sensoriais desejados para a bebida.

Este estudo tem por objetivo a obtenção de extrato de madeira de carvalho triturada por maceração com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar para utilização em maturação de aguardente de cana.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Madeira de carvalho

Foi utilizada madeira de carvalho americano (*Quercus alba*) triturada, tostada e não tostada, da marca comercial Oak-Mor[®], fornecida por Coatec Industrial e Comercial Ltda (Bento Gonçalves-RS) (Figura 1).

A madeira comercial foi uniformizada para tamanhos de partículas menores do que 1mm, por tamização, e teor de umidade de 5%.

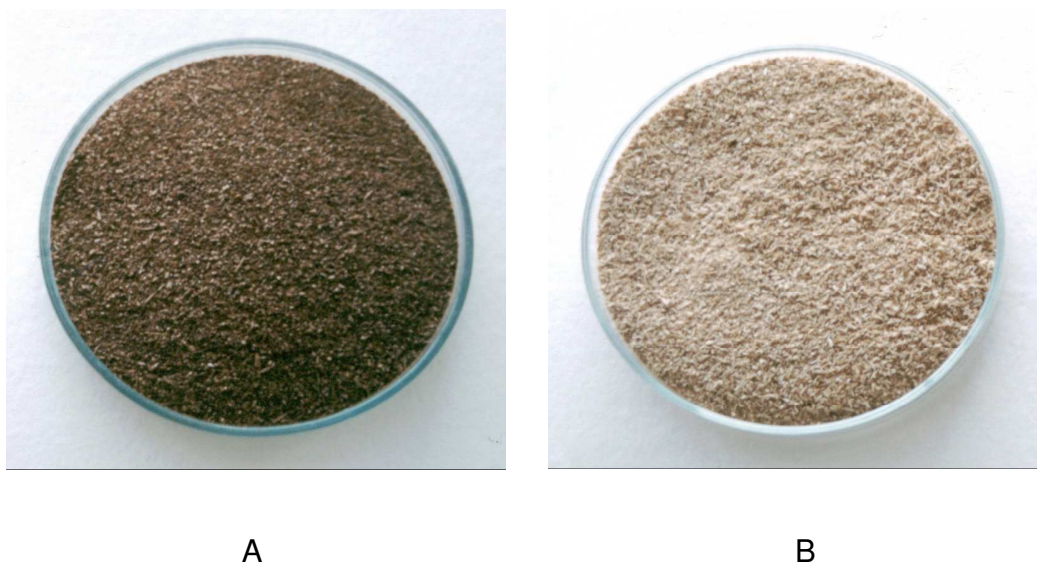


Figura 1. Madeira de carvalho comercial triturada, tostada (A) e não tostada (B).

- Capítulo 2 -

2.2. Destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA)

Utilizou-se DASCA bidestilado, com graduação alcoólica média de 70% em volume a 20°C, fornecido por Sucuriú Indústria e Comércio Ltda (Pedreira-SP). Para utilização no processo de maceração foi diluído para o teor alcoólico médio de 55% em volume a 20°C, com água destilada.

2.3. Maceração da madeira de carvalho com DASCA e obtenção de extrato

O processo de maceração da madeira de carvalho com DASCA foi conduzido em embalagens de vidro, sob condições herméticas, à temperatura ambiente média variando entre 25 a 30°C.

A maceração foi constituída por uma fração de madeira formada pela mistura de madeira triturada tostada e não tostada na relação 9:1 (p/p), respectivamente, e incorporação de 1 parte desta mistura (p) para 5 de DASCA (v).

O estudo de maceração foi conduzido em triplicata. Foram realizadas 13 macerações consecutivas, em batelada, mantendo a mesma quantidade de madeira, conforme caracterizado na Tabela 1.

A maceração em cada período específico (batelada) era iniciada com novo DASCA e concluída pela drenagem natural da fase sólida (por gravidade) até o esgotamento da fase líquida, a qual passava, em seqüência, por etapa de filtração em tela de *nylon* e papel filtro, originando extratos específicos, analisados individualmente.

As macerações consecutivas foram conduzidas intercalando-se períodos de maceração com DASCA e períodos de manutenção da madeira drenada (sem DASCA).

A avaliação físico-química individualizada dos extratos conduziu para a composição de extrato resultante, do qual obteve-se alíquota referencial para utilização na maturação de aguardente de cana.

Tabela 1. Caracterização das bateladas de macerações de madeira de carvalho triturada com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA)

Macerações seqüenciais	Período de maceração ou repouso ^a (dias)	Período acumulado de maceração e repouso (dias)
1	1	1
2	4	5
3	8	13
4	12	25
5	16	41
6	20	61
7	(15) ^a 10	(15)71
8	20	91
9	30	121
10	(30) ^a 15	(45)136
11	30	166
12	45	211
13	(60) ^a 30	(105)241

^a: dias de permanência da madeira drenada (sem DASCA), em condições herméticas, à temperatura ambiente, desde a extração precedente até o início de nova batelada de extração com DASCA.

2.4. Determinações físico-químicas

No DASCA utilizado para a maceração, nos extratos de cada maceração e no extrato resultante foram realizadas as determinações de extrato seco, compostos fenólicos totais, pH, acidez volátil, fixa e total e cor, em triplicata. No DASCA de maceração e no extrato resultante foram determinados aldeídos e ésteres totais e álcoois superiores (isoamílico, isobutílico e *n*-propílico), em duplicata.

2.4.1. pH: medido com pHmetro digital, calibrado à temperatura de 20°C.

2.4.2. Teor alcoólico real a 20°C, acidez volátil, fixa e total e extrato seco: realizados conforme os métodos oficiais brasileiros de análise para bebidas destiladas (BRASIL, 1986), sendo a acidez fixa obtida por diferença entre a acidez total e volátil.

2.4.3. Compostos fenólicos totais: determinados conforme método oficial de análise da AOAC 952.03 (AOAC, 1997), através da equação $y = 0,0007x + 0,0162$ ($R=0,9987$), derivada de calibração de curva-padrão com ácido tânico, com leitura em absorbância a 760nm.

2.4.4. Cor: determinada em espectrofotômetro de cor ColorQuest II / Hunter Lab. O aparelho foi ajustado em refletância, com especular incluída, utilizando-se padrão branco nºC6299 de 03/96 e amostra em cubeta de vidro limpo de 10mm de caminho ótico, com campo de análise de 1 polegada. A configuração incluiu iluminante D65 e ângulo de incidência de 10°. As leituras foram realizadas no sistema universal de cor CIELab com turbidez (dispersão homogênea dos sólidos em solução) e sem turbidez (amostra límpida). Esta, conduzida com a leitura após a manutenção dos extratos em repouso durante o período mínimo de 5 dias.

2.4.5. Aldeídos e ésteres totais e álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico: determinados em cromatógrafo a gás Shimadzu GC-17^A equipado com injeção automática, detector de ionização de chama e coluna capilar DB-VAX (30m x 0,25mm x 0,25µm). As análises foram conduzidas sem diluição com temperaturas do injetor de 180°C e do detector de 190°C; injeção com divisão de fluxo (*split*) de 1:15; programação da temperatura da coluna de 40°C (4min.), 40 a 120°C, 32°C/min. (0,6min.) e 120 a 180°C, 25°C/min. (0min.). O tempo total da corrida foi de 9,5min. Na determinação da concentração dos compostos foi utilizado o método de área e calibração com padrões externos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização físico-química do destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA) bidestilado utilizado na maceração da madeira de carvalho está apresentada na Tabela 2.

Tabela 2. Caracterização físico-química do destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar bidestilado utilizado na maceração de madeira de carvalho triturada

Determinação	
Teor alcoólico real (% em volume a 20°C)	55,0
pH	4,52
Acidez volátil (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro)	17,18
Acidez fixa (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro)	1,46
Acidez total (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro)	18,54
Extrato seco (g/L)	0,04
Compostos fenólicos totais (mg/L equivalentes ácido tânico)	0,09
Cor (Sistema CIELab)	
L	98,78
a	-0,29
b	1,59
Aldeídos totais (mg de aldeído acético/100mL de álcool anidro)	15,1
Ésteres totais (mg de acetato de etila/100mL de álcool anidro)	14,2
Álcool isoamílico (mg/100mL de álcool anidro)	182,2
Álcool isobutílico (mg/100mL de álcool anidro)	58,4
Álcool n-propílico (mg/100mL de álcool anidro)	58,1

Os valores de teor alcoólico, pH, acidez volátil, fixa e total, extrato seco, compostos fenólicos totais e cor corresponderam à média de 3 repetições e os de aldeídos totais, ésteres totais, álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico, à média de 2 repetições.

Os parâmetros de pH, acidez, extrato seco, compostos fenólicos totais e álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico são característicos de DASCA provenientes de processos de bidestilação, similares aos estudados por Bizelli (2000).

A utilização de DASCA bidestilado com o teor alcoólico médio de 55% em volume a 20°C para maceração de madeira de carvalho foi definida em base a estudos que avaliaram a maior eficiência de maceração as soluções com teor

alcoólico entre 50 e 60 em volume a 20°C (Singleton, 1995; Nishimura e Matsuyama, 1989; Singleton e Draper, 1961; Puech, 1984).

Os resultados de extrato seco e de compostos fenólicos totais dos extratos de madeira de carvalho estudados estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Extrato seco e compostos fenólicos totais de extratos obtidos de macerações de madeira de carvalho triturada¹ com destilado alcoólico simples de cana-de-acúcar (DASCA)² bidestilado

Macerações ³		Extrato seco (g/L) ⁴	Compostos fenólicos totais (mg/L) ^{4,5}
seqüenciais	dias		
1	1	8,799 ± 0,15	1813,5 ± 0,014
2	4	3,809 ± 0,11	1737,1 ± 0,051
3	8	1,919 ± 0,01	1343,2 ± 0,029
4	12	1,059 ± 0,05	762,4 ± 0,019
5	16	0,884 ± 0,13	489,9 ± 0,025
6	20	0,743 ± 0,04	374,0 ± 0,051
7	(15)10	1,159 ± 0,14	574,4 ± 0,113
8	20	0,712 ± 0,10	430,0 ± 0,049
9	30	0,667 ± 0,11	301,7 ± 0,049
10	(30)15	0,823 ± 0,08	428,7 ± 0,066
11	30	0,577 ± 0,16	340,0 ± 0,048
12	45	0,489 ± 0,02	251,4 ± 0,037
13	(60)30	0,462 ± 0,03	263,3 ± 0,017

1. Tostada e não tostada, misturadas na relação 9:1 (p/p);

2. Teor alcoólico real de 55% em volume a 20°C;

3. Em bateladas seqüenciais, em triplicata, com a mesma quantidade de madeira e renovação de DASCA em cada maceração; relação de maceração de DASCA e madeira de 5:1(v/p); () dias de permanência da madeira drenada sem DASCA desde a extração precedente até nova maceração com DASCA, sob condições herméticas, à temperatura ambiente média de 25 a 30°C;

4. Médias de 3 repetições ± estimativa do desvio padrão;

5. Equivalentes ácido tânico.

O extrato seco e compostos fenólicos totais mostraram rendimentos decrescentes com comportamentos similares de variação ao longo das 13 macerações consecutivas (somando 346 dias de maceração), variando de 8,799 a

- Capítulo 2 -

0,462g/L e de 1813,5 a 251,4mg/L, respectivamente, do total de 22,002g/L e 9109,6mg/L.

As macerações 1, 4, 8, 12 e 16 dias, somando 41 dias de extração, agregaram 16,47mg/L de extrato seco ao DASCA, 74,5% do total obtido das 13 extrações consecutivas, sendo que as macerações 1, 4 e 8 dias representaram os rendimentos de 39,8, 17,2, 8,7%, correspondendo em relação à quantidade de madeira inicial de 200g/L aos rendimentos de 4,4, 1,9 e 1,0%, respectivamente.

O total de compostos fenólicos extraídos nas extrações 1, 4, 8, 12 e 16 dias foi de 6146,1mg/L correspondendo ao rendimento agregado de 67,5% do total extraído em 13 extrações (346 dias de maceração acumulados).

Os resultados de maceração verificados acompanharam o comportamento de extratos de macerações hidroalcoólicas com madeira de carvalho relatadas em outros trabalhos (Monodero *et al.*, 1998; Martinez *et al.*, 1997; Mosedale, 1995; Conner *et al.*, 1993; Puech e Moutounet, 1992; Puech, 1988; Puech, 1984; Singleton *et al.*, 1971; Singleton e Draper, 1961).

A manutenção da madeira drenada (sem DASCA) entre macerações consecutivas com DASCA, de 15 dias, entre a 6ª e 8ª macerações; de 30 dias, entre a 9ª e 11ª; e de 60 dias, entre a 12ª e 13ª, totalizando 105 dias, representaram aportes adicionais de extrato seco e de compostos fenólicos totais, quantitativamente decrescentes a cada maceração sem DASCA, variando em média entre 50 a 5%, em relação à extração com DASCA antecedente.

A maceração de madeira drenada (sem DASCA) no fluxo de extrações consecutivas em processos de maceração com DASCA pode aumentar a eficiência de macerações subseqüentes, acelerando o esgotamento de compostos extraíveis da madeira.

- Capítulo 2 -

Este procedimento pode ser implementado com vantagens relativas no processo de maceração em batelada, visando à execução de outras operações unitárias sem interromper a atividade hidrolítica da matriz hidroalcoólica na madeira previamente macerada.

Os rendimentos de extração de 74,5% para extrato seco e de 67,5% para compostos fenólicos totais acumulados em 41 dias (5 bateladas) de maceração indicaram bons rendimentos para o processo nas condições estudadas.

A implementação crescente de períodos maiores de maceração com e sem DASCAs não resultou em extração expressiva de compostos da madeira que justificasse o acréscimo de tempo aplicado, caracterizando baixa eficiência do sistema para períodos agregados de maceração superiores a 41 dias, não obstante agregassem rendimentos adicionais nas macerações específicas, geralmente menores às macerações precedentes.

O pH e os resultados das determinações da acidez volátil, fixa e total dos extratos estudados estão apresentados na Tabela 4.

Em base ao DASCAs utilizado na maceração (Tabela 2), verificou-se incrementos marcantes da acidez fixa e total e relativa estabilidade do pH e da acidez volátil nos extratos (Tabela 4).

O aporte médio de acidez fixa e total nos extratos (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro) das macerações seqüenciais 1 até 5 (somando 41 dias de maceração), em relação ao total agregado das 13 extrações consecutivas (totalizando 346 dias de maceração), foi de 83,9% e 67,7%, respectivamente, com comportamento de decréscimos marcantes entre as macerações consecutivas. A partir da 6ª maceração até a última, os incrementos relativos estabilizaram-se em torno do índice médio de 6,5%.

Dinâmicas similares de evolução de pH e acidez são reportados em outros estudos (Mosedale e Puech, 1998; Martinez *et al.*, 1996; Maga, 1989).

Tabela 4. pH, acidez volátil, fixa e total de extratos obtidos de macerações de madeira de carvalho triturada¹ com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA)² bidestilado

Macerações ³		pH ⁴	ACIDEZ ^{4,5}		
seqüenciais	dias		Volátil	Fixa	Total
1	1	4,34 ± 0,02	18,25 ± 0,98	201,93 ± 4,55	220,18 ± 3,15
2	4	4,45 ± 0,05	17,58 ± 0,75	73,92 ± 2,06	91,50 ± 3,02
3	8	4,57 ± 0,11	16,46 ± 0,67	31,11 ± 1,52	47,57 ± 1,51
4	12	4,68 ± 0,07	17,36 ± 0,53	13,86 ± 1,35	31,22 ± 1,62
5	16	4,80 ± 0,06	16,63 ± 0,62	11,27 ± 0,98	27,90 ± 0,95
6	20	4,87 ± 0,09	16,89 ± 0,35	6,33 ± 0,31	23,22 ± 0,87
7	(15)10	4,70 ± 0,12	17,77 ± 0,45	8,82 ± 0,42	26,59 ± 0,72
8	20	4,73 ± 0,07	17,42 ± 0,51	7,56 ± 0,37	24,98 ± 0,63
9	30	4,76 ± 0,06	16,87 ± 0,34	7,87 ± 0,32	24,74 ± 0,57
10	(30)15	4,62 ± 0,07	17,01 ± 0,41	8,32 ± 0,40	25,33 ± 0,45
11	30	4,65 ± 0,09	16,59 ± 0,37	9,21 ± 0,43	25,80 ± 0,34
12	45	4,67 ± 0,11	16,43 ± 0,39	8,59 ± 0,37	25,02 ± 0,27
13	(60)30	4,55 ± 0,08	16,84 ± 0,35	7,12 ± 0,32	23,96 ± 0,23

1. Tostada e não tostada, misturadas na relação 9:1 (p/p);

2. Com teor alcoólico de 55% em volume a 20°C;

3. Em bateladas seqüenciais, em triplicata, com a mesma quantidade de madeira e renovação de DASCA em cada maceração; relação de maceração de DASCA e madeira de 5:1 (v/p); () dias de permanência da madeira drenada sem DASCA desde a extração precedente até nova maceração com DASCA, sob condições herméticas, à temperatura ambiente média de 25 a 30°C;

4. Médias de 3 repetições ± estimativa do desvio padrão;

5. mg de ácido acético/100mL de álcool anidro.

A acidez total reflete a quantidade de ácidos orgânicos voláteis e não voláteis dos extratos. Sendo a acidez fixa resultante da diferença entre a acidez total e a volátil, e esta permanecendo, em média, inalterada, os incrementos nos teores analisados representam a acidez fixa formada substancialmente por ácidos orgânicos não voláteis oriundos da madeira.

A estabilização no incremento de acidez total e fixa após a 5ª extração sugere o esgotamento relativo de ácidos extraíveis da madeira por conta dos pré-tratamentos aplicados, indicando pouco relevante a continuidade de macerações posteriores, visando o incremento de ácidos nos extratos. O comportamento

- Capítulo 2 -

mostrou-se análogo ao analisado para o extrato seco, do qual a acidez fixa é componente, além dos compostos fenólicos totais e de outros compostos.

Os resultados da medida e a visualização da cor dos extratos estudados estão apresentados na Tabela 5 e Figura 2, respectivamente.

A luminância (L) mede a intensidade da cor, sendo L (branca) e -L (preta). A leitura de L nos extratos com turbidez (sólidos homogeneamente dispersos na solução) variou gradativamente entre 45,09 e 87,23, ou seja, tornaram-se mais claros. A amostra sem turbidez mostrou comportamento análogo, com leitura variando entre 49,95 e 90,80, caracterizando que a turbidez pode comprometer a nitidez da cor, podendo influenciar negativamente atributos sensoriais associados.

As coordenadas cromáticas (a), (-a), (b) e (-b) medem o grau da cor vermelha, verde, amarela e azul, respectivamente. O ponto zero das coordenadas corresponde à ausência de cromaticidade. Nos extratos da 1^a à 12^a macerações, os valores (a) e (b) variaram, respectivamente, de 39,45 a 1,05, ou seja, perdendo cromaticidade vermelha, e de 81,28 a 28,66, reduzindo a cromaticidade amarela, avaliados com turbidez da amostra. À amostra límpida corresponderam às leituras de 40,01 a 0,16 e de 76,80 a 27,39.

A cromaticidade vermelha mostrou drástica variação na seqüência dos extratos das macerações 1 à 5. A cromaticidade amarela diminuiu similarmente, persistindo ao longo das macerações consecutivas, mostrando leitura remanescente em torno de 30,0 no último extrato (13^a maceração).

O esgotamento relativo de cromaticidade vermelha até a 5^a maceração (somando 41 dias de maceração) mostrou ineficaz o prosseguimento com macerações subseqüentes visando agregar esta cor aos extratos, embora

observado potencial remanescente da madeira em aportar a cromaticidade amarela aos extratos.

Tabela 5. Cor¹ de extratos obtidos de macerações de madeira de carvalho triturada² com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA)³ bidestilado

MACERAÇÕES ⁴		COM TURBIDEZ				SEM TURBIDEZ		
seqüenciais	dias	L	a	b	Turbidez	L	a	b
1	1	45,09	39,45	81,28	28,38	49,95	40,01	76,80
2	4	58,24	29,18	78,43	31,34	63,55	27,53	72,56
3	8	69,10	17,20	70,07	39,00	74,62	14,55	65,94
4	12	75,68	7,87	52,79	41,00	83,43	4,79	53,04
5	16	81,34	4,72	42,89	40,04	87,40	1,59	40,62
6	20	82,42	3,96	38,08	35,71	88,28	1,11	36,12
7	(15)10	78,67	7,47	52,13	38,03	82,66	5,69	51,22
8	20	82,30	4,47	42,09	37,88	86,15	2,89	40,67
9	30	84,29	3,40	35,72	31,37	88,70	1,42	35,80
10	(30)15	84,02	3,82	44,64	31,74	85,14	3,47	45,09
11	30	85,45	1,68	34,41	28,65	89,18	0,71	33,22
12	45	87,23	1,05	28,66	27,18	90,80	0,16	27,39
13	(60)30	85,57	2,18	35,90	29,40	88,37	1,45	35,23

1. Sistema CIELab, em refletância, iluminante D65/10°, média de 3 repetições;

2. Tostada e não tostada, misturadas na relação 9:1 (p/p);

3. Teor alcoólico de 55% em volume a 20°C;

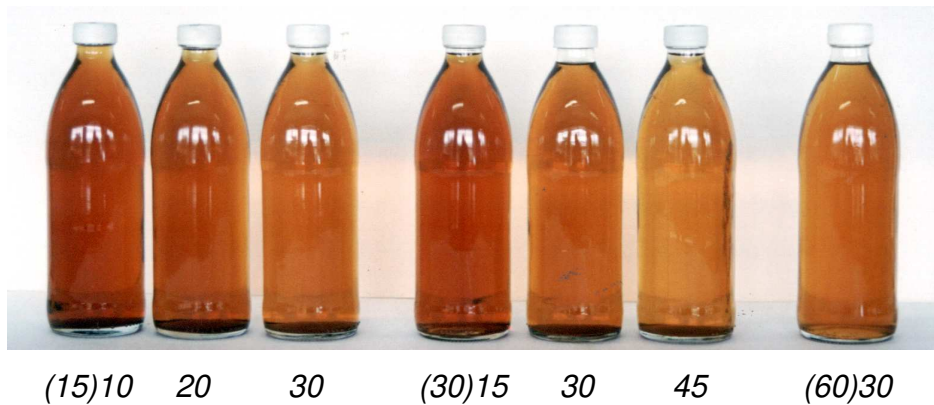
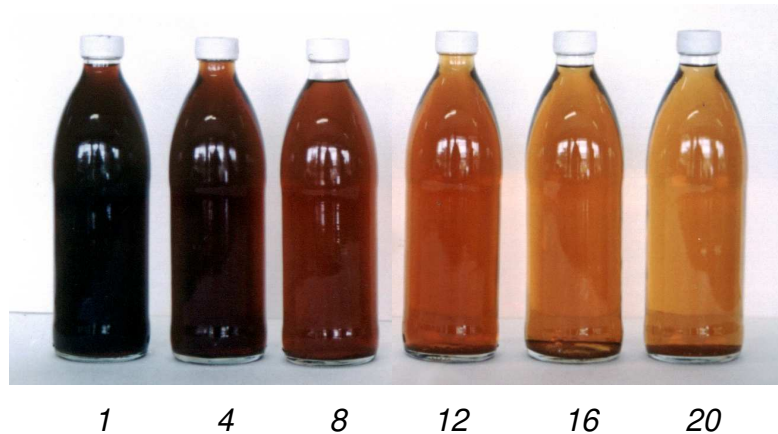
4. Em bateladas consecutivas, em triplicata, com a mesma quantidade de madeira e renovação de DASCA, em cada maceração; relação de maceração de DASCA e madeira de 5:1 (v/p); () dias de permanência da madeira drenada sem DASCA desde a extração precedente até nova maceração com DASCA, sob condições herméticas, à temperatura ambiente média de 25 a 30°C.

A cromaticidade amarela dos extratos é devida preponderantemente à composição em antocianinas da madeira de carvalho, enquanto a vermelha nas condições do estudo, à ação do tratamento térmico de tostagem aplicado à madeira (Martinez *et al.*, 1996; Maga, 1989).

Dessa forma, sendo a cor amarela intrínseca da madeira de carvalho e persistente no processo de maceração e a cor vermelha influenciada pela tostagem, visando dosar o grau de ambas cromaticidades para a composição de bebida com cor característica, a tostagem e a proporção de madeira (tostada e

- Capítulo 2 -

não tostada) empregados neste estudo mostram-se efetivos e equilibrados, devendo ser avaliados sensorialmente com outros atributos.



1. Em bateladas consecutivas, em triplicata, com a mesma quantidade de madeira e renovação de DASCAs, em cada maceração; relação de maceração de DASCAs e madeira de 5:1 (v/p); () dias de permanência da madeira drenada sem DASCAs desde a extração precedente até nova maceração com DASCAs, sob condições herméticas, à temperatura ambiente média de 25 a 30°C;
2. Tostada e não tostada, misturadas na relação 9:1 (p/p);
3. Teor alcoólico de 55% em volume a 20°C.

Figura 2. Cor de extratos obtidos de macerações¹ de madeira de carvalho triturada² com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCAs)³ bidestilado.

- Capítulo 2 -

A medida de turbidez (Tabela 5) variou entre 28,38 (1ª extração) e 27,18 (12ª extração), com pico de 41,00 (16ª extração).

A turbidez como parâmetro da presença e dispersão de sólidos na solução dos extratos mostrou, indiretamente, a eficiência relativa da filtração conduzida na drenagem da madeira na obtenção dos extratos.

A manutenção nos extratos de compostos extraídos da madeira não totalmente hidrolisados, associada com a incorporação de oxigênio em etapas de sua elaboração, pode propiciar o desenvolvimento preliminar de compostos nos extratos que poderão favorecer o processo de maturação na aguardente de cana.

Os rendimentos acumulados das macerações individuais de 1, 4, 8, 12 e 16 dias (somando 41 dias de maceração) totalizando 74,5% de extrato seco, 67,5% de compostos fenólicos totais, 83,9% de acidez fixa e 67,7% de acidez total, em relação aos rendimentos individuais agregados das 13 macerações realizadas (totalizando 346 dias de maceração), definiram o principal critério para a definição do extrato resultante. A cor e aroma desenvolvidos nos extratos e na aguardente de cana base em testes preliminares também foram associados.

Dessa forma, o extrato resultante foi originado pela mistura dos rendimentos totais dos extratos das macerações de 1, 4, 8, 12 e 16 dias obtidos individualmente. Dele, foram utilizadas as alíquotas (dosagens) empregadas para estudo posterior na maturação com aguardente de cana.

A cor do extrato resultante está apresentada na Figura 3 e a sua caracterização físico-química, na Tabela 6.

- Capítulo 2 -

Extrato resultante¹



1. Originado da mistura dos rendimentos totais dos extratos obtidos de macerações em bateladas consecutivas de 1, 4, 8, 12 e 16 dias, de madeira de carvalho triturada, tostada e não tostada, misturada na relação 9:1 (p/p) com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA) bidestilado (relação de maceração de DASCA e madeira de 5:1, v/p); à temperatura ambiente média de 25 a 30°C.

Figura 3. Cor do extrato resultante¹.

Tabela 6. Caracterização físico-química do extrato resultante¹.

Determinação	
Teor alcoólico real (% em volume a 20°C)	54,2
pH	3,92
Acidez volátil (mg ácido acético/100mL de álcool anidro)	22,15
Acidez fixa (mg ácido acético/100mL de álcool anidro)	57,90
Acidez total (mg ácido acético/100mL de álcool anidro)	80,05
Extrato seco (g/L)	2,668
Compostos fenólicos totais (g/L equivalentes ácido tânico)	1,591
Cor com^c e sem^s turbidez (Sistema CIELab)	
L	66,18 ^c 71,23 ^s
a	20,88 ^c 18,85 ^s
b	74,90 ^c 77,42 ^s
turbidez	35,58
Aldeídos totais (mg de aldeído acético/100mL de álcool anidro)	14,8
Ésteres totais (mg de acetato de etila/100mL de álcool anidro)	18,2
Álcool isoamílico (mg/100mL de álcool anidro)	177,2
Álcool isobutílico (mg/100mL de álcool anidro)	56,2
Álcool n-propílico (mg/100mL de álcool anidro)	55,8

1. Originado da mistura de extratos obtidos de macerações consecutivas em batelada de 1, 4, 8, 12 e 16 dias de madeira de carvalho triturada, tostada e não tostada, misturada na relação 9:1 (p/p) com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA) bidestilado (relação de maceração de DASCA e madeira de 5:1, v/p); à temperatura ambiente média de 25 a 30°C.

Os valores de teor alcoólico, pH, acidez volátil, fixa e total, extrato seco, compostos fenólicos totais e cor correspondem à média de 3 repetições; os de aldeídos totais, ésteres totais, álcoois isoamílico, isobutílico e n-propílico correspondem à média de 2 repetições.

O extrato resultante (Tabela 6) foi enriquecido em relação ao DASCA utilizado na maceração (Tabela 2) por compostos da madeira e do processo de operacionalização das macerações em 66,7 vezes de extrato seco, 17,7 vezes de compostos fenólicos totais, 28,9% de acidez volátil, 39 vezes de acidez fixa, 4,3 vezes de acidez total e 28,2% de ésteres totais, bem como com marcante incremento de cor vermelha e amarela. Verificaram-se perdas associadas de 1,5% do teor alcoólico real, 2,0% de aldeídos totais, 2,7% de álcool isoamílico, 3,8% de álcool isobutílico e de 4,0% de álcool n-propílico.

4. CONCLUSÕES

As macerações em bateladas consecutivas de duração de 1, 4, 8, 12 e 16 dias, totalizando 41 dias de maceração, no contexto de 13 macerações, somando 346 dias de maceração, conduzidas com madeira de carvalho triturada, utilizando-se a proporção de madeira tostada e não tostada de 9:1(p/p), com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar (DASCA) bidestilado de teor alcoólico de 55% em volume a 20°C, na proporção de 5:1 de DASCA e madeira (v/p), à temperatura ambiente média de 25 a 30°C, caracterizam boa eficiência de processo com a extração de 74,5% de extrato seco, 67,5% de compostos fenólicos totais e de 83,9% de ácidos não voláteis (acidez fixa) da madeira.

As macerações por períodos agregados superiores a 41 dias mostraram rendimentos de extrato seco, compostos fenólicos totais, acidez e cor crescentemente menores, mesmo com a implementação de períodos crescentemente maiores de maceração, indicando relativa eficácia do processo aplicado para a extração de compostos da madeira.

A manutenção da madeira drenada sem DASCA resultou em aporte adicional de extrato seco, compostos fenólicos totais, acidez fixa e cor, sempre menores na seqüência de macerações, mesmo com o aumento dos períodos de maceração, permitindo manter relativa atividade hidrolítica na madeira, entre macerações com DASCA.

O extrato resultante da mistura dos extratos provenientes das macerações seqüenciais de 1, 4, 8, 12 e 16 dias, totalizando 41 dias de maceração, mostrou potencial de enriquecimento do DASCA com compostos da madeira e das etapas de operacionalização das macerações em 66,7 vezes de extrato seco, 17,7 vezes de compostos fenólicos totais, 28,9% de acidez volátil, 39 vezes de acidez fixa, 4,3 vezes de acidez total e 28,2% de ésteres totais, bem como com marcante

- Capítulo 2 -

incremento de cor vermelha e amarela, acompanhado de perdas de 1,5% do teor alcoólico real, 2,0% de aldeídos totais, 2,7% de álcool isoamílico, 3,8% de álcool isobutílico e de 4,0% de álcool n-propílico.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AOAC - ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists.** 16^a ed. Washington: Horwitz, W. 1997.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Portaria nº 076, de 27 de novembro de 1986. Métodos oficiais para análise de destilados alcoólicos, destilados retificados e alcoólicos por mistura. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 3 dez., 1986. Seção 1, p.18152-18173.

CONNER, J.M.; PATERSON, A.; PIGGOTT, J.R. Changes in wood extractives from oak cask staves through maturation of scotch malt whisky. **J. Sci. Food Agric.**, v.62, p.169-174, 1993.

MAGA, J.A. The contribution of wood to the flavor of alcoholic beverages. **Food Reviews International**, v.5, n.1, p.39-99, 1989.

MARTINEZ, R.G.; DE LA SERRANA, H.L.G.; MIR, M.V.; GRANADOS, J.Q.; MARTINEZ, M.C.L. Influence of wood heat treatment, temperature and maceration time on vanillin, syringaldehyde, and gallic acid contents in oak wood and wine spirit mixtures. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.47, n.4, p.441-446, 1996.

MARTINEZ, R.G.; SERRANA, H.L.G.; MIR, M.V.; MARTINEZ, M.C.L. Evolución de los parámetros físico-químicos en aguardientes macerados con madera de roble: influencia del tiempo de maceración. **Alimentaria**, jul./ago., p.111-117, 1997.

MONEDERO, L.; OLAILA, M.; QUESADA, J.J.; GA, H.L.; MARTINEZ, M.C.L. Exhaustion techniques in the selection and description of phenolic compounds in Jerez wine extracts obtained by an accelerated aging technique. **J. Agric. Food Chem.**, n. 46, p.1754-1764, 1998.

MOSEDALE, J.R. Effects of oak wood on the maturation of alcoholic beverages with particular reference to whisky. **Forestry**, v.68, n.3, p.203-230, 1995.

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

NISHIMURA, K.; MATSUYAMA, R. Maturation and maturation chemistry. In: PIGGOTT, J.R.; SHARP, R.; DUNCAN, R.E.B. **The science and technology of whiskies.** Longman Scientific & Technical, p.235-263, 1989.

- Capítulo 2 -

NISHIMURA, K.; OHNISHI, M.; MASUDA, M., KOGA, K.; MATSUYAMA, R. Reactions of wood components during maturation. In: PIGOTT, J.R. **Flavour of distilled beverages: origin and development**. Chichester: Ellis Horwood Limited, p.241-255, 1983.

PUECH, J-L. Characteristics of oak wood and biochemical aspects of armagnac aging. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.35, n.2, p.77-81, 1984.

PUECH, J-L. Phenolic compounds in oak wood extracts used in the ageing of brandies. **J. Sci. Food Agric.**, n.42, p.165-172, 1988.

PUECH, J-L; MOUTOUNET, M. Phenolic compounds in an ethanol-water extract of oak wood and in a brandy. **Lebensm.-Wiss.u-Technol.** n.25, p.350-352, 1992.

SINGLETON, V.L. Maturation of wines and spirits: comparisons, facts, and hypotheses. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.46, n.1, p.98-115, 1995.

SINGLETON, V.L.; DRAPER, D.E. Wood chips and wine treatment: the nature of aqueous alcohol extracts. **Am. J. Enol. Vitic.**, n.12, p.152-158, 1961.

SINGLETON, V.L.; SULLIVAN, A.R.; KRAMER, C. An analysis of wine to indicate aging in wood or treatment with wood chips or tannic acid. **Am. J. Enol. Vitic.**, v. 22, n.3, p.161-166, 1971.

Capítulo 3

**Maturação de aguardente de cana
composta com extrato de carvalho
em embalagens de PET**

RESUMO

FORLIN, F.J. **Maturação de aguardente de cana composta com extrato de carvalho em embalagens de PET.** Campinas. 2005. 176p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

A maturação aprimora o perfil sensorial de bebidas destiladas possibilitando a ocorrência de transformações físico-químicas entre os compostos da bebida com outros incorporados, refinamento do aroma e do sabor e desenvolvimento de cor, originando bebidas com atributos sensoriais peculiares e exclusivos. Tradicionalmente, a maturação de aguardente de cana tem sido conduzida em barris ou tonéis de carvalho ou de outras madeiras. A utilização de embalagens de PET mostra viabilidade para utilização na maturação de bebidas destiladas, em substituição às estruturas convencionalmente utilizadas, por suas características de integridade estrutural, permeabilidade seletiva e inocuidade com a bebida acondicionada, permitindo a incorporação de compostos de madeira. Aguardente de cana sem compostos de madeira e incorporada com dosagens de 20, 40 e 60mL de extrato de madeira de carvalho/L da bebida foi maturada em embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L, de vidro de 4,7L, durante 4, 8 e 12 meses, e em barris de carvalho de 200L, durante 4, 8, 12, 36 e 48 meses, sob condições médias de temperatura ambiente de $25\pm 10^{\circ}\text{C}$, umidade relativa do ar de $35\pm 12\%$ e luminosidade diária de $493\pm 132\text{lux}/12\pm 3\text{h}$. O processo de maturação foi acompanhado nos períodos correspondentes, através do estudo de perda de massa, teor alcoólico real, pH, acidez volátil, fixa e total, compostos fenólicos totais, cor, álcoois superiores (isoamílico, isobutílico e n-propílico), aldeídos e ésteres totais. Os resultados foram submetidos à análise estatística de variância e teste de Duncan ($p\leq 0,05$) para a comparação de médias. A incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato/L de aguardente de cana alterou significativamente ($p\leq 0,05$) o perfil físico-químico da bebida, agregando cor e compostos fenólicos totais, diminuindo o pH, aumentando a acidez total, volátil e fixa e o teor de álcoois superiores, aldeídos e ésteres totais. O período de maturação de 12 meses em embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L alterou o perfil físico-químico da bebida, diminuindo a acidez total e volátil, o teor de aldeídos totais, incrementando a acidez fixa, os teores de ésteres totais e de álcoois superiores. A incorporação de extrato de carvalho durante o período de maturação de 12 meses em embalagens de vidro e PET propiciou o desenvolvimento na bebida de parâmetros físico-químicos similares aos obtidos com a maturação em barris de carvalho, durante 12 a 48 meses. A maturação de aguardente de cana durante 12 meses nas embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L, nessa ordem, associaram menores índices relativos de perdas de massa e maiores incrementos de ésteres totais.

Palavras-chave: aguardente de cana; cachaça; extrato de carvalho; maturação; PET.

ABSTRACT

FORLIN, F.J. **Brazilian sugar-cane spirit maturation with oak extract in PET packages**. Campinas. 2005. 176p. Thesis (Doctor in Food Technology) – Faculty of Food Engineering, State University of Campinas, Campinas, 2005.

The maturation improves the sensory profile of distilled beverages because it makes possible the occurrence of physical-chemical transformations between the beverage compounds and/or with other incorporated, resulting in the aroma and flavour refinement and colour development, originating a beverage with peculiar and exclusive sensory attributes. Traditionally, the maturation of brazilian sugar-cane spirit has been run in barrels made of oak or other kinds of wood. PET packages shows viability for utilization in distilled beverages maturation in substitution to the conventionally used structures, for their integrity and selective permeability and innocuous properties with the content allowing the incorporation of wood compounds. Bidistilled brazilian sugar-cane spirit without oak extract and associated with 20, 40, 60mL oak extract dosages per liter of the beverage was run in maturation process in 0.250, 2, and 20L PET packages and in 4.7L glass packages (during 4, 8 and 12 months) and in 200L wood barrels (during 4, 8, 12, 36 e 48 months), under averages conditions of $25\pm 10^{\circ}\text{C}$ environment temperature, $35\pm 12\%$ relative air humidity, $493\pm 132\text{lux}/12\pm 3\text{h}$ daily luminosity. The process of maturation was accompanied in the correspondents periods through the study of mass loss, real alcoholic, pH, fixed, volatile and total acidity, total phenolic compounds, colour, superior alcohols (isoamilic, isobutilic, and n-propilic), total aldehydes and total esters. The results were submitted to statistic variance analysis and Duncan ($p\leq 0.05$) comparison average test. The incorporation of 20, 40, and 60mL of extract per liter of brazilian sugar-cane spirit altered significantly ($p\leq 0.05$) the physical-chemical profile of the beverage, associating colour and total phenolic compounds, reducing the pH, increasing volatile, fixed and total acidity, superior alcohols, total aldehydes and esters. The 12 months maturation time of brazilian sugar-cane spirit in 0.250, 2, and 20L PET packages altered the physical-chemical profile of beverage reducing total and volatile acidity and total aldehydes, increasing fixed acidity, total esters and isoamilic, isobutilic, n-propilic superior alcohols. The associated oak extract during 12 months brazilian sugar-cane spirit maturation in PET packages result in similar physical-chemical profile to brazilian sugar-cane spirit matured in barrels during 12 to 48 months. The beverage maturation during 12 months in 0.250, 2 and 20L PET packages, in this order, reflected smaller indexes of mass loss and larger increment of the total esters.

Key-words: brazilian sugar-cane spirit; cachaça; oak extract; maturation; PET.

1. INTRODUÇÃO

A maturação de aguardente de cana e cachaça, como de outros destilados, aprimora o perfil sensorial da bebida, possibilitando o desenvolvimento de transformações físico-químicas entre seus componentes ou com outros incorporados, podendo agregar cor, aprimorar o aroma e o sabor, distinguindo a bebida com propriedades sensoriais peculiares e exclusivas (Cardello e Faria, 2000; Mosedale e Puech, 1998; Almeida, 1947).

A madeira de carvalho tem sido tradicionalmente utilizada para o armazenamento e/ou maturação de bebidas destiladas, entre outros fatores, pelo potencial de ceder compostos de cor, sabor e aroma importantes para o aprimoramento sensorial, de reconhecimento mundial (Singleton, 1995; Maga, 1989; Nishimura *et al.*, 1983).

O Brasil não possui condições edafoclimáticas para o desenvolvimento de carvalho. A disponibilidade de madeira para a maturação de aguardente de cana e cachaça depende de sua importação e do reaproveitamento de recipientes utilizados para a importação de outros destilados ou de seus insumos.

A implementação de etapa de maturação de aguardente de cana pelo acondicionamento da bebida em barris ou tonéis de carvalho representa incremento de custos relativos relacionados com o tempo necessário para o desenvolvimento de características sensoriais desejadas (não inferior a 3 anos), aos elevados índices de perdas da bebida por volatilização e aos investimentos necessários para instalações apropriadas, destacando-se a aquisição de madeira, barris ou tonéis.

A elaboração de extratos de madeira de carvalho por maceração com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar, visando sua utilização na

- Capítulo 3 -

maturação de aguardente de cana pode representar vantagens em escala, visto usar a mesma matriz alcoólica, racionalizar o uso de madeira, propiciar o desenvolvimento preliminar de reações químicas desejáveis no processo de maturação, permitir o uso de outras estruturas para o acondicionamento e/ou maturação, prescindindo de barris ou tonéis de madeira.

Embalagens de PET têm sido destacadas no acondicionamento de bebidas, incluindo destilados, por suas propriedades de resistência à ruptura, perfuração, rasgamento e impacto, brilho, transparência, pouco peso, ampla faixa de estabilidade térmica, boa estabilidade químico-estrutural e interação inócua com a bebida acondicionada (Food..., 2002; Correa, 2001; Goddard, 1986; Peters e Heuer, 1984).

A condução de etapa de maturação de aguardente de cana em embalagens de PET mostra viabilidade com e sem a utilização de extrato de madeira de carvalho, em função dos recipientes apresentarem características favoráveis para o desenvolvimento do processo, como relativa permeabilidade ao oxigênio do ambiente, difusão e contenção seletiva de componentes da bebida para o ambiente, associando baixos índices de perdas por volatilização de compostos da bebida.

Este trabalho visa estudar a maturação de aguardente de cana em embalagens de PET com e sem a incorporação de extrato de madeira de carvalho.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Aguardente de cana

Foi utilizada aguardente de cana bidestilada com graduação alcoólica média de 55% em volume a 20°C, fornecida por Sucuri Indústria e Comércio Ltda (Pedreira-SP).

Presente que a regulamentação oficial caracteriza para teor alcoólico real de 55% em volume a 20°C *destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar*, neste Capítulo será empregada a denominação *aguardente de cana*, cuja identidade, entre outros parâmetros, prevê o teor alcoólico compreendido entre 38 a 54% em volume a 20°C (Brasil, 2003).

2.2 Extrato de carvalho

Utilizou-se extrato obtido da maceração de madeira de carvalho triturada com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar elaborado em estudo anterior (Capítulo 2).

2.3 Acondicionamento da aguardente de cana

2.3.1. Embalagens de vidro

Foram utilizadas embalagens (garrações) de vidro de cor âmbar de 4,7L de volume com sistema de vedação constituído de rolha de borracha revestida com filme de parafina.

2.3.2. Barris de carvalho

Foram utilizados barris de carvalho de volume médio de 200L, com a área interna tostada, confeccionados com madeira de carvalho americano (*Quercus alba, L.*), reaproveitados após importação de malte-uísque.

Sua reutilização para a maturação de aguardente de cana compreendeu previamente a aplicação de 3 lavagens com água quente, à temperatura de 80 a 90°C, intercaladas com a manutenção dos barris com o volume total preenchido com água potável, durante 15 dias, após cada lavagem a quente.

O sistema de vedação foi constituído com rolha de borracha revestida com filme de parafina.

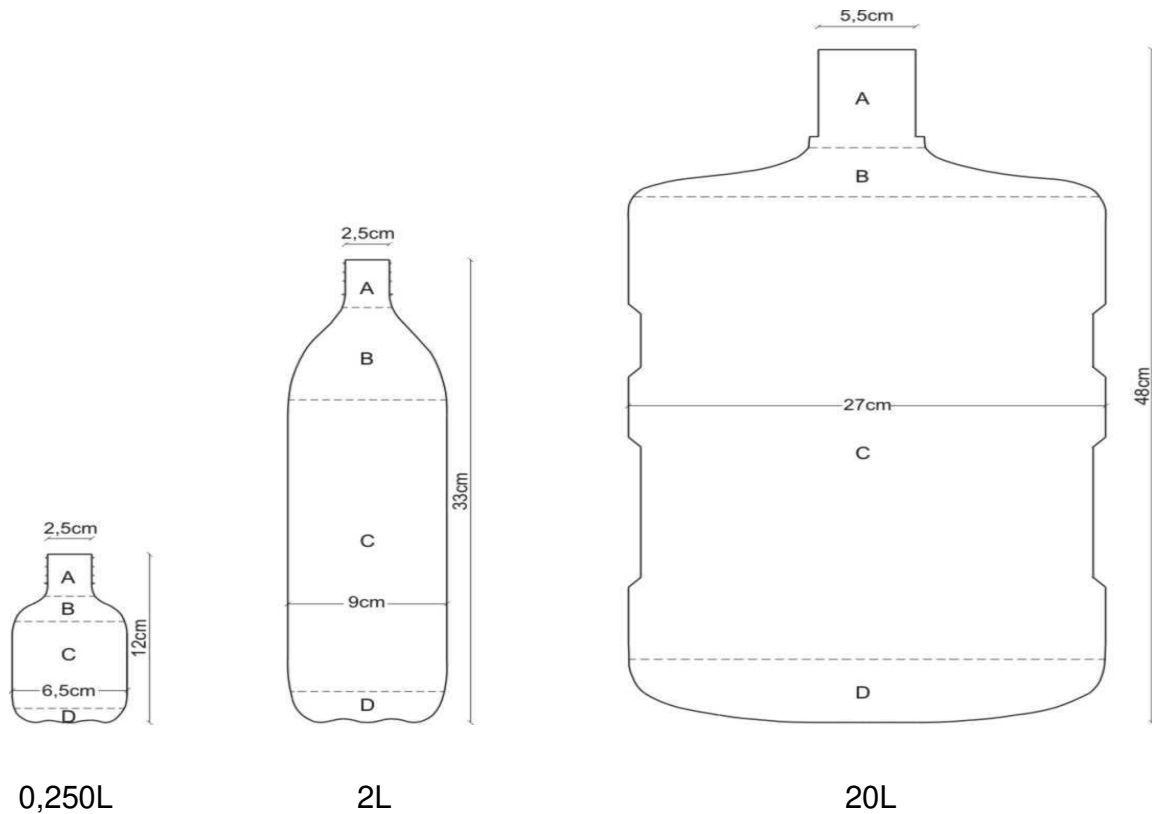
2.3.3. Embalagens de PET

Foram utilizadas embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L de volume, fabricados com resina RHOPET[®] CS260 copolímero disponibilizados por Rhodia-ster Ltda (Poços de Caldas-MG).

A caracterização dimensional das embalagens de PET está apresentada nas Figura 1 e Tabela 3.

O sistema de vedação das embalagens de 0,250 e 2L foi constituído por tampas de rosca confeccionadas em polipropileno (PP). O fechamento nas embalagens de 0,250 e 2L foi uniformizado pela aplicação da força de 2,3N/m com torquímetro. As embalagens de 20L foram tampadas com rolhas de borracha revestidas com filmes de parafina.

As embalagens foram utilizadas após o período mínimo de 6 meses da sua confecção, visando permitir a difusão de acetaldeído residual (decorrente do processo de fabricação) da parede da embalagem para o ambiente.



Seções do recipiente: A (gargalo), B (ombro), C (corpo), e D (base).

Figura 1. Representação esquemática das embalagens de PET utilizadas na maturação de aguardente de cana.

2.3.3.1. Caracterização das embalagens de PET

- **Dimensões, peso e espessura:** realizadas com micrômetro Mitutoyo (precisão de 0,01mm), balanças eletrônicas BG-4000 (precisão 0,01g) e Micronal (precisão de 0,1mg).

- **Taxa de permeabilidade ao oxigênio (TPO₂):** determinada pela Rhodia-ster Poços de Caldas-MG, conforme método ASTM D2684 (ASTM, 2001a), através de sensor coulométrico, em condições isostáticas, à pressão atmosférica local,

umidade relativa de $70\pm 5\%$ e temperatura de $25\pm 2^\circ\text{C}$, com equipamento Mocon Ox-tran 2/20, com 2 módulos (master e satélite), com 2 células cada.

- **Densidade e cristalinidade:** realizadas por Rhodia-ster Poços de Caldas-MG, utilizando-se as embalagens, através do método de coluna de densidade gradiente, conforme ASTM D1505 (ASTM, 2001b), com aparelho de 3 colunas de densidade gradiente, marca Ray-Ran, com plataforma de enchimento e controlador de temperatura.

2.4. Experimentos e tratamentos

Foram constituídos 3 experimentos independentes descritos a seguir.

Experimento 1: maturação de aguardente de cana em embalagens de vidro (8 unidades experimentais em cada bloco de tratamentos).

Bloco de tratamentos A: sem extrato;

Bloco de tratamentos B: com 20 mL de extrato/L de aguardente de cana;

Bloco de tratamentos C: com 40mL de extrato/L de aguardente de cana;

Bloco de tratamentos D: com 60mL de extrato/L de aguardente de cana.

Experimento 2: maturação de aguardente de cana em barris de carvalho (3 unidades experimentais).

Experimento 3: maturação de aguardente de cana em embalagens de PET.

Bloco de tratamentos I: embalagens de PET 0,250L de volume (64 unidades experimentais em cada sub-bloco de tratamentos).

Sub-bloco de tratamentos A : sem extrato;

Sub-bloco de tratamentos B: com 20mL de extrato/L de aguardente de cana;

- Capítulo 3 -

Sub-bloco de tratamentos C: com 40mL de extrato/L de aguardente de cana;

Sub-bloco de tratamentos D: com 60mL de extrato/L de aguardente de cana.

Bloco de tratamentos II: embalagens de PET de 2L de volume (12 unidades experimentais em cada sub-bloco de tratamentos).

Sub-bloco de tratamentos A : sem extrato;

Sub-bloco de tratamentos B: com 20mL de extrato/L de aguardente de cana;

Sub-bloco de tratamentos C: com 40mL de extrato/L de aguardente de cana;

Sub-bloco de tratamentos D: com 60mL de extrato/L de aguardente de cana.

Bloco de tratamentos III: embalagens de PET de 20L de volume (12 unidades experimentais em cada sub-bloco de tratamentos).

Sub-bloco de tratamentos A: sem extrato;

Sub-bloco de tratamentos B: com 20mL de extrato/L de aguardente de cana;

Sub-bloco de tratamentos C: com 40mL de extrato/L de aguardente de cana;

Sub-bloco de tratamentos D: com 60mL de extrato/L de aguardente de cana.

As aguardentes de cana que constituíram os tratamentos sem extrato e com 20, 40 e 60mL de extrato/L originaram-se de lotes específicos previamente homogeneizados para as condições dos tratamentos.

A operação de enchimento foi realizada manualmente. Os barris tiveram a capacidade volumétrica totalmente ocupada. As embalagens de PET e vidro foram preenchidas em 95% do seu volume útil.

Os experimentos foram mantidos em idênticas condições ambientais de luminosidade média de 493 ± 132 lux/12 \pm 3h diárias, umidade relativa do ar de $35 \pm 12\%$ e temperatura de 25 a $30 \pm 5^\circ\text{C}$, durante o período de estudo de 12 meses.

2.5. Determinações físico-químicas

As determinações físico-químicas foram realizadas em triplicata, exceto as análises cromatográficas executadas em duplicata. Os estudos foram conduzidos aos zero (instalação dos tratamentos), 4, 8 e 12 meses de maturação (embalagens de vidro e PET) e zero, 4, 8, 12, 36 e 48 meses (barris de carvalho).

A unidade amostral de análise correspondeu a volume médio de 4L, sendo constituída pela mistura de volumes equivalentes e representativos das unidades experimentais específicas e mantida em embalagens de vidro, à temperatura de 0 a 5°C, sob hermeticidade, até a realização das análises.

2.5.1. Grau alcoólico real a 20°C : medido conforme Brasil (1986), com destilação da amostra em destilador automático Gilbertini e determinação do grau alcoólico real através de densímetro eletrônico.

2.5.2. pH: medido com pHmetro digital calibrado à temperatura de 20°C.

2.5.3. Acidez volátil, fixa e total: determinadas conforme Brasil (1986). A alíquota para a análise de acidez volátil foi obtida pela destilação da amostra utilizando-se microdestilador Tecnal; a acidez total foi determinada em alíquotas da amostra. Em ambas análises utilizou-se solução titulante de hidróxido de sódio 0,01N e indicador fenolftaleína a 1%. Nas amostras contendo extrato de carvalho foi associado potenciômetro digital observando-se o ponto de viragem no pH 8,2. A acidez fixa foi determinada por diferença entre a acidez total e volátil. Os resultados foram expressos em mg de ácido acético/100mL de álcool anidro.

2.5.4. Compostos fenólicos totais: determinados conforme método AOAC 952.03 (AOAC, 1997), através da equação $y = 0,0513x + 0,0090$ ($R=0,9998$), derivada de calibração de curva-padrão com ácido tânico, com leitura em absorbância a 760nm.

2.5.5. Cor: determinada através de espectrofotômetro de cor ColorQuest II / Hunter Lab. A leitura foi realizada com o aparelho ajustado em refletância, utilizando-se padrão branco nºC6299 de 03/96 e amostra em cubeta de vidro oticamente limpo de 10mm de caminho ótico com campo de visão analisado de 1'. A configuração incluiu iluminante D65 e ângulo de 10°. As leituras foram feitas no sistema CIELab.

2.5.6. Massa aparente: realizada nos experimentos conduzidos em embalagens de PET, nas condições experimentais, utilizando-se balanças eletrônicas Marte (precisão de 1g), BG-4000 (precisão de 0,01g) e Micronal (precisão de 0,1mg), respectivamente. No experimento conduzido em barris a massa aparente foi determinada através da medida do volume de aguardente de cana evaporado do barril, multiplicado pela densidade correspondente ao teor alcoólico de 55% em volume a 20°C.

2.5.7. Aldeídos totais, ésteres totais e álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico: determinados em cromatógrafo a gás Shimadzu GC-17A equipado com injeção automática, detector de ionização de chama e coluna capilar DB-VAX (30m x 0,25mm x 0,25µm). As análises foram conduzidas sem diluição com temperaturas do injetor de 180°C e do detector de 190°C; injeção com divisão de fluxo (*split*) de 1:15; programação da temperatura da coluna de 40°C (4min.), 40 a 120°C, 32°C/min. (0,6m in.) e 120 a 180°C, 25°C/min (0 min.) tempo total da corrida de 9,5 min. A determinação da concentração dos compostos utilizou o método de área e calibração de padrões externos.

Os resultados foram expressos em mg/100mL de álcool anidro, sendo aldeídos totais em acetaldeído e ésteres totais em acetato de etila.

2.6. Análise estatística dos resultados

A análise estatística foi aplicada para os resultados de todas as determinações físico-químicas, com exceção de cor.

Os dados foram considerados com 3 repetições, exceto os das análises cromatográficas, realizados com 2 repetições.

O tratamento estatístico dos dados compreendeu a análise de variância em esquema estatístico individualizado por experimento, associado a esquema específico de blocos casualizados (fatores), e comparação de médias pelo teste de Duncan ao nível de probabilidade de 5% ($p \leq 0,05$).

Os resultados foram apresentados pela média dos dados analisados estatisticamente ou de sua determinação (cor), observados os planejamentos experimentais específicos, sendo as médias relativas ao momento de estudo de 12 meses comparadas entre si juntamente com as médias dos momentos 36 e 48 meses do Experimento 2 (barris de carvalho).

As análises estatísticas foram realizadas através do programa WinStat (1984).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As caracterizações físico-químicas da aguardente de cana e do extrato de carvalho utilizados no estudo de maturação estão apresentadas nas Tabelas 1 (abaixo) e Tabela 6 (Capítulo 2).

Tabela 1. Caracterização físico-química da aguardente de cana utilizada no estudo de maturação

Determinação	
Teor alcoólico (% em volume a 20°C)	55,0
pH	4,52
Acidez volátil (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro)	17,18
Acidez fixa (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro)	1,46
Acidez total (mg de ácido acético/100mL de álcool anidro)	18,54
Extrato seco (g/L)	0,04
Compostos fenólicos totais (mg/L equivalentes ácido tânico)	0,09
Cor (Sistema CIELab)	
L	98,78
a	-0,29
b	1,59
Aldeídos totais (mg de aldeído acético/100mL de álcool anidro)	15,1
Ésteres totais (mg de acetato de etila/100mL de álcool anidro)	12,10
Álcool isoamílico (mg/100mL de álcool anidro)	182,2
Álcool isobutílico (mg/100mL de álcool anidro)	58,4
Álcool n-propílico (mg/100mL de álcool anidro)	58,1

Os valores de teor alcoólico, pH, acidez volátil, fixa e total, extrato seco, compostos fenólicos totais e cor correspondem à média de 3 repetições; os de aldeídos totais, ésteres totais, álcoois isoamílico, isobutílico e n-propílico correspondem à média de 2 repetições.

Na Tabela 2 está apresentada a caracterização física e dimensional das embalagens de PET e barris de carvalho utilizados no estudo de maturação de aguardente de cana.

Tabela 2. Caracterização física e dimensional das embalagens de PET e barris de carvalho utilizados na maturação de aguardente de cana

Parâmetro	Recipiente							
	PET 0,250L		PET 2L		PET 20L		BARRIL	
		n		n		n		n
Volume (mL)¹	267 ± 0,18	20	2039 ± 0,41	10	21250 ± 8,1	5	212075±303	3
Peso (g)	16,897 ± 0,05	256	52,625 ± 0,13	48	713,69 ± 0,73	32	-	-
A	5,9916	3	7,9742	3	64,9127	2	-	-
B	1,9172	3	7,3493	3	142,5903	2	-	-
C	4,0716	3	23,7404	3	315,531	2	-	-
D	4,9166	3	13,5611	3	190,656	2	-	-
Espessura (mm)	-	3	-	3	-	2	-	-
A	0,295 ± 0,02	[5]	0,283 ± 0,02	[5]	3,019 ± 1,69	[5]	-	-
B	0,367 ± 0,03	[5]	0,288 ± 0,01	[5]	0,768 ± 0,09	[5]	-	-
C	0,295 ± 0,03	[5]	0,252 ± 0,04	[5]	0,801 ± 0,14	[5]	-	-
D	1,942 ± 0,24	[5]	3,021 ± 0,33	[5]	3,264 ± 0,70	[5]	-	-
Área total (cm²)	198,01	1	867,31	1	4507,44	1	18128,07	1
A	20,55	1	23,07	1	98,96	1	-	-
B	37,06	1	130,31	1	570,23	1	-	-
C	86,79	1	531,56	1	2459,87	1	-	-
D	53,61	1	182,37	1	1378,38	1	-	-
Área/volume(cm²/L)	741,6	-	425,4	-	212,1	-	85,5	-
Densidade(g/cm³)	1,366 ± 0,00	4(3)	1,368 ± 0,00	4(3)	1,360 ± 0,02	4(3)	-	-
Cristalinidade (%)	25,8 ± 0,66	4(3)	27,3 ± 0,61	4(3)	11,6 ± 0,40	4(3)	-	-
TPO₂(cm³/dia/25°C)	0,119769±0,08	3	0,103804±0,01	3	0,244354±0,04	2	-	-

A, B, C, D. seções do recipiente, respectivamente, gargalo, ombro, corpo e base (conforme Figura 1);

n. quantidade de embalagens avaliadas;

[] . pontos distintos em cada área;

() . repetições em cada recipiente;

1. Volume total com água destilada a 20°C;

TPO₂. Taxa de permeabilidade ao oxigênio.

Os parâmetros físico-químicos apresentados para o extrato de carvalho e aguardente de cana estão de acordo com os regulamentados na legislação brasileira (Brasil, 2003; Brasil, 1997; Brasil, 1974), ressalvado o teor de álcoois superiores, situado próximo ao limite máximo permitido (300mg/100mL de álcool anidro). O teor alcoólico médio de 54,7% em volume a 20°C foi utilizado visando manter o potencial hidrolítico nos compostos da madeira durante a maturação.

A utilização do extrato de carvalho para a maturação de aguardente de cana (Tabela 1) apresentou vantagens em escala no enriquecimento qualitativo da composição química da bebida com compostos da madeira, aumentando o teor de extrato seco, agregando cor, compostos fenólicos, ésteres totais e ácidos orgânicos (acidez fixa), entre outros compostos. Processos similares têm sido utilizados em outros destilados (Zimlich e Joseph, 2002 e 2000; Martinez *et al.*, 1997; Bowen, 1994; Conner *et al.*, 1993; Tritton, 1975; Singleton e Drapper, 1961).

O monitoramento do processo de maturação da aguardente de cana, como de outras bebidas destiladas, através do estudo de parâmetros físico-químicos específicos e/ou de frações da sua composição orgânica, é de fundamental importância para o acompanhamento da dinâmica de estabilização, da eficácia dos sistemas de acondicionamento associados, da influência das condições ambientais e melhoramento de processos visando agregar qualidade à bebida (Novaes, 2001; Cardello e Faria, 1997; Nishimura e Matsuyama, 1989).

Na Tabela 3 estão apresentadas as perdas de massa ocorridas durante o período de maturação de 12 meses de aguardente de cana em embalagens de PET e em barris de carvalho.

O período de maturação de 12 meses representou médias de perdas de massa de aguardente de cana de 1,77, 7,59 e 12,5g nas embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L de volume, e de 15,268kg em barris de carvalho, equivalendo, respectivamente, às variações percentuais de 0,75, 0,41, 0,06 e 7,79%.

Tabela 3. Perda¹ de massa de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e barris de carvalho

Tratamento ²	Massa inicial (g)	n	Perda de massa (g)						Perda total (g) / (%)
			4 meses		8 meses		12 meses		
P250.0	236,50 ± 0,27 ³	64	0,74 ± 0,03	48	0,58 ± 0,03	32	0,52 ± 0,03	16	1,84 / 0,78
P250.20	236,22 ± 0,23 ³	64	0,71 ± 0,02	48	0,58 ± 0,03	32	0,46 ± 0,02	16	1,75 / 0,74
P250.40	236,43 ± 0,24 ³	64	0,71 ± 0,03	48	0,56 ± 0,02	32	0,46 ± 0,01	16	1,73 / 0,73
P250.60	236,42 ± 0,21 ³	64	0,70 ± 0,02	48	0,56 ± 0,03	32	0,48 ± 0,02	16	1,74 / 0,74
P2.0	1824,77 ± 0,47 ³	12	2,96 ± 0,14	9	2,25 ± 0,08	6	2,33 ± 0,09	3	7,54 / 0,41
P2.20	1823,60 ± 0,40 ³	12	2,98 ± 0,08	9	2,31 ± 0,07	6	2,33 ± 0,05	3	7,62 / 0,42
P2.40	1824,37 ± 0,35 ³	12	2,93 ± 0,05	9	2,39 ± 0,04	6	2,34 ± 0,05	3	7,66 / 0,41
P2.60	1824,50 ± 0,41 ³	12	2,96 ± 0,09	9	2,25 ± 0,04	6	2,34 ± 0,03	3	7,55 / 0,41
P20.0	19935,9 ± 12,0 ³	8	5,5 ± 0,14	6	3,0 ± 0,10	4	6,0 ± 0,12	2	14,5 / 0,07
P20.20	19926,7 ± 10,1 ³	8	4,5 ± 0,10	6	2,5 ± 0,17	4	5,5 ± 0,15	2	12,5 / 0,06
P20.40	19928,5 ± 6,7 ³	8	3,0 ± 0,35	6	2,7 ± 0,35	4	6,0 ± 0,26	2	11,5 / 0,06
P20.60	19924,5 ± 4,5 ³	8	2,0 ± 0,10	6	3,5 ± 0,21	4	6,0 ± 0,26	2	11,5 / 0,06
BRL	196000 ± 282	3	7202 ± 0,22	2	4579 ± 0,27	2	3487 ± 0,24	2	15268 / 7,79

n. número de unidades experimentais avaliadas;

1. média de n resultados ± estimativa do desvio padrão;

2. P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___,0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

3. Correspondente a 95% da capacidade volumétrica do recipiente.

A utilização de embalagens de PET na maturação de aguardente de cana mostrou maior eficiência em relação ao sistema tradicional (emprego de barris de carvalho) para a conservação da massa da bebida.

As perdas percentuais de massa nas embalagens de PET variaram com decréscimos inversamente à redução da relação área/volume específica de 741,6, 425,4, 212,1 cm²/L (Tabela 3), respectivamente, nos volumes de 0,250, 2 e 20L, mostrando que a utilização de embalagens de PET de menor capacidade volumétrica representaram menores perdas relativas de massa.

As variações observadas refletiram o comportamento global de perdas quantitativas no processo de maturação conduzido, fundamentalmente relacionadas com as condições de trocas entre os compostos majoritários da bebida (água e etanol) e o ambiente. Destacam-se, entre outras, as características físico-dimensionais dos sistemas de acondicionamento empregados, relação área/volume, cristalinidade, permeabilidade, orientação (embalagens de PET) e porosidade da madeira (barris de carvalho); a natureza dos compostos da bebida; e a intensidade de componentes ambientais de temperatura, umidade relativa e de circulação do ar e luminosidade (Correa, 2001; Mosadale e Puech, 1998).

O teor alcoólico real da aguardente de cana durante o processo de maturação em embalagens de PET e vidro está apresentado na Tabela 4.

De acordo com a Tabela 1 do Apêndice, a natureza e volume do recipiente, a dosagem de extrato e o tempo de maturação influenciaram significativamente ($p \leq 0,05$) a variação do teor alcoólico no período de maturação de 12 meses da aguardente de cana em embalagens vidro e PET.

Tabela 4. Teor alcoólico real de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

TRATAMENTO ²	TEOR ALCÓOLICO REAL ¹			
	Tempo de maturação (meses)			
	0	4	8	12(36)[48]
VDR.0		55,0 ^a	55,0 ^a	55,1 ^a ABC
P250.0	55,0 ^a	55,0 ^a	55,3 ^a	55,4 ^a ABC
P2.0		55,4 ^a	55,5 ^a	55,6 ^a AB
P20.0		55,2 ^a	55,4 ^a	55,8 ^a A
VDR.20		54,7 ^a	54,9 ^a	54,9 ^a BC
P250.20	54,7 ^a	54,9 ^a	55,1 ^a	55,3 ^a ABC
P2.20		55,0 ^a	55,4 ^a	55,5 ^a ABC
P20.20		54,9 ^a	55,2 ^a	55,7 ^a B
VDR.40		54,6 ^a	54,7 ^a	54,8 ^a C
P250.40	54,7 ^a	54,8 ^a	54,9 ^a	55,1 ^a ABC
P2.40		54,9 ^a	55,2 ^a	55,4 ^a ABC
P20.40		54,9 ^a	55,1 ^a	55,5 ^a ABC
VDR.60		54,6 ^a	54,6 ^a	54,7 ^a C
P250.60	54,5 ^a	54,5 ^a	54,6 ^a	54,9 ^a BC
P2.60		54,7 ^a	54,9 ^a	55,1 ^a ABC
P20.60		54,7 ^a	55,0 ^a	55,4 ^a ABC
	55,0	54,1	52,0	47,3 D
BRL				(44,6) E
				[41,1] F

1. % em volume a 20°C;

2. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET de volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___,0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

Médias com letras minúsculas distintas, na mesma coluna, em cada dosagem, diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$);

Médias com letras maiúsculas distintas diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

O teor alcoólico nas embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L, nessa ordem, aos 12 meses de maturação, mostrou incrementos médios de 0,8, 1,3 e 1,5%, respectivamente, diferindo significativamente entre si ($p \leq 0,05$). Os barris de carvalho apresentaram perdas de 16,3%, até 12 meses, e de 25,3%, até 48 meses de maturação. O comportamento mostrou a eficiência relativa das embalagens de PET, em relação ao sistema tradicional de maturação conduzido em barris de carvalho para a conservação do teor alcoólico da aguardente de cana, influenciado, fundamentalmente, pelas suas melhores propriedades de barreira.

O incremento aparente do teor alcoólico observado na aguardente acondicionada em embalagens de PET deveu-se à concentração aparente da fração etanol em decorrência de perdas de água favorecidas por suas melhores características relativas de difusão/volatilização através da estrutura das embalagens. Correa (2001) observou comportamento similar.

Considerada a hermeticidade relativa conduzida nas embalagens de PET, a transformação química de etanol em outros compostos na aguardente de cana, durante o processo de maturação, e o comportamento aparente de concentração do teor alcoólico, as perdas de massa verificadas (Tabela 4) podem ser atribuídas, na maior parte, à variação da fração água da bebida.

Tal comportamento pode ser considerado no acondicionamento ou maturação da aguardente de cana, possibilitando ser implementado com teor alcoólico inferior ao convencionalmente utilizado em outras embalagens, observados os parâmetros de qualidade e de identidade regulamentados.

Em estruturas de materiais plásticos, de uma forma geral, a natureza da resina e estrutura molecular de monômeros, a afinidade química dos compostos da bebida com os polímeros, a permeabilidade intrínseca das embalagens, bem como a temperatura e diferencial de pressão interna e externa aos recipientes, podem determinar distintos comportamentos de difusão e trocas de compostos de bebidas acondicionadas (Brody, 2001; Brown, 1992; Garcia *et al.*, 1989).

A Tabela 5 apresenta as medidas de pH durante o período de maturação de aguardente de cana.

Tabela 5. pH de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e barris de carvalho

TRATAMENTO ¹	pH			
	Tempo de maturação (meses)			
	0	4	8	12(36)[48]

VDR.0		4,56 ^a	4,47 ^a	4,32 ^a _{AB}
P250.0	4,52 ^a	4,47 ^a	4,46 ^a	4,08 ^a _{ABC}
P2.0		4,26 ^a	4,09 ^a	4,06 ^a _{ABC}
P20.0		4,24 ^a	4,08 ^a	4,01 ^a _{ABC}
<hr/>				
VDR.20		4,30 ^a	4,13 ^a	4,02 ^a _{ABC}
P250.20	4,46 ^a	4,22 ^a	4,07 ^a	3,97 ^a _{ABC}
P2.20		4,18 ^a	3,98 ^a	3,91 ^a _{BC}
P20.20		4,22 ^a	3,92 ^a	3,87 ^a _{BC}
<hr/>				
VDR.40		4,01 ^a	3,94 ^a	3,90 ^a _{BC}
P250.40	4,39 ^a	4,28 ^a	3,90 ^a	3,81 ^a _{BC}
P2.40		4,01 ^a	3,89 ^a	3,72 ^a _C
P20.40		4,14 ^a	3,89 ^a	3,85 ^a _{BC}
<hr/>				
VDR.60		3,90 ^a	3,84 ^a	3,82 ^a _{BC}
P250.60	4,14 ^a	3,98 ^a	3,88 ^a	3,80 ^a _{BC}
P2.60		3,86 ^a	3,72 ^a	3,69 ^a _C
P20.60		3,95 ^a	3,89 ^a	3,81 ^a _{BC}
<hr/>				
	4,52	4,37	4,14	4,12 _{ABC}
BRL				(4,42) _A
				[4,17] _{ABC}

1. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET de volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___,0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

Médias com letras minúsculas distintas, na mesma coluna, em cada dosagem, diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$);

Médias com letras maiúsculas distintas diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

A incorporação de extrato de carvalho (dosagem) e o tempo de maturação influenciaram significativamente ($p \leq 0,05$) na estabilização do pH na aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, durante 12 meses (Tabela 2 do Apêndice).

Observaram-se decréscimos do pH na aguardente de cana em todos os tratamentos ao longo do tempo de maturação. A incorporação e o incremento da dosagem de extrato de carvalho na aguardente de cana acondicionada em embalagens de PET propiciou maiores decréscimos relativos. A estabilização na média dos tratamentos, aos 12 meses, ocorreu em torno do pH 4,11, não distinguindo diferenças entre si, até 8 meses de maturação.

O pH reflete o potencial de íons H^+ dissociados na aguardente de cana e em equilíbrio eletroquímico com os substratos ou produtos de reações químicas entre os componentes da bebida com o meio ambiente externo ao recipiente. Em meio ácido, como a aguardente de cana, o aporte de ácidos orgânicos e/ou de compostos fenólicos por incorporação de extratos ou por extração dos barris aumenta o potencial hidrogeniônico na bebida, refletindo em diminuição de pH.

Similarmente, a oxidação de compostos da bebida durante o processo de maturação, originando ácidos orgânicos, agrega íons H^+ na bebida, reduzindo gradualmente o pH. Este comportamento, associado com outros parâmetros físico-químicos, notadamente os de acidez, possibilita acompanhar a dinâmica de maturação e de estabilização da aguardente de cana.

A Tabela 6 apresenta os resultados de acidez fixa, volátil e total da aguardente de cana durante sua maturação em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho.

Conforme Tabelas 3, 4 e 5 do Apêndice, a natureza e volume das embalagens, a dosagem de extrato e o tempo de maturação influenciaram significativamente ($p \leq 0,05$) os parâmetros de acidez da aguardente de cana maturada em PET e vidro, durante 12 meses, exceto a acidez total. Neste, somente a dosagem e o tempo de maturação caracterizaram influência significativa ($p \leq 0,05$).

Tabela 6. Acidez fixa, volátil e total de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

Tratamento ²	ACIDEZ ¹														
	Fixa					Volátil				Total					
	Tempo de maturação (meses)														
	0	4	8	12(36)[48]		0	4	8	12(36)[48]	0	4	8	12(36)[48]		
VDR0		1,14 ^a	1,09 ^a	1,09 ^a	K		17,45 ^a	17,52 ^a	17,51 ^a	C		18,59 ^a	18,61 ^a	18,60 ^a	FG
P250.0	1,36 ^a	0,98 ^a	1,03 ^a	0,97 ^a	K	17,18 ^a	17,53 ^a	17,58 ^a	17,65 ^a	C	18,54 ^a	18,51 ^a	18,61 ^a	18,62 ^a	FG
P2.0		1,07 ^a	0,94 ^a	0,96 ^a	K		17,52 ^a	17,71 ^a	17,83 ^a	C		18,59 ^a	18,65 ^a	18,79 ^a	F
P20.0		1,13 ^a	1,04 ^a	0,95 ^a	K		17,52 ^a	17,72 ^a	17,88 ^a	C		18,65 ^a	18,76 ^a	18,83 ^a	FG
VDR.20		1,40 ^b	1,53 ^c	1,60 ^c	J		17,38 ^a	17,22 ^a	17,15 ^a	C		18,78 ^a	18,75 ^a	18,75 ^a	F
P250.20	1,34 ^a	2,15 ^a	2,23 ^b	2,32 ^b	I	17,46 ^a	16,50 ^b	16,28 ^b	16,08 ^b	C	18,80 ^a	18,65 ^a	18,51 ^a	18,40 ^a	FG
P2.20		1,91 ^a	2,58 ^a	2,66 ^a	H		16,54 ^b	15,70 ^c	15,50 ^c	C		18,45 ^a	18,28 ^a	18,16 ^a	G
P20.20		1,54 ^b	2,21 ^b	2,48 ^{ab}	HI		17,14 ^a	16,36 ^b	16,07 ^b	C		18,68 ^a	18,57 ^a	18,55 ^a	FG
VDR.40		3,04 ^b	3,01 ^c	3,29 ^c	G		17,42 ^a	17,38 ^a	17,12 ^a	C		20,46 ^a	20,39 ^a	20,41 ^a	E
P250.40	2,88 ^a	3,61 ^a	4,54 ^{ab}	4,63 ^{ab}	EF	17,64 ^a	16,82 ^b	15,70 ^b	15,50 ^b	C	20,52 ^a	20,43 ^a	20,24 ^a	20,13 ^a	E
P2.40		3,71 ^a	4,22 ^b	4,30 ^b	F		16,60 ^b	15,94 ^b	15,56 ^b	C		20,31 ^a	20,16 ^a	19,86 ^a	E
P20.40		3,90 ^a	4,65 ^a	4,77 ^a	E		16,60 ^b	15,70 ^b	15,50 ^b	C		20,50 ^a	20,35 ^a	20,27 ^a	E
VDR60		4,89 ^b	5,06 ^c	5,14 ^c	D		17,78 ^a	17,52 ^a	17,46 ^a	C		22,67 ^a	22,58 ^a	22,60 ^a	D
P250.60	4,78 ^a	5,79 ^a	6,82 ^a	6,79 ^a	A	17,90 ^a	16,86 ^b	15,70 ^b	15,52 ^b	C	22,68 ^a	22,65 ^a	22,52 ^a	22,31 ^a	D
P2.60		5,94 ^a	6,35 ^b	6,41 ^b	B		16,50 ^b	15,90 ^b	15,64 ^b	C		22,44 ^a	22,15 ^a	22,05 ^a	D
P20.60		5,93 ^a	6,67 ^{ab}	6,83 ^a	A		16,60 ^b	15,78 ^b	15,60 ^b	C		22,53 ^a	22,45 ^a	22,43 ^a	D
BRL	1,36	2,10	2,65	2,48	HI	17,18	20,25	23,20	25,60	BC	18,54	22,35	25,85	28,08	C
				(6,03)	C				(27,42)	A				(33,45)	B
				[6,30]	BC				[29,78]	AB				[36,08]	A

1. mg de ácido acético/100mL de álcool anidro;

2. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET dde volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___, 0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

Médias com letras minúsculas distintas, na mesma coluna, em cada dosagem, diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$);

Médias com letras maiúsculas distintas diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

Durante o período de maturação de 12 meses, na média das dosagens de extrato, a acidez fixa e volátil mostraram diferenças significativas entre si pelo teste de Duncan ($p \leq 0,05$), contrariamente aos tratamentos constituídos sem extrato que não apresentaram diferença estatística para todos os parâmetros de acidez avaliados.

A acidez volátil, fixa e total da aguardente acondicionada com extrato em embalagens de PET foram inferiores àquela maturada em barris de carvalho entre 36 e 48 meses, com exceção da acidez fixa, até 36 meses, que foi superior, a partir de 8 até 12 meses, nos tratamentos com incorporação de extrato, maiores entre si, com o aumento da dosagem de extrato e tempo de maturação.

Os valores de acidez avaliados nos tratamentos sem a incorporação de extrato mostram-se compatíveis e característicos da aguardente de cana bidestillada (Bizelli *et al.*, 2004; Bizelli, 2000), mostrando-se marcadamente menores, sobretudo em relação à acidez volátil, quando comparados com a bebida obtida em sistemas artesanais de destilação. Nestes, em geral, a acidez volátil é maior devido, entre outros fatores, à menor eficiência relativa associada para a separação do ácido acético da fração coração e ao excessivo aproveitamento da fração cauda (Novaes, 2003; Boza, 1996).

Em relação à matriz (sem extrato), a incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato/L de aguardente de cana representou, respectivamente, incrementos do teor de acidez total de 1,5%, 9,1% e 10,1%, evidenciando o potencial do extrato utilizado na alteração do perfil de ácidos orgânicos totais na bebida.

O período de 12 meses de maturação de aguardente em embalagens de PET, sem extrato, representou incremento de acidez total de 1,1%, na média dos volumes de embalagens empregados. Na bebida maturada com as dosagens de 20, 40 e 60mL de extrato/L foram observados decréscimos médios de 2,3, 2,1 e 1,8%, respectivamente. A maturação em vidro sem e com extrato correspondeu ao

acrécimo de 0,3% e decréscimo de 0,4%, na média das dosagens empregadas. A aguardente de cana maturada em barris de carvalho mostrou incrementos de 51,5, 80,4 e 94,6%, aos 12, 36 e 48 meses, respectivamente.

A acidez volátil da aguardente de cana maturada 12 meses em embalagens de PET com 20, 40 e 60mL de extrato (na média dos volumes utilizados) seguiu o comportamento de decréscimo verificado para a acidez total, com percentuais médios de 9,0, 13,7 e 14,5, respectivamente. A bebida maturada sem extrato, em vidro e em PET, mostrou acréscimos de 1,9 e 3,5%, respectivamente, enquanto a acondicionada em barris de carvalho mostrou incrementos de 49,0, 59,6 e 73,3%, respectivamente, até 12, 36 e 48 meses de maturação.

A acidez fixa mostrou comportamentos proporcionalmente inversos aos verificados para a acidez total e volátil, à exceção da aguardente acondicionada em barris de carvalho, onde foram verificados os acréscimos acumulados de 1,8, 4,4 e 4,6 vezes, respectivamente, até 12, 36 e 48 meses de maturação.

Os incrementos de acidez fixa refletiram, predominantemente, a contribuição dos ácidos orgânicos não voláteis na aguardente de cana aportados pelo extrato enriquecido com compostos da madeira ou pela maturação em barris de carvalho.

A maturação da aguardente de cana em embalagens de PET, durante 12 meses, proporcionando incrementos de acidez fixa, relativamente aos correspondentes tratamentos conduzidos em embalagens de vidro, mostrando decréscimo de acidez volátil, indica o desenvolvimento de acidez fixa influenciada pelas características intrínsecas das embalagens de PET, notadamente em relação à sua permeabilidade.

A adição de extrato de carvalho durante a maturação da aguardente em embalagens de PET deslocou a acidez volátil (ácido acético) para a acidez fixa (ácidos não voláteis), distinguindo o processo em relação à maturação em barris de carvalho, até 48 meses, onde todas as frações de acidez mostraram-se continuamente crescentes.

A aeração do extrato saturado de compostos da madeira, com relevância aos ácidos orgânicos, durante as etapas de sua elaboração, pode ser destacada positiva para o processo de maturação da aguardente de cana, com reflexos diretos no desenvolvimento preliminar de compostos importantes na estruturação do aroma e sabor da bebida, como ésteres, entre outros compostos, além de ácidos orgânicos, independentemente das condições proporcionadas pelas embalagens de PET, como a relação área/volume e taxa de permeabilidade ao oxigênio (TPO₂) (Tabela 3).

Sendo a acidez fixa relevante na estruturação do corpo e sabor da aguardente de cana e a acidez volátil do aroma (Cardello e Faria, 1997; Furtado, 1995), o deslocamento de acidez volátil para acidez fixa pode indicar um parâmetro distintivo do processo de maturação conduzido em embalagens de PET, em relação ao sistema tradicional de maturação (utilização de barris de carvalho), agregando marcante redução do tempo necessário e vantagens em escala no aprimoramento sensorial da bebida.

A Tabela 7 apresenta os resultados da análise de compostos fenólicos totais da aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho.

Tabela 7. Compostos fenólicos totais de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

TRATAMENTO ²	COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS ¹
	Tempo de maturação (meses)

	0	4	8	12(36)[48]	
VDR.0		9,2 ^a	8,5 ^a	8,8 ^a	I
P250.0	8,9 ^a	8,8 ^a	8,5 ^a	8,2 ^a	I
P2.0		8,7 ^a	8,5 ^a	8,5 ^a	I
P20.0		8,9 ^a	8,5 ^a	8,6 ^a	I
VDR.20			32,5 ^a	32,7 ^b	33,1 ^b
P250.20	32,2 ^a	33,7 ^a	34,1 ^{ab}	34,9 ^a	H
P2.20		33,7 ^a	34,4 ^a	35,5 ^a	H
P20.20		33,9 ^a	34,6 ^a	34,5 ^{ab}	H
VDR.40			64,9 ^b	65,8 ^b	66,1 ^b
P250.40	63,3 ^a	66,7 ^a	68,5 ^a	69,5 ^a	F
P2.40		66,5 ^{ab}	67,7 ^a	68,1 ^a	FG
P20.40		65,6 ^{ab}	67,6 ^a	68,1 ^a	FG
VDR.60			103,2 ^c	104,5 ^c	105,1 ^c
P250.60	101,7 ^a	109,1 ^a	110,9 ^a	110,5 ^a	BC
P2.60		105,8 ^b	108,3 ^b	108,1 ^b	C
P20.60		106,6 ^b	109,8 ^{ab}	110,8 ^a	BC
BRL		8,9	32,6	60,5	85,2
				(112,5)	B
				[117,2]	A

1. mg/L equivalentes ácido tânico;

2. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET de volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___,0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

Médias com letras minúsculas distintas, na mesma coluna, em cada dosagem, diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$);

Médias com letras maiúsculas distintas diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

A variação dos compostos fenólicos durante o período de maturação de 12 meses de aguardente de cana em embalagens de PET e vidro foi significativamente influenciada ($p \leq 0,05$) pela natureza e volume das embalagens, dosagem de extrato de carvalho e tempo de maturação implementados, conforme Tabela 6 do Apêndice.

A incorporação de diferentes dosagens de extrato alterou significativamente ($p \leq 0,05$) a presença de compostos fenólicos na aguardente de cana. A maturação em embalagens de PET propiciou transformações que resultaram em incrementos significativos ($p \leq 0,05$) destes compostos, durante 12 meses de maturação. A

incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana incrementou 3,6, 7,0 e 11,3 vezes o teor inicial de compostos fenólicos totais da bebida (8,9mg equivalentes ácido tânico/L).

O período de 12 meses de maturação da aguardente de cana em embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L e de vidro, com a incorporação de extrato de carvalho, mostrou incrementos médios de 8,5, 4,4, 7,3 e 3,5% do teor inicial de compostos fenólicos totais, respectivamente, enquanto à não incorporação de extrato corresponderam decréscimos de 7,9, 4,5, 3,4 e 1,1%.

Em barris de carvalho, a maturação de aguardente por 12 meses representou incrementos crescentes de compostos fenólicos de 8,9 a 85,2, evoluindo para 112,5 e 117,2mg equivalentes ácido tânico/L, aos 36 e 48 meses, respectivamente.

A incorporação da dosagem de 60mL de extrato de carvalho na maturação de aguardente de cana nos embalagens de PET e vidro foi a que mais se aproximou com a caracterização de fenóis apresentada com a maturação em barris de carvalho, durante 36 até 48 meses, e superior à apresentada, até 12 meses.

A redução do teor de compostos fenólicos totais na aguardente de cana acondicionada em vidro durante 12 meses sem a incorporação de extrato mostra que a utilização destas embalagens não garantiu a estabilização destes compostos durante o acondicionamento/maturação da bebida.

O decréscimo de compostos fenólicos na aguardente de cana tanto na ausência de extrato quanto o aumento associado com sua incorporação através do extrato caracterizam o elevado potencial de reatividade química intrínseca destes compostos (Bettin *et al.*, 2002; Noble, 1990; Maga, 1989). Aumentos podem estar associados à finalização da hidrólise de compostos da madeira

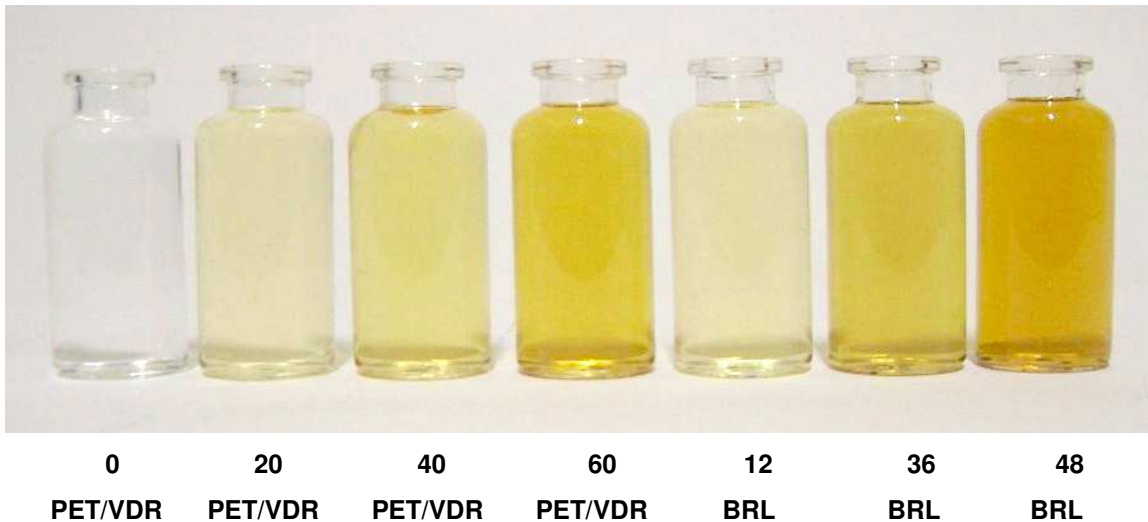
durante a maturação, como a decomposição de fenóis complexos (taninos) a componentes fenólicos mais simples (Bravo, 1998; Puech, 1988), bem como por sua concentração relativa ocasionada pela evaporação/perda de outros componentes da bebida, através dos sistemas de acondicionamento.

A transformação de fenóis em outros compostos, como aldeídos e ácidos orgânicos aromáticos, notadamente por reações de oxidação, tem sido igualmente destacado no aprimoramento do aroma da aguardente de cana, podendo associar decréscimos durante o processo de maturação (Maga, 1989).

A natureza translúcida de embalagens, condições impróprias de luminosidade e temperatura durante o processo de maturação, associados à elevada reatividade intrínseca dos compostos fenólicos, podem contribuir no desenvolvimento de produtos relacionados à adstringência e amargor, influenciando negativamente na qualidade sensorial da bebida, relativamente à cor e sabor (Bravo, 1998).

A Figura 2 mostra a cor e a Tabela 8 apresenta os resultados de leitura da cor de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho.

A cor da aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro foi determinada, fundamentalmente, pela incorporação de extrato para a sua maturação. Na bebida maturada em barris de carvalho, o incremento foi gradual e proporcional ao período de maturação, ressalvados os históricos de reutilização dos barris e de tratamentos térmicos aplicados na madeira, como a tostagem da superfície interna, entre outros.



0. aguardente de cana sem extrato de carvalho;

20, 40, 60. aguardente de cana com a incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

PET = embalagens de PET; VDR = embalagens de vidro; BRL = barril de carvalho.

Figura 2. Cor de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho.

As embalagens de PET mostraram similares características ao vidro para a conservação da cor durante 12 meses de maturação da aguardente de cana, com variações pouco relevantes. A cor amarela-caramelo desenvolvida pela incorporação de extrato de carvalho mostrou relativa tendência para a redução da intensidade (aumento de L), redução da cromaticidade amarela (b) e incremento da cromaticidade verde (-a).

Tabela 8. Cor de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

Tratamento ²	COR ¹											
	Tempo de maturação (meses)											
	0			4			8			12 (36) [48]		
	L	a	b	L	a	b	L	a	b	L	a	b
VDR0				98,52	-0,08	2,04	98,91	-0,28	1,35	98,81	-0,31	1,44
P250.0				98,52	-0,22	2,05	98,91	-0,28	1,37	98,80	-0,31	1,40
P2.0	98,78	-0,29	1,59	98,50	-0,22	2,02	98,90	-0,28	1,27	98,79	-0,31	1,40
P20.0				98,49	-0,22	2,05	98,92	-0,29	1,40	98,80	-0,31	1,38
VDR20				98,07	-0,88	5,12	98,15	-0,83	4,99	97,94	-0,88	5,15
P250.20				98,05	-0,88	5,03	98,14	-0,84	4,78	98,05	-0,85	4,77
P2.20	97,26	-0,89	7,30	98,13	-0,87	5,02	98,15	-0,83	4,79	98,01	-0,87	4,96
P20.20				98,07	-0,88	5,06	98,12	-0,84	4,79	97,97	-0,86	4,99
VDR40				97,44	-1,23	7,99	97,48	-1,29	7,89	97,30	-1,25	8,11
P250.40				97,46	-1,27	7,92	97,51	-1,22	7,56	97,41	-1,24	7,68
P2.40	96,35	-1,16	11,18	97,24	-1,32	8,50	97,52	-1,21	7,65	97,33	-1,26	7,79
P20.40				97,29	-1,26	8,26	97,50	-1,21	7,69	97,34	-1,26	8,01
VDR60				96,85	-1,52	10,66	96,90	-1,48	10,54	96,51	-1,51	11,06
P250.60				96,80	-1,57	10,75	96,97	-1,51	10,18	96,81	-1,58	10,52
P2.60	95,55	-1,33	14,54	96,85	-1,56	10,69	96,97	-1,49	10,24	96,70	-1,55	10,64
P20.60				96,86	-1,55	10,67	96,99	-1,49	10,29	96,70	-1,53	10,53
BRL	98,78	-0,29	1,59	98,17	-0,67	3,93	97,87	-0,79	5,16	97,55	-0,91	6,31
										(96,29)	(-1,47)	(12,57)
										[92,20]	[-1,84]	[25,81]

1. Sistema CIELab, em refletância, iluminante D65/10°; média de 3 repetições;

2. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET de volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___,0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente.

A cor é um parâmetro determinante na aceitabilidade da aguardente de cana, tradicionalmente vinculado ao desenvolvimento de propriedades sensoriais de aroma e sabor na bebida em processos de maturação em barris de carvalho, por períodos não inferiores a 3 anos (Cardello e Faria, 1997).

As distintas dosagens de extrato de carvalho incorporadas na aguardente de cana para a maturação em embalagens de PET mostraram-se efetivas para o desenvolvimento de espectro de cor amarela-caramelo compreendido entre aquelas constituídas pela maturação em barris de carvalho de 12 a 36 meses, indicando ter sido adequado o processo de elaboração do extrato, assim como a definição das dosagens empregadas na maturação da bebida.

A utilização de caramelo regulamentada na legislação brasileira (Brasil, 2003) para a correção de cor de aguardente de cana deve ser revista, na medida que pode caracterizar processos de maturação com propriedades físicas e sensoriais não relacionados à utilização de compostos de madeiras.

A operacionalização de *cortes* admitida na legislação (Brasil, 1974) para o ajuste das frações não álcool aos limites permitidos, igualmente utilizado em outros destilados, pode contribuir na correção da cor de aguardente de cana. Deve, contudo, resguardar a utilização de bebidas com a mesma matriz alcoólica, visando preservar a integridade sensorial e qualitativa típicas da aguardente de cana e do processo de maturação associado.

Destacada a importância do acompanhamento dos parâmetros de teor alcoólico, pH, acidez, compostos fenólicos e cor para o monitoramento de propriedades físico-químicas abrangentes durante a maturação da aguardente de cana, o estudo de classes de compostos orgânicos minoritários como aldeídos, álcoois superiores e ésteres, entre outros, é igualmente importante, tendo em vista a influência que estes compostos exercem no perfil sensorial da bebida, em

concentrações relativamente ínfimas e baixos limiares de percepção associados e distintos comportamentos que apresentam durante a maturação.

Na Tabela 9 estão apresentados os teores de aldeídos totais durante a maturação de aguardente de cana em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho.

De acordo com a Tabela 7 do Apêndice, a natureza e volume das embalagens, a dosagem de carvalho e o tempo de maturação influenciaram significativamente ($p \leq 0,05$) a variação de aldeídos totais durante o período de 12 meses de maturação de aguardente de cana em embalagens de PET e vidro.

A incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato/L de aguardente de cana agregou aldeídos totais de 15,10 (aguardente base, sem extrato) para 15,20, 15,60 e 16,00mg/100mL de álcool anidro. O período de 12 meses de maturação representou decréscimos destes compostos em todos os tratamentos.

O acondicionamento da bebida em embalagens de PET, aos 12 meses, refletiu os maiores decréscimos, na média das dosagens de extrato, de 23,7, 28,2 e 23,9%, respectivamente, nos volumes de 0,250, 2 e 20L, distinguindo diferenças significativas ($p \leq 0,05$), em relação à aguardente maturada em vidro. Nestas, a redução do teor destes compostos foi de 4,1%. Em barris de carvalho os decréscimos evoluíram de 19,9%, aos 12 meses, até 26,4%, aos 48 meses, mostrando médias próximas às verificadas com a maturação conduzida em embalagens de PET com a incorporação de extrato.

A redução de aldeídos durante a maturação de aguardente de cana pode ocorrer pela sua transformação química, por oxidação, a ácidos, considerando, igualmente, que podem ser originados por oxidação de álcoois. Sendo compostos de baixos pesos moleculares e pontos de ebulição, associam elevados índices de

perdas por volatilização, em condições ambientais, notadamente com o aumento da temperatura e por difusão através da estrutura das embalagens.

Tabela 9. Aldeídos totais de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

TRATAMENTO ²	ALDEÍDOS TOTAIS ¹			
	Tempo de maturação (meses)			
	0	4	8	12 (36) [48]
VDR.0		14,90 ^a	14,75 ^a	14,60 ^a A
P250.0	15,10 ^a	14,05 ^a	13,00 ^a	11,60 ^a BCDE
P2.0		14,10 ^a	12,65 ^a	11,00 ^a DE
P20.0		14,15 ^a	12,80 ^a	11,70 ^a BCDE
VDR.20			15,15 ^a	14,90 ^a
P250.20	15,20 ^a	14,45 ^a	13,30 ^a	11,55 ^a BCDE
P2.20		14,20 ^a	12,75 ^a	10,80 ^a E
P20.20		14,35 ^a	13,05 ^a	11,50 ^a BCDE
VDR.40			15,45 ^a	15,20 ^a
P250.40	15,60 ^a	15,05 ^a	13,85 ^a	11,85 ^a BCDE
P2.40		14,75 ^a	13,35 ^a	11,10 ^a BCDE
P20.40		15,05 ^a	13,85 ^a	11,75 ^a BCDE
VDR.60			15,80 ^a	15,50 ^a
P250.60	16,00 ^a	15,35 ^a	14,05 ^a	12,25 ^a B
P2.60		15,20 ^a	13,75 ^a	11,55 ^a BCDE
P20.60		15,45 ^a	14,25 ^a	12,15 ^a BC
BRL		15,10	14,55	13,50
				(11,25) BCDE
				[11,12] CDE

1. mg de aldeído acético/100mL de álcool anidro;

2. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET de volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___.0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

Médias com letras minúsculas distintas, na mesma coluna, em cada dosagem, diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$);

Médias com letras maiúsculas distintas diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

Os diferentes volumes das embalagens de PET empregados não mostraram comportamentos determinantes nas variações de aldeídos totais verificadas, embora as de 2L tenham mostrado maior redução, em relação aos demais.

A redução e manutenção a níveis adequados de aldeídos na aguardente, é positiva e inerente ao processo de maturação da bebida, como precursores na formação de ácidos, redução do pH e na estruturação do aroma e sabor. De forma geral, ao seu excesso estão vinculados atributos sensoriais negativos de pungência ao aroma e efeitos fisiológicos de ressaca nos consumidores e, positivamente, na contribuição relativa de sabor *adocicado* à bebida (Siebald *et al.*, 2002; Duarte, 2001; Novaes, 2001).

A natureza e utilização dos extratos e as condições oferecidas pelo acondicionamento da aguardente de cana em embalagens de PET mostram-se positivamente relacionados com os índices de redução de aldeídos verificados no processo de maturação, bem como o incremento de ácidos orgânicos não voláteis (acidez fixa) analisados através da Tabela 7.

As determinações de álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico na aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho estão apresentadas na Tabela 10.

Conforme a Tabela 8 do Apêndice, durante o período de maturação de 12 meses de aguardente em embalagens de PET e vidro, o álcool isoamílico foi dos álcoois superiores a fração mais afetada pelas fontes de variação implementadas. A natureza e volume das embalagens, a dosagem de extrato e o tempo influenciaram significativamente ($p \leq 0,05$) na variação dos incrementos observados. O teor de álcool isobutílico foi influenciado significativamente ($p \leq 0,05$) pela dosagem de extrato e tempo de maturação (Tabela 9 do Apêndice) e o teor de álcool n-propílico, apenas pela dosagem de extrato (Tabela 10 do Apêndice).

Tabela 10. Alcoois superiores de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

ALCOOIS SUPERIORES												
Tratamento ²	isoamílico ¹				isobutílico ¹				n-propílico ¹			
	Tempo de maturação (meses)											
	0	4	8	12(36)[48]	0	4	8	12(36)[48]	0	4	8	12(36)[48]
VDR0		182,17 ^a	182,20 ^a	182,35 ^a D		58,45 ^a	58,35 ^a	58,41 ^a B		58,12 ^a	58,11 ^a	58,12 ^a A
P250.0	182,20 ^a	182,85 ^a	183,37 ^a	184,42 ^a ABCD	58,40 ^a	58,65 ^a	58,92 ^a	59,05 ^a AB	58,10 ^a	58,15 ^a	58,22 ^a	58,27 ^a A
P2.0		182,75 ^a	183,20 ^a	183,90 ^a BCD		58,47 ^a	58,70 ^a	58,95 ^a AB		58,18 ^a	58,23 ^a	58,30 ^a A
P20.0		183,50 ^a	184,35 ^a	185,10 ^a ABCD		58,55 ^a	58,65 ^a	58,82 ^a AB		58,22 ^a	58,30 ^a	58,37 ^a A
VDR.20		182,74 ^a	183,50 ^a	183,67 ^a BCD		58,53 ^a	58,57 ^a	58,65 ^a AB		58,35 ^a	58,42 ^a	58,47 ^a A
P250.20	182,70 ^a	183,12 ^a	183,87 ^a	184,90 ^a ABCD	58,47 ^a	58,72 ^a	58,85 ^a	59,14 ^a AB	58,30 ^a	58,35 ^a	58,43 ^a	58,47 ^a A
P2.20		183,05 ^a	183,65 ^a	184,60 ^a ABCD		58,55 ^a	58,70 ^a	58,95 ^a AB		58,35 ^a	58,41 ^a	58,47 ^a A
P20.20		183,50 ^a	184,60 ^a	185,45 ^a ABCD		58,51 ^a	58,75 ^a	58,97 ^a AB		58,35 ^a	58,41 ^a	58,50 ^a A
VDR40		183,38 ^a	184,24 ^a	184,35 ^a ABCD		58,65 ^a	58,72 ^a	58,78 ^a AB		58,47 ^a	58,52 ^a	58,57 ^a A
P250.40	183,18 ^a	183,87 ^a	184,23 ^a	185,78 ^a ABCD	58,59 ^a	58,71 ^a	58,95 ^a	59,36 ^a AB	58,42 ^a	58,51 ^a	58,60 ^a	58,69 ^a A
P2.40		183,48 ^a	184,12 ^a	185,40 ^a ABCD		58,75 ^a	59,07 ^a	59,38 ^a AB		58,49 ^a	58,55 ^a	58,62 ^a A
P20.40		183,72 ^a	184,83 ^a	185,98 ^a ABCD		58,75 ^a	58,97 ^a	59,15 ^a AB		58,51 ^a	58,59 ^a	58,64 ^a A
VDR.60		184,27 ^a	184,47 ^a	185,21 ^a ABCD		58,90 ^a	59,02 ^a	59,10 ^a AB		58,64 ^a	58,70 ^a	58,79 ^a A
P250.60	183,97 ^a	184,17 ^a	184,87 ^a	186,52 ^a ABC	58,82 ^a	59,05 ^a	59,35 ^a	59,63 ^a AB	58,55 ^a	58,61 ^a	58,68 ^a	58,75 ^a A
P2.60		184,58 ^a	185,53 ^a	186,91 ^a AB		58,95 ^a	59,12 ^a	59,42 ^a AB		58,62 ^a	58,69 ^a	58,76 ^a A
P20.60		184,17 ^a	185,07 ^a	186,47 ^a ABCD		58,95 ^a	59,10 ^a	59,46 ^a AB		58,61 ^a	58,68 ^a	58,79 ^a A
BRL	182,20	182,40	182,54	182,77 ^a CD (187,60) AB [188,12] A	58,40	58,57	58,63	58,82 ^a AB (59,97) AB [60,53] A	58,10	58,10	58,15	58,18 ^a A (58,75) A [59,12] A

1. mg/100mL de álcool anidro;

2. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET de volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___, 0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

Médias com letras minúsculas distintas, na mesma coluna, em cada dosagem, diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$);

Médias com letras maiúsculas distintas diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

- Capítulo 3 -

A incorporação de extrato de carvalho não representou incrementos significativos ($p \leq 0,05$) nos teores de álcoois superiores (mg/100mL álcool anidro) na aguardente de cana matriz (sem extrato).

As embalagens de PET, aos 12 meses de maturação, na média das dosagens de extrato e volumes das embalagens utilizadas, refletiu incrementos de 1,4, 1,1 e 0,4%, respectivamente, nos teores de álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico. As médias, em cada dosagem, não diferiram significativamente entre si ($p \leq 0,05$) ao longo do período. Aos 12 meses, incluindo os resultados da aguardente maturada em barris de carvalho, entre 12 a 48 meses, somente o álcool isoamílico mostrou diferença significativa pelo teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

A aguardente acondicionada em vidro, sem extrato, manteve relativamente estáveis os teores de álcoois superiores, durante os 12 meses de maturação. Aquela com a incorporação de extratos, sem revelar comportamento relevante entre as dosagens utilizadas, proporcionou acréscimos médios de 0,6, 0,4 e 0,3% de álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico, respectivamente.

Os álcoois superiores constituem a fração de compostos orgânicos secundários ou congêneres da aguardente de cana de maior estabilidade físico-química em processos de maturação (Boscolo *et al.*, 2000; Boscolo, 1996).

Os incrementos aparentes observados, notadamente com a incorporação de extrato, mostraram a importância relativa da incorporação de extrato na maturação da aguardente na alteração do perfil destes compostos e estabilização da bebida, observados os limites permitidos pela legislação, no máximo de 300mg/100ml de álcool anidro (Brasil, 1974).

- Capítulo 3 -

Os acréscimos aparentes de álcoois superiores verificados não estão *a priori* relacionados com a ocorrência de transformações químicas durante o processo de maturação. A variação poder estar relacionada ao efeito de sua concentração, notadamente nas embalagens de PET, a exemplo do teor alcoólico, por evaporação da água (Tabela 4) ou agregados pela adição de extrato na aguardente ou maturação em barris de carvalho.

A dinâmica global de alterações químicas na composição orgânica da aguardente durante o processo de maturação pode ser analisada pelo comportamento da fração ésteres totais, cujos resultados estão apresentados na Tabela 11.

De acordo com a Tabela 11 do Apêndice, a variação de ésteres totais na aguardente durante o período de 12 meses de maturação em embalagens de PET e vidro foi influenciada significativamente ($p \leq 0,05$) pela natureza e volume das embalagens, dosagem de extrato e tempo de maturação.

A incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato/L de aguardente agregou ésteres totais (mg de acetato de etila/100mL de álcool anidro) na aguardente base (sem extrato) com teor inicial de 12,10 para 12,90, 13,60 e 13,80, respectivamente.

As embalagens de PET de 0,250L, aos 12 meses de maturação, mostraram os maiores incrementos relativos de ésteres totais. Associadamente os volumes de 2 e 20L, nessa ordem, na média das dosagens de extrato utilizadas, caracterizaram, respectivamente, acréscimos de 24,4, 19,5 e 16,0%. A maturação da aguardente sem a incorporação de extrato mostrou igualmente incrementos, porém menores, de 9,5, 9,1 e 8,3%, respectivamente.

Tabela 11. Ésteres totais de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

TRATAMENTO ²	ÉSTERES ¹				
	Tempo de maturação (meses)				
	0	4	8	12 (36) [48]	
VDR.0		12,30 ^a	12,60 ^a	12,90 ^a	H
P250.0	12,10 ^a	12,50 ^a	12,90 ^a	13,25 ^a	I
P2.0		12,40 ^a	12,80 ^a	13,20 ^a	I
P20.0		12,35 ^a	12,70 ^a	13,10 ^a	I
VDR.20		13,05 ^a	13,60 ^a	14,45 ^a	I
P250.20	12,90 ^a	13,40 ^a	15,45 ^a	15,95 ^a	DEF
P2.20		13,55 ^a	14,25 ^a	15,10 ^a	FGH
P20.20		13,20 ^a	13,85 ^a	14,85 ^a	GH
VDR.40		13,95 ^a	14,65 ^a	15,40 ^a	EFGH
P250.40	13,60 ^a	14,10 ^a	15,10 ^a	16,90 ^a	CD
P2.40		14,35 ^a	15,25 ^a	16,30 ^a	DE
P20.40		14,05 ^a	14,95 ^a	15,75 ^a	EFG
VDR.60		14,25 ^a	15,80 ^a	14,49 ^a	H
P250.60	13,80 ^a	14,65 ^a	15,55 ^a	17,30 ^a	C
P2.60		14,45 ^a	15,50 ^a	16,80 ^a	CD
P20.60		14,35 ^a	15,15 ^a	16,15 ^a	DE
BRL	12,10	12,60	12,93	13,17 (18,20) _B [20,15] _A	I

1. mg de acetato de etila/100mL de álcool anidro;

2. VDR = embalagens de vidro; P = embalagens de PET; BRL = barril de carvalho;

P250, P2 e P20 = PET de volume de 0,250, 2 e 20L, respectivamente;

___.0, 20, 40 e 60 = aguardente de cana com 0, 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L, respectivamente;

Médias com letras minúsculas distintas, na mesma coluna, em cada dosagem, diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$);

Médias com letras maiúsculas distintas diferem significativamente entre si pelo Teste de Duncan ($p \leq 0,05$).

O comportamento verificado ressaltou a influência positiva das propriedades estruturais das embalagens de PET na maturação da aguardente de cana para o desenvolvimento destes compostos. A relação área/volume e a taxa de permeabilidade ao oxigênio (TPO₂) (Tabela 3) foram fatores determinantes para tal, entre outros.

- Capítulo 3 -

O incremento de ésteres na aguardente acondicionada em vidro, durante 12 meses, de 6,6%, sem extrato, e de 13,3%, na média dos tratamentos com incorporação de extrato, mostrou que as condições de hermeticidade relativas propiciadas pelas embalagens de vidro permitiram a ocorrência, ainda que em menor escala do que nas embalagens de PET, de processos físico-químicos inerentes à maturação, cujo reconhecimento deve ser considerado na estabilização e comercialização da bebida.

A bebida maturada durante 12 meses em embalagens PET com a incorporação de extrato mostrou teores intermediários aos verificados com a maturação em barris de carvalho por período superior a 12 até 36 meses. Boscolo (1996) observou a variação de incremento de ésteres totais de 19,6% durante estudo de maturação de 37 meses em barris de carvalho.

Considerando que as condições de temperatura ambiente média variando entre 25 a $30 \pm 5^\circ\text{C}$, de umidade relativa do ar média de $35 \pm 12\%$ e de luminosidade média diária de $493 \pm 132 \text{lux}/12 \pm 3 \text{h}$ conduzidas no trabalho refletem em grande parte aquelas existentes na comercialização da bebida, pondera-se que a manutenção da aguardente de cana em vidro não garante a estabilização físico-química da bebida, possibilitando melhorar sua qualidade, pela ocorrência de esterificação de seus compostos, entre outras alterações na sua composição.

As operações desenvolvidas na elaboração do extrato com a mesma matriz alcoólica utilizada na maturação da aguardente de cana pode ter influenciado positivamente o desenvolvimento preliminar de ésteres no extrato, que associados com aqueles desenvolvidos durante o período de maturação, consolidaram os resultados observados na bebida com incorporação de extrato.

Sendo a fração ésteres totais da composição orgânica secundária ou de congêneres da aguardente, diretamente influenciada pelas variáveis de maturação

- *Capítulo 3* -

implementadas, e intrinsecamente relacionada com o melhoramento qualitativo global da bebida, os comportamentos analisados respaldam o sistema de maturação conduzido em embalagens de PET, bem como o processo de obtenção e formulação do extrato utilizado (Capítulo 2), cujo valor qualitativo agregado deverá ser avaliado sensorialmente, conforme Capítulo 4.

4. CONCLUSÕES

A incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato por litro de aguardente de cana, obtido pela maceração da madeira de carvalho com a mesma matriz alcoólica de origem da aguardente de cana alterou significativamente ($p \leq 0,05$) o perfil físico-químico da bebida, agregando cor e compostos fenólicos totais, diminuindo o pH, aumentando a acidez total, volátil e fixa, as frações orgânicas de aldeídos, ésteres totais e de álcoois superiores isoamílico, isobutílico e n-propílico.

A maturação de aguardente durante 12 meses pelo acondicionamento em embalagens de PET, associadamente com a incorporação de extrato de madeira de carvalho, alterou o perfil físico-químico da bebida, diminuindo a acidez total e volátil e o teor de aldeídos totais e incrementando a acidez fixa, os teores de álcoois isoamílico, isobutílico e n-propílico e de ésteres totais.

O período de 12 meses de maturação de aguardente de cana em embalagens de PET com a incorporação de extrato de carvalho propiciou o desenvolvimento de parâmetros físico-químicos similares aos obtidos com a maturação em barris de carvalho, com exceção da acidez, por período de maturação superior a 12 e inferior a 48 meses.

Os embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L, nessa ordem, associaram menores índices de perdas de massa e maiores incrementos de ésteres totais, durante o período de 12 meses de maturação de aguardente de cana, comparativamente à bebida maturada em embalagens de vidro.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALMEIDA, J.R.; VALSECCHI, O.; NOVAIS, R.F. Envelhecimento das aguardentes. In: **Anais da ESALQ/USP**. Piracicaba: ESALQ/USP, v.4, p.11-83, 1947.

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard test method for permeability of thermoplastic containers to packaged reagents or proprietary products – ASTM D2684-95**. Philadelphia: ASTM, 2001a. 4p

ASTM - AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard test method for density of plastics density gradient technique – ASTM D1505-8e1**. Philadelphia: ASTM, 2001b. 7p.

ARUOMA, O.L.; MURCIA, A.; BUTLER, J.; HALLIWELL, B. Evaluation of the antioxidant and prooxidant actions of gallic acid and its derivatives. **J. Agric. Food Chem.**, n.41, p.1880-1885, 1993.

AOAC - ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 16^a ed. Washington: Horwitz, W. 1997.

BETTIN, S.M.; ISIQUE, W.D.; FRANCO, D.W.; ANDERSEN, M.L.; KNUDSEN, S.; SKIBSTED, L.H. Phenols and metals in sugar-cane spirits. Quantitative analysis and effect on radical formation and radical scavenging. **Eur. Food Res. Technol.**, n.215, p.169-175, 2002.

BIZELLI, L.C.; RIBEIRO, C.A.F.; NOVAES, F.V. Dupla destilação da aguardente de cana: teores de acidez total e de cobre. **Scientia Agricola**, v.57, n.4, 2000. <disponível em://http:www.scielo.br>. Acesso em: 26 jan. 2004.

BIZELLI, L.C. **Influência da condução da dupla destilação nas características físico-químicas e sensoriais da aguardente de cana**. 2000. 61p. Dissertação (Mestrado) – Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2000.

BOSCOLO, M. **Estudo sobre envelhecimento de aguardente de cana-de-açúcar**. 1996. 83p. Dissertação (Mestrado) - USP/Instituto de Química de São Paulo. São Carlos, 1996.

BOSCOLO, M.; BEZERRA, C.W.B.; CARDOSO, D.R.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. Identification and dosage by HRGC of minor alcohols and esters in brazilian sugar-cane spirit. **J. Braz. Chem. Soc.**, v.11, n.1, p.86-90, 2000.

BOWEN, D.; BENNING, J.; BRONZERT, C.; ELLISON, A. **Process for preparing an oak wood extract and distillate**. USA 5.356.641, 18 out. 1994.

BOZA, Y.E.A.G. **Influência da condução da destilação sobre a composição e a qualidade sensorial da aguardente de cana**. 1996. 143p. Dissertação (Mestrado) - USP/ESALQ, Piracicaba, 1996.

BRASIL. Decreto nº 4.851, de 2 de outubro de 2003. Altera dispositivos do Regulamento aprovado pelo Decreto nº 2.314, de 4 de setembro de 1997, que dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção e a fiscalização de bebidas. **Senado Federal**. Disponível em: <<http://www.senado.gov.br>>. Acesso em: 22 dez. 2003.

BRASIL. Decreto nº 2.314, de 4 de setembro de 1997. Regulamenta a Lei nº8.918, de 14 de julho de 1994, que dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção, a produção e a fiscalização de bebidas. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 5 set. 1997. Seção I, p.19.549-19.561.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Portaria nº 371, de 9 de setembro de 1974. Complementação dos padrões de identidade e qualidade para aguardente de cana ou caninha. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 19 set., 1974. Seção I, Parte I (Suplemento), 36-37.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Portaria nº 076, de 27 de novembro de 1986. Métodos Oficiais de análise para destilados alcoólicos, destilados retificados e alcoólicos por mistura. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 3 dez., 1986. Seção 1, p.18152-18173.

BRAVO, L. Polyphenols: chemistry, dietary sources, metabolism, and nutritional significance. **Nutrition Reviews**, v.56, n.11, p.317-333, 1998.

BRODY, A.L. Strategies for polyester packaging. **Food Technology**, v.55, n.2, p.68-69, 2001.

BROWN, W.E. Barrier design. In: _____. **Plastic in food packaging: properties, design and fabrication**. New York: Marcel Dekker, Cap. 8. p.293-357, 1992.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Perfil sensorial e características físico-químicas de aguardentes comerciais brasileiras envelhecidas e sem envelhecer. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, n.3, p.31-40, 2000.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Modificações físico-químicas e sensoriais de aguardente de cana durante o envelhecimento em tonel de carvalho (*Quercus alba*, L.). **Boletim CEPPA**, Curitiba, v.15.n.2, p.87-100, 1997.

CONNER, J.M.; PATERSON, A.; PIGGOTT, J.R. Changes in wood extractives from oak cask staves through maturation of scotch malt whisky. **J. Sci. Food Agric.**, v.62, p.169-174, 1993.

CORREA, C.P.A. **Avaliação da influência de embalagens na qualidade da aguardente de cana-de-açúcar**. 2001. 111p. Dissertação (Mestrado) - UNICAMP/Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2001.

CHUNG, K.; WONG, T.Y.; WEI, C.; HUANG, Y.; LIN, Y. Tannins and human health: a review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**. v.38, n.6, p.421-464, 1998.

DUARTE, G.M.B. **Determinação do limiar de detecção absoluto e avaliação dos níveis residuais de acetaldeído em águas minerais acondicionadas em garrafas de polietileno tereftalato (PET)**. 2001. 85p. Dissertação (Mestrado) – UNICAMP/Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 2001.

FOOD JOURNAL OF THE SOUTH AFRICAN ASSOCIATION FOR FOOD SCIENCE 7 TECHNOLOGY. Message in a bottle... in a can... and in PET.... **Food Review**, v.29, n.5, p. 19-21, 2002.

FURTADO, S.M.B. **Avaliação sensorial descritiva de aguardente de cana. Influência da composição em suas características sensoriais e correlação entre as medidas sensoriais e físico-químicas**. 1995. 100p. Tese (Doutorado) - UNICAMP/Faculdade de Engenharia de Alimentos, Campinas, 1995.

GARCIA, E.E.C.; PADULA, M.; SANTÓPOULOS, C.I.G.L. **Embalagens plásticas: propriedades de barreira**. Campinas: Ital/Cetea, 1989. 43p.

GODDARD, K. The potential of PET. **Food Manufacture**, v.61, n.9, p. 22-25, 1986.

LITCHEV, V. Influence of oxidation processes on the development of the taste and flavor of wine distillates. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.40, n.1, p.31-35, 1989.

MAGA, J.A. The contribution of wood to the flavor of alcoholic beverages. **Food Reviews International**, v.5, n.1, p.39-99, 1989.

MARTINEZ, R.G.; SERRANA, H.L.G.; MIR, M.V.; MARTINEZ, M.C.L. Evolución de los parámetros físico-químicos en aguardientes macerados con madera de roble: influencia del tiempo de maceración. **Alimentaria**, jul./ago., p.111-117, 1997.

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

MOURGES, J.; JOURET, C.; MOUTOUNET, M. Détermination du taux d'oxygène dissous et du potentiel oxydo-réducteur des eaux-de-vie d'armagnac au cours de leur maturation. **Ann. Technol. Agric.**, v.22, n.2, p.75-90, 1973.

NASCIMENTO, F.R.; MARQUES, J.C.; LIMA NETO, B.S.; KEUKELEIRE, D.; FRANCO, D.W. Qualitative and quantitative high-performance liquid chromatographic analysis of aldehydes in Brazilian sugar cane spirits and other distilled alcoholic beverages. **Journal of Chromatography A**, 782, p.13-23, 1997.

NASCIMENTO, R.F.; CARDOSO, D.R.; KEUKELEIRE, D.; LIMA-NETO, B.S.; FRANCO, D.W. Quantitative HPLC analysis of acids in brazilian cachaças and various spirits using fluorescence detection of their 9-anthrylmethyl esters. **J. Agric. Food Chem.**, v.48, n.12, p.6070-6073, 2000.

NISHIMURA, K.; MATSUYAMA, R. Maturation and maturation chemistry. In: PIGGOTT, R.J.; SHARP, R.; DUNCAN, R.E.B. **The science and technology of whiskies**. London: Logman Scientific & Technical, p.235-263, 1989.

NISHIMURA, K.; OHNISHI, M.; MASUDA, M.; KOGA, K.; MATSUYAMA, R. Reactions of wood components during maturation. In: PIGOTT, J.R. **Flavour of distilled beverages: origin and development**. Chichester: Ellis Horwood Limited, p.241-255, 1983.

NOBLE, A.C. Bitterness and astringency in wine. In: ROUSEFF, R.L. **Bitterness in foods and beverages**. Elsevier: New York, 1990.

NOVAES, F.V. Cachaça de alambique x aguardente "industrial". **Engarrafador Moderno**, São Paulo, p.46-49, 2002.

NOVAES, F.V. Como controlar a qualidade da cachaça. **Engarrafador Moderno**, n.85, p.24-30, 2001.

PETERS, J.W.; HEUER, R. Plastic bottles reshape food packaging's future. **Packaging**, v.29, n.1, p.31-38, 1984.

PUECH, J-L. Phenolic compounds in oak wood extracts used in the ageing of brandies. **J. Sci. Food Agric.**, v.42, p.165-172, 1988.

PUECH, J-L; MOUTOUNET, M. Phenolic Compounds in an ethanol-water extract of oak wood and in a brandy. **Lebensm. - Wiss.u-Technol.**, v.25, n.4, p.350-352, 1992.

REAZIN, G.H. Chimica dell'invecchiamento del whisky in fusti di legno. **Industrie delle Bevande**, ano 10, n.3, p.203-208, 1980.

- Capítulo 3 -

SIEBALD, H.G.L.; CANUTO, M.H.; DE LIMA, G.M.; DA SILVA, J.B.B. Alguns aspectos toxicológicos da cachaça. **Informe Agropecuário**, v.23, n.217, p.59-62, 2002.

SILVA, P.H.A.; NÓBREGA, I. Physical-chemical characterization of commercial brands of brazilian sugar cane spirit. **Technical Quarterly**, v.38, n.3, p.163-166, 2001.

SINGLETON, V.L. Maturation of wines and spirits: comparisons, facts, and hypotheses. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.46, n.1, p.98-115, 1995.

SINGLETON, V.L. Oxygen with phenols and related reactions in musts, wines, and model systems: observations and practical implications. **Am. J. Enol. Vitic.**, v.38, n.1, p.69-77, 1987.

TRITTON, S.M. **Spirits, aperitifs and liqueurs: their production**. London: Faber and Faber, 1975. 82 p.

WINSTAT Sistema de Análise Estatística. Pelotas: Universidade Federal de Pelotas, Núcleo de Informática Aplicada, 1984.

ZIMLICH, III; JOSEPH, A. **Process for producing an extract of an accelerated oak aged alcoholic concentrate**. USA 6.344.226, 5 fev. 2002.

ZIMLICH, III; JOSEPH, A. **Oak aged alcoholic beverage extract**. USA 6.132.788, 17 out. 2000.

6. APÊNDICE

Tabela 1. Análise de variância dos resultados de teor alcoólico real de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	3,268	1,089	14,227	0,00003	0,252
Dosagem (D)	3	6,589	2,196	28,683	0,00001	
R x D	9	0,184	0,020	0,267	0,97850	
Resíduo (A)	32	2,450	0,076			
Parcelas	47	12,492				0,298
Tempo (T)	3	7,955	2,651	98,931	0,00001	
R x T	9	2,041	0,226	8,462	0,00001	
D x T	9	0,152	0,016	0,633	0,76693	
R x D x T	27	0,135	0,005	0,187	0,99997	
Resíduo (B)	96	2,573	0,026			
Total	191	25,351				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

Tabela 2. Análise de variância dos resultados de pH de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	0,382	0,127	2,018	0,12996	3,055
Dosagem (D)	3	4,521	1,507	23,867	0,00001	
R x D	9	0,039	0,043	0,696	0,70859	
Resíduo (A)	32	2,020	0,063			
Parcelas	47	7,320				5,770
Tempo (T)	3	5,879	1,959	34,812	0,00001	
R x T	9	0,255	0,028	0,504	0,86806	
D x T	9	0,417	0,046	0,824	0,59626	
R x D x T	27	0,429	0,015	0,282	0,99964	
Resíduo (B)	96	5,404	0,056			
Total	191	19,707				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

- Capítulo 3 -

Tabela 3. Análise de variância dos resultados de acidez fixa de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	13,044	4,348	142,498	0,00001	2,815
Dosagem (D)	3	614,557	204,852	6713,382	0,00001	
R x D	9	6,808	0,756	24,792	0,00001	
Resíduo (A)	32	0,976	0,030			
Parcelas	47	635,387				4,659
Tempo (T)	3	21,484	7,161	342,673	0,00001	
R x T	9	5,524	0,613	29,370	0,00001	
D x T	9	17,036	1,892	90,574	0,00001	
R x D x T	27	3,666	0,135	6,498	0,00001	
Resíduo (B)	96	2,006	0,020			
Total	191					

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

Tabela 4. Análise de variância dos resultados de acidez volátil de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	17,776	5,925	91,762	0,00001	0,751
Dosagem (D)	3	22,475	7,491	116,017	0,00001	
R x D	9	10,376	1,152	17,854	0,00001	
Resíduo (A)	32	2,066	0,064			
Parcelas	47	52,694				1,252
Tempo (T)	3	33,731	11,243	250,456	0,00001	
R x T	9	7,276	0,808	18,009	0,00001	
D x T	9	26,354	2,928	65,226	0,00001	
R x D x T	27	5,370	0,198	4,430	0,00001	
Resíduo (B)	96	4,309	0,044			
Total	191	129,738				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

- Capítulo 3 -

Tabela 5. Análise de variância dos resultados de acidez total de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	1,092	0,364	7,178	0,00109	0,562
Dosagem (D)	3	494,027	164,675	3246,743	0,00001	
R x D	9	0,721	0,0801	1,579	0,16336	
Resíduo (A)	32	1,623	0,0507			
Parcelas	47	497,464				1,009
Tempo (T)	3	1,247	0,415	10,190	0,00005	
R x T	9	0,511	0,056	1,391	0,20216	
D x T	9	1,237	0,137	3,368	0,00154	
R x D x T	27	0,523	0,019	0,475	0,98519	
Resíduo (B)	96	3,917	0,040			
Total	191	504,900				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

Tabela 6. Análise de variância dos resultados de compostos fenólicos totais de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	89,595	29,865	32,399	0,00001	0,895
Dosagem (D)	3	256537,063	85512,354	92769,651	0,00001	
R x D	9	83,332	9,259	10,045	0,00001	
Resíduo (A)	32	29,496	0,921			
Parcelas	47	256739,488				1,230
Tempo (T)	3	329,982	109,994	252,517	0,00001	
R x T	9	34,267	3,807	8,741	0,00001	
D x T	9	230,420	25,602	58,776	0,00001	
R x D x T	27	36,980	1,369	3,144	0,00007	
Resíduo (B)	96	41,816	0,435			
Total	191	2574112,955				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

- Capítulo 3 -

Tabela 7. Análise de variância dos resultados de aldeídos totais de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	73,377	24,459	111,741	0,00001	1,653
Dosagem (D)	3	26,902	8,967	40,968	0,00001	
R x D	9	0,626	0,069	0,318	0,96272	
Resíduo (A)	32	7,004	0,218			
Parcelas	47	107,910				2,974
Tempo (T)	3	254,335	84,778	478,539	0,00001	
R x T	9	56,901	6,322	35,687	0,00001	
D x T	9	1,471	0,163	0,923	0,50926	
R x D x T	27	0,866	0,032	0,181	0,99998	
Resíduo (B)	96	17,007	0,177			
Total	191	438,494				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

Tabela 8. Análise de variância dos resultados de álcool isoamílico de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	16,745	5,581	4,990	0,00617	0,288
Dosagem (D)	3	79,630	26,543	23,729	0,00001	
R x D	9	10,176	1,130	1,010	0,45255	
Resíduo (A)	32	35,794	1,118			
Parcelas	47	142,347				0,288
Tempo (T)	3	105,020	35,006	124,401	0,00001	
R x T	9	11,573	1,285	4,569	0,00013	
D x T	9	1,777	0,197	0,701	0,70732	
R x D x T	27	6,812	0,252	0,896	0,61475	
Resíduo (B)	96	27,014	0,281			
Total	191					

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

- Capítulo 3 -

Tabela 9. Análise de variância dos resultados de álcool isobutílico de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	2,189	0,729	1,298	0,29148	0,638
Dosagem (D)	3	6,682	2,227	3,961	0,01631	
R x D	9	0,189	0,021	0,037	0,99992	
Resíduo (A)	32	17,993	0,562			
Parcelas	47	27,055				0,742
Tempo (T)	3	7,593	2,531	13,292	0,00001	
R x T	9	0,939	0,104	0,548	0,83623	
D x T	9	0,175	0,019	0,102	0,99913	
R x D x T	27	0,557	0,020	0,108	1,00000	
Resíduo (B)	96	18,281	0,190			
Total	191	54,602				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

Tabela 10. Análise de variância dos resultados de álcool n-propílico de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	0,102	0,034	0,068	0,97561	0,606
Dosagem (D)	3	0,257	20,85	4,159	0,01342	
R x D	9	0,456	0,050	0,101	0,99902	
Resíduo (A)	32	16,046	0,501			
Parcelas	47	22,862				0,478
Tempo (T)	3	0,610	0,203	2,607	0,05503	
R x T	9	0,249	0,027	0,355	0,95265	
D x T	9	0,633	0,070	0,902	0,52734	
R x D x T	27	0,754	0,027	0,358	0,99802	
Resíduo (B)	96	7,490	0,078			
Total	191	32,601				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

- Capítulo 3 -

Tabela 11. Análise de variância dos resultados de ésteres totais de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro sem e com extrato de madeira de carvalho, durante 12 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F	C.V. (%)
Recipiente (R)	3	9,719	3,239	13,632	0,00004	1,735
Dosagem (D)	3	166,644	55,548	233,739	0,00001	
R x D	9	2,204	0,244	1,030	0,43807	
Resíduo (A)	32	7,604	0,237			
Parcelas	47	186,173				2,243
Tempo (T)	3	115,994	38,664	389,341	0,00001	
R x T	9	9,036	1,004	10,110	0,00001	
D x T	9	10,829	1,203	12,116	0,00001	
R x D x T	27	8,654	0,320	3,227	0,00005	
Resíduo (B)	96	9,533	0,099			
Total	191	340,222				

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação.

Capítulo 4

**Aceitabilidade de aguardente de cana composta
com extrato de carvalho maturada em embalagens de PET**

RESUMO

FORLIN, F.J. **Aceitabilidade de aguardente de cana composta com extrato de carvalho maturada em embalagens de PET**. Campinas. 2005. 176p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

A avaliação sensorial da aguardente de cana constitui importante ferramenta no controle dos processos envolvidos na sua elaboração e maturação. Cinquenta e sete amostras de aguardentes de cana maturadas sem extrato e com as dosagens de extrato de carvalho de 20, 40 e 60mL/L em recipientes de PET e vidro, durante 4, 8 e 12 meses, e em barris de carvalho, durante 4, 8, 12, 36 e 48 meses, foram submetidas ao teste de aceitabilidade com 81 consumidores da bebida, oriundos de uma população de 253 consumidores, recrutados por questionário de avaliação quanto a sua afetividade. Os consumidores avaliaram as amostras servidas em volumes médios de 10mL, à temperatura ambiente, de forma monádica, em cabines individuais, em taças de vidro tipo tulipa, cobertas com vidro de relógio, tendo à disposição água e biscoitos tipo água-e-sal. As respostas para os atributos avaliados de cor, aroma, sabor e impressão global (IG) foram manifestadas sobre escala hedônica não estruturada de 9cm ancorada na extremidade esquerda pelo termo “desgostei muitíssimo” e à direita pelo termo “gostei muitíssimo”. Os resultados da avaliação de aceitação foram submetidos à análise estatística de variância e teste de Tukey ($p \leq 0,10$) de comparação de médias. A aceitabilidade do atributo IG foi também analisada através de Mapa de Preferência Interno (MDPREF). A aguardente de cana maturada em recipientes de PET com a incorporação de extrato de carvalho durante 12 meses mostrou similar aceitabilidade da maturada em barris de carvalho entre 12 até 48 meses. A incorporação de dosagens de extrato de 20, 40 e 60mL/L na aguardente acondicionada em PET e vidro, crescentemente, nessa ordem, mostrou incrementos significativos ($p \leq 0,10$) da sua aceitação, independentemente do tempo de maturação. O atributo cor originado pelas distintas dosagens de extrato incorporado à bebida associou as melhores avaliações de aceitabilidade pelos consumidores, seguido dos atributos aroma, IG e sabor.

Palavras-chave: aguardente de cana; análise sensorial; aceitabilidade; maturação; PET; extrato de carvalho.

ABSTRACT

FORLIN, F.J. **Acceptability of brazilian sugar-cane spirit matured with oak extract in PET packages.** Campinas. 2005. 176p. Thesis (Doctor in Food Technology) – Faculty of Food Engineering, State University of Campinas, Campinas, 2005.

The sensory evaluation of brazilian sugar-cane spirit (cachaça) constitutes an important tool for the control of the processes involved in its elaboration and maturation. The utilization of affective methods shows efficiency as a means of evaluation of the acceptability of cachaça by consumers, as well as its quality. Fifty-seven samples of cachaça matured without extract and with 20, 40 and 60ml/L oak extract in PET and glass packages, during 4, 8 and 12 months, and in oak barrels during 4, 8, 12, 36 and 48 months, were submitted to an acceptability test with 81 consumers out of a population of 253 cachaça consumers enlisted through an evaluation questionnaire concerning their affectivity. The consumers evaluated samples of the drink served in average volumes of 10mL at environment temperature, in a monadic way, in individual cabins. The beverage was served in glass cups of the tulip type, covered with watch glass; the consumers had at their disposal water and cream-cracker biscuits. The responses in relation to the attributes colour, aroma, flavour, and global impression (GI) were manifested on 9cm non-structured hedonic scale for each attribute, anchored on the left end by the term “disliked very much” and on the right, by the term “liked very much”. The acceptance evaluation was submitted to statistic analysis of variance and the averages were compared by the Tukey test ($p \leq 0.10$). The acceptability responses concerning the GI attribute were complementary evaluated by Multidimensional Preference Analysis (MDPREF) method. The maturation in PET packages with the incorporation of oak extract during 12 months showed similar acceptability in relation to the beverage matured in oak barrels during 12 to 36 months. The incorporation of oak dosages of 20, 40, 60mL/L, crescently, in this order, showed significant increment ($p \leq 0.10$) in the acceptance of the cachaça matured in PET and glass packages, independently of maturation time. The attribute colour originated by the distinct dosages of extract associated the better acceptability responses by the consumers, following by aroma, GI and flavour.

Key words: cachaça; sensorial analysis; acceptability; maturation; PET; oak extract.

1. INTRODUÇÃO

A avaliação sensorial caracteriza-se pela utilização dos órgãos dos sentidos para o desenvolvimento de estímulos cuja avaliação é tanto importante quanto os métodos físico-químicos, microbiológicos, entre outros, na avaliação quantitativa e qualitativa dos alimentos (Anzaldúa-Morales, 1994).

A análise sensorial constitui-se em importante ferramenta para o controle de qualidade na indústria de alimentos e bebidas porque reflete medidas multidimensionais integradas, com a vantagem de propiciar a identificação de diferenças perceptíveis, definir atributos sensoriais importantes de forma rápida, ser capaz de detectar particularidades não detectadas por outros procedimentos analíticos, além de avaliar a aceitação de produtos (Munhoz *et al.*, 1992).

Em bebidas destiladas a avaliação sensorial tem sido uma prática cada vez mais usual, considerando que estas bebidas são apreciadas hedonicamente, de forma seletiva e com hábitos de fidelidade. Sendo assim, os atributos sensoriais são preponderantes, diferentemente do que se verifica para os demais alimentos, onde o apelo nutricional é relevante (Dürr, 1989).

Aspectos relacionados à cultura, nível sócio-econômico, prazer, entre outros, são determinantes na escolha de bebidas pelos consumidores, os quais se constituem em potentes instrumentos na avaliação da sua qualidade (Dürr, 1989).

A valorização da aguardente de cana no mercado interno e externo por suas características exóticas e peculiares tem direcionado a produção da bebida no Brasil com foco na sua qualidade e valor agregado (Campelo, 2002).

A caracterização físico-química de bebidas destiladas, associada à sua análise sensorial, propicia a identificação de compostos responsáveis por uma

determinada resposta sensorial, possibilitando sua eliminação ou acentuação, com vistas ao aprimoramento da qualidade, aceitação e tipificação das bebidas (Odello, 2002; Franco, 2001; Odello, 2000; Cardello e Faria, 1997).

A qualidade sensorial da aguardente de cana, como de outras bebidas destiladas, é resultante de uma combinação complexa de substâncias químicas, onde a participação de inúmeros compostos minoritários definem peculiaridades específicas entre as bebidas, eficientemente identificadas por testes sensoriais adequados (Maia, 1994; Maga, 1989).

Os métodos aplicados em análises sensoriais podem ser discriminativos, descritivos ou afetivos. Estes últimos permitem avaliar o grau de aceitação de um produto junto aos consumidores para os quais a aceitabilidade é fator afetivo mais estreitamente relacionado às próprias experiências do que ao conhecimento de características intrínsecas do produto. A utilização de escalas hedônicas em testes afetivos tem sido destacada pela sua fácil compreensão junto aos consumidores e possibilitar uma manifestação de resposta coerente com o estímulo provocado (Stone e Sidel, 1993).

Novos processos de maturação de bebidas destiladas são validados na medida que melhoram as características sensoriais desenvolvidas na sua elaboração, pelo desenvolvimento e/ou incremento de compostos ao perfil original, melhorando a sua qualidade (Mosedale e Puech, 1998).

Este trabalho visa avaliar a aceitabilidade de aguardentes de cana compostas com extrato de carvalho maturadas em embalagens de PET, comparativamente a aguardentes de cana maturadas em vidro e barris de carvalho.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1. Aguardente de cana

Utilizaram-se 57 amostras de aguardentes de cana bidestiladas oriundas de estudo anterior (Capítulo 3): 5 maturadas em barris de carvalho durante 4, 8, 12, 36 e 48 meses; 12 maturadas em embalagens de vidro sem extrato e com a incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana, durante 4, 8 e 12 meses; 36 maturadas em embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L, sem extrato e com a incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana, durante 4, 8 e 12 meses; e 4 aguardentes de cana não maturadas, correspondendo ao tempo zero das aguardentes de cana utilizadas para a maturação em embalagens de PET, vidro e barris de carvalho (sem extrato de carvalho) e ao tempo zero das aguardentes de cana maturadas com 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana (vidro e PET).

2.2. Avaliação sensorial

As aguardentes de cana compostas com extrato de carvalho foram avaliadas sensorialmente por método afetivo, através de teste de aceitação (Stone e Sidel, 1993), no momento inicial e nos períodos de maturação de 4, 8 e 12 meses (aguardentes de cana maturadas em embalagens de PET e vidro) e de 4, 8, 12, 36 e 48 meses (aguardentes de cana maturadas em barris de carvalho).

A avaliação sensorial foi realizada no Laboratório de Análise Sensorial do Departamento de Tecnologia de Alimentos/FEA/UNICAMP (Campinas-SP), por 81 consumidores da bebida, maiores de 18 anos, não fumantes, residentes em Campinas-SP e região, recrutados conforme pesquisa *Consumo de Aguardente de Cana* (Quadro 1).

- Capítulo 4 -

Todas as amostras foram diluídas a 40% em volume a 20°C, com água destilada, e mantidas em período de repouso mínimo de 30 dias, antes de serem submetidas à análise sensorial.

Quadro 1. Ficha pesquisa de consumo aplicada no recrutamento dos consumidores de aguardente de cana

PESQUISA	
CONSUMO DE AGUARDENTE DE CANA	
Nome: _____	
Sexo: <input type="checkbox"/> Masculino <input type="checkbox"/> Feminino	
Idade: <input type="checkbox"/> até 25 anos <input type="checkbox"/> 26 a 35 anos <input type="checkbox"/> 36 a 45 anos <input type="checkbox"/> acima de 46 anos	
Naturalidade (Cidade/Estado ou País): _____	
Assinala quais destilados aprecias:	
<input type="checkbox"/> Aguardente de cana <input type="checkbox"/> Vodka <input type="checkbox"/> Uísque <input type="checkbox"/> Rum	
<input type="checkbox"/> Tequila <input type="checkbox"/> Sochu <input type="checkbox"/> Graspa ou bagaceira <input type="checkbox"/> Conhaque	
<input type="checkbox"/> Outros (especificar): _____	
Qual a tua freqüência de consumo de aguardente de cana:	
<input type="checkbox"/> Todos os dias <input type="checkbox"/> Finais-de-semana <input type="checkbox"/> Eventualmente	
Quantas doses de aguardente de cana consumes em média nestas ocasiões	
(1 dose = 50mL): _____	
Qual a tua preferência de consumo da aguardente de cana:	
<input type="checkbox"/> Pura (branca) <input type="checkbox"/> Envelhecida com madeiras	
<input type="checkbox"/> Em misturas (caipirinha, coquetéis, etc.)	
Numera os itens abaixo, em ordem de preferência, na escolha de uma	
aguardente de cana:	
<input type="checkbox"/> Cor <input type="checkbox"/> Aroma <input type="checkbox"/> Sabor <input type="checkbox"/> Embalagem <input type="checkbox"/> Preço <input type="checkbox"/> Aspecto geral	
Quanto te propões a pagar (em reais) por uma garrafa de aguardente de cana	
de tua preferência:	
<input type="checkbox"/> 1 a 5 <input type="checkbox"/> 5 a 10 <input type="checkbox"/> 10 a 20 <input type="checkbox"/> acima de 20	

As amostras foram fornecidas aos consumidores em cabines individuais, de forma monádica, num volume de 10mL, à temperatura ambiente, em cálice de

- Capítulo 4 -

vidro transparente, formato tulipa, coberto com vidro-relógio, retirado no momento da avaliação. Água potável e biscoitos tipo água-e-sal foram disponibilizados livremente durante a avaliação.

Os consumidores avaliaram cada amostra com a ficha apresentada no Quadro 2.

Quadro 2. Ficha utilizada na avaliação sensorial de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

TESTE DE ACEITAÇÃO	
Nome :	_____ Idade : _____ Data : ____/____/____
e-mail :	_____ Telefone: _____
AMOSTRA : _____	
Estás recebendo uma amostra de aguardente de cana sem maturação ou maturada sem ou com extrato de carvalho em embalagens de poliéster (PET) ou vidro ou em barris de carvalho. Por favor, manifesta tua opinião em relação aos atributos a seguir, assinalando sobre a escala:	
COR	Desgostei muitíssimo _____ Gostei muitíssimo
AROMA	Desgostei muitíssimo _____ Gostei muitíssimo
SABOR	Desgostei muitíssimo _____ Gostei muitíssimo
IMPRESSÃO GLOBAL	Desgostei muitíssimo _____ Gostei muitíssimo
•COMENTA E JUSTIFICA O QUE MAIS GOSTASTE E MENOS GOSTASTE NA AMOSTRA:	
+ Gostei / justifique: _____	
- Gostei / justifique: _____	
• OUTROS COMENTÁRIOS: _____	

A manifestação da intensidade de aceitação das amostras foi indicada sobre escala hedônica não estruturada de 9cm, individualmente, para os atributos cor, aroma, sabor e impressão global (IG), ancorada pelas expressões “desgostei

“gostei muitíssimo”, à esquerda, e “gostei muitíssimo”, à direita. Foi solicitado, ainda, ao provador o que havia mais gostado e menos gostado em cada amostra, bem como sua manifestação para outros comentários.

2.3. Análise estatística dos resultados

Os resultados de avaliação de cada amostra em relação aos atributos cor, aroma, sabor e impressão global (IG) foram submetidos à análise estatística de variância univariada (ANOVA) e teste de Tukey para a comparação de médias, a 10% de probabilidade ($p \leq 0,10$) (Statistica, 1995).

Complementarmente, os resultados do atributo IG da avaliação sensorial foram analisados pelo método Mapa de Preferência Interno (MDPREF) (Smith, 1990).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O consumo e a apreciação da aguardente de cana estão intrinsecamente relacionados com a sua qualidade sensorial.

No Quadro 3 estão apresentados os dados de caracterização dos consumidores recrutados para o teste de aceitação.

O perfil dos consumidores mostrou relativa representatividade de regiões produtoras de aguardente de cana e hábitos de consumo da bebida no País, inclusive do exterior, e de apreciação de outros destilados. Sabor (44%), aroma (36%), cor (38%), preço (25%), aspecto geral (29%) e embalagem (42%), em ordem decrescente de preferência, entre 253 consumidores que participaram do teste de aceitação (81 por amostra), caracterizaram os principais critérios por eles considerados na escolha de uma aguardente de cana.

A predisposição majoritária dos consumidores para gastar entre R\$5,00 e R\$20,00 por garrafa de aguardente de cana evidencia de certa forma a associação do custo com a qualidade, certamente em relação à aguardente de cana tradicionalmente vendida no varejo, onde predomina custo menor (em torno de R\$5,00) e uma bebida de qualidade inferior.

A caracterização dos consumidores torna-se importante na medida que possibilita inferir ou associar às respostas sensoriais a caracterização físico-química do produto, bem como a contextualização pela preferência de elementos para a sua tipificação, como de atendimento a mercados e classes de consumidores específicas (Cardello e Faria, 2000a; Stone e Sidel, 1993; Amerine *et al.*, 1965).

Quadro 3. Perfil de 253 consumidores de aguardente de cana [%]

		Sexo				
masculino [79]		feminino [21]				
Idade						
até 25 anos [70]		26 a 35 anos [13]		36 a 45 anos [9]		acima de 46 anos [8]
Naturalidade						
SP [59]	MG [12]	BA [4]	RS [5]	ES [1]	PR [4]	GO [3]
MT [1]	RN [1]	PA [1]	RJ [1]	Outros Países [8]		
Consumo de outros destilados, além de aguardente de cana						
vodka [69]		uísque [53]		rum [39]		tequila [55]
graspa ou bagaceira ou pisco [17]				conhaque [34]		sochu [1]
Frequência de consumo de aguardente de cana						
todos os dias [6]		finais-de-semana [28]			ocasionalmente [66]	
Consumo de aguardente de cana (1 dose = 50mL)						
até 1 dose [28]		de 1 até 5 [64]			mais do que 5 [8]	
Forma de consumo de aguardente de cana						
pura (branca) [13]		envelhecida com madeiras [38]			em misturas [49]	
Parâmetros, em ordem de preferência, na escolha de uma aguardente de cana						
		Ordem de preferência				
Parâmetro	1	2	3	4	5	6
Cor	[15]	[13]	[38]	[14]	[16]	[7]
Aroma	[22]	[36]	[19]	[8]	[8]	[7]
Sabor	[44]	[26]	[21]	[16]	[3]	[4]
Embalagem	[2]	[5]	[4]	[17]	[24]	[42]
Preço	[4]	[12]	[7]	[25]	[20]	[21]
Aspecto geral	[13]	[8]	[11]	[20]	[29]	[19]
Disponibilidade (em reais) para comprar uma garrafa de aguardente de cana preferida						
1 a 5 [10]		5 a 10 [51]		10 a 20 [35]		acima de 20 [4]

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados do teste de aceitação das aguardentes de cana oriundas de estudo de maturação anterior (Capítulo 3) em base aos atributos de cor, aroma, sabor e impressão global.

Tabela 1. Aceitabilidade¹ de aguardentes de cana maturadas em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

Tratamento	Cor	Aroma	Sabor	Impressão global
BRL0	3,84 ^f	5,54 ^d	4,72 ^c	4,85 ^e
BRL4	5,87 ^e	5,89 ^{cd}	5,41 ^{cd}	5,66 ^{de}
BRL8	6,27 ^b	6,38 ^{bc}	5,57 ^{cde}	5,85 ^{cd}
BRL12	6,15 ^c	6,15 ^{bcd}	5,61 ^{bcde}	5,96 ^{bcd}
BRL36	6,88 ^a	7,31 ^a	6,62 ^a	6,86 ^a
BRL48	6,00 ^d	6,96 ^{ab}	5,76 ^{abcd}	6,03 ^{bcd}
VDR0.0	3,84 ^a	5,54 ^a	4,72 ^b	4,85 ^a
VDR0.4	3,72 ^a	5,63 ^a	5,32 ^a	5,08 ^a
VDR0.8	4,14 ^a	5,63 ^a	4,82 ^b	4,86 ^a
VDR0.12	3,92 ^a	4,33 ^b	3,94 ^b	4,24 ^a
(VDR0)	(3,90 ^d)	(5,29 ^d)	(4,70 ^d)	(4,76 ^d)
VDR20.0	5,57 ^a	5,83 ^a	5,55 ^a	5,49 ^a
VDR20.4	6,06 ^a	6,22 ^a	5,31 ^a	5,81 ^a
VDR20.8	5,92 ^a	6,11 ^a	5,62 ^a	5,69 ^a
VDR20.12	6,27 ^a	5,88 ^a	5,48 ^a	5,60 ^a
(VDR20)	(5,95 ^c)	(6,01 ^c)	(5,49 ^c)	(5,65 ^c)
VDR40.0	7,10 ^a	5,75 ^a	5,67 ^a	5,97 ^a
VDR40.4	6,69 ^a	6,04 ^a	5,71 ^a	6,01 ^a
VDR40.8	6,36 ^a	6,77 ^a	6,37 ^a	6,42 ^a
VDR40.12	6,48 ^a	6,18 ^a	5,82 ^a	6,03 ^a
(VDR40)	(6,66 ^b)	(6,19 ^b)	(5,89 ^a)	(6,11 ^b)
VDR60.0	7,10 ^a	5,81 ^a	4,96 ^b	5,75 ^a
VDR60.4	7,21 ^a	6,58 ^a	5,98 ^b	6,40 ^a
VDR60.8	7,04 ^a	6,99 ^a	6,25 ^a	6,56 ^a
VDR60.12	6,11 ^b	6,32 ^b	5,89 ^b	5,84 ^a
(VDR60)	(6,87 ^a)	(6,42 ^a)	(5,78 ^b)	(6,14 ^a)

Continuação da Tabela 1...

Tratamento	Cor	Aroma	Sabor	Impressão global
P250.0.0	3,84 ^a	5,54 ^a	4,72 ^a	4,85 ^a
P250.0.4	3,77 ^a	5,09 ^a	4,61 ^a	4,56 ^a
P250.0.8	4,05 ^a	5,14 ^a	4,35 ^a	4,55 ^a
P250.0.12	4,65 ^a	5,51 ^a	5,14 ^a	4,99 ^a
(P250.0)	(4,08 ^c)	(5,32 ^b)	(4,71 ^b)	(4,73 ^b)
P250.20.0	5,57 ^a	5,83 ^a	5,55 ^a	5,49 ^a
P250.20.4	6,24 ^a	6,04 ^a	5,62 ^a	6,02 ^a
P250.20.8	5,07 ^a	5,90 ^a	5,24 ^a	5,37 ^a
P250.20.12	5,92 ^a	5,94 ^a	5,80 ^a	5,98 ^a
(P250.20)	(5,70 ^b)	(5,93 ^a)	(5,55 ^a)	(5,71 ^a)
P250.40.0	7,10 ^a	5,75 ^a	5,67 ^a	5,97 ^a
P250.40.4	6,62 ^a	6,22 ^a	6,23 ^a	6,31 ^a
P250.40.8	6,76 ^a	6,53 ^a	5,97 ^a	6,31 ^a
P250.40.12	6,21 ^a	5,83 ^a	5,63 ^a	5,73 ^a
(P250.40)	(6,67 ^a)	(6,08 ^a)	(5,87 ^a)	(6,08 ^a)
P250.60.0	7,10 ^a	5,81 ^a	4,96 ^b	5,75 ^b
P250.60.4	6,95 ^a	6,47 ^a	5,96 ^b	6,30 ^b
P250.60.8	6,92 ^a	7,01 ^a	6,87 ^a	6,75 ^a
P250.60.12	5,85 ^a	5,91 ^a	5,42 ^b	5,56 ^b
(P250.60)	(6,71 ^a)	(6,30 ^a)	(5,80 ^a)	(6,09 ^a)
[P250]	[5,79^a]	[5,91^b]	[5,48^b]	[5,66^b]

Continuação da Tabela 1...

Tratamento	Cor	Aroma	Sabor	Impressão global
P2.0.0	3,84 ^a	5,54 ^a	4,72 ^a	4,85 ^a
P2.0.4	3,16 ^a	4,18 ^b	3,77 ^a	3,95 ^a
P2.0.8	3,77 ^a	5,72 ^a	4,83 ^a	4,73 ^a
P.2.0.12	4,89 ^a	4,93 ^a	4,56 ^a	4,68 ^a
(P2.0)	(3,92 ^c)	(5,09 ^b)	(4,47 ^b)	(4,55 ^b)
P2.20.0	5,57 ^a	5,83 ^a	5,55 ^a	5,49 ^a
P2.20.4	6,33 ^a	6,05 ^a	5,78 ^a	6,07 ^a
P2.20.8	6,01 ^a	6,12 ^a	5,72 ^a	5,88 ^a
P2.20.12	6,03 ^a	5,48 ^a	6,24 ^a	6,33 ^a
(P2.20)	(5,99 ^b)	(5,87 ^a)	(5,82 ^a)	(5,94 ^a)
P2.40.0	7,10 ^a	5,75 ^a	5,67 ^a	5,97 ^a
P2.40.4	6,52 ^a	5,89 ^a	5,25 ^a	5,64 ^a
P2.40.8	6,65 ^a	6,37 ^a	5,94 ^a	6,24 ^a
P2.40.12	6,56 ^a	6,48 ^a	6,20 ^a	6,26 ^a
(P2.40)	(6,71 ^a)	(6,12 ^a)	(5,77 ^a)	(6,03 ^a)
P2.60.0	7,10 ^a	5,81 ^a	4,96 ^a	5,75 ^a
P2.60.4	6,92 ^a	6,57 ^a	5,97 ^a	6,38 ^a
P2.60.8	6,61 ^a	6,72 ^a	6,07 ^a	6,38 ^a
P2.60.12	6,43 ^a	5,89 ^a	5,67 ^a	5,78 ^a
(P2.60)	(6,77 ^a)	(6,25 ^a)	(5,67 ^a)	(6,07 ^a)
[P2]	[5,84^a]	[5,83^b]	[5,43^b]	[5,65^b]

Continuação da Tabela 1...

Tratamento	Cor	Aroma	Sabor	Impressão global
P20.0.0	3,84 ^a	5,54 ^a	4,72 ^a	4,85 ^a
P20.0.4	4,02 ^a	4,89 ^a	4,85 ^a	4,79 ^a
P20.0.8	3,55 ^a	5,14 ^a	4,23 ^a	4,13 ^a
P20.0.12	4,18 ^a	5,21 ^a	5,20 ^a	4,87 ^a
(P20.0)	(3,90 ^c)	(5,20 ^b)	(4,75 ^b)	(4,66 ^b)
P20.20.0	5,57 ^a	5,83 ^a	5,55 ^a	5,55 ^a
P20.20.4	6,15 ^a	6,32 ^a	5,79 ^a	5,79 ^a
P20.20.8	6,31 ^a	6,13 ^a	6,03 ^a	6,39 ^a
P20.20.12	6,50 ^a	6,44 ^a	6,15 ^a	6,39 ^a
(P20.20)	(6,14 ^b)	(6,18 ^a)	(5,88 ^a)	(6,08 ^a)
P20.40.0	7,10 ^a	5,75 ^a	5,67 ^a	5,97 ^a
P20.40.4	6,92 ^a	6,52 ^a	6,27 ^a	6,54 ^a
P20.40.8	7,03 ^a	6,66 ^a	6,21 ^a	6,52 ^a
P20.40.12	6,45 ^a	6,45 ^a	5,74 ^a	5,97 ^a
(P20.40)	(6,88 ^a)	(6,35 ^a)	(5,97 ^a)	(6,25 ^a)
P20.60.0	7,10 ^a	5,81 ^b	4,96 ^b	5,75 ^a
P20.60.4	6,80 ^a	6,78 ^b	6,20 ^b	6,58 ^a
P20.60.8	7,10 ^a	7,22 ^a	6,40 ^a	6,71 ^a
P20.60.12	6,29 ^a	6,55 ^b	6,16 ^b	6,25 ^a
(P20.60)	(6,82 ^a)	(6,59 ^a)	(5,93 ^a)	(6,32 ^a)
[P20]	[5,93^a]	[6,08^a]	[5,63^a]	[5,83^a]

VDR(0, 20, 40, 60).[0, 4, 8, 12]. Aguardente de cana maturada em embalagens de vidro (sem carvalho e com 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana), durante [zero, 4, 8 e 12 meses].

P(250, 2, 20).[0, 20, 40, 60].[0, 4, 8, 12]. Aguardente de cana maturada em embalagens de PET de (0,250, 2 e 20L), [sem extrato de carvalho e com 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana], durante {zero, 4, 8 e 12 meses}.

BRL(0, 4, 8, 12, 36, 48). Aguardente de cana maturada em barris de carvalho durante (zero, 4, 8, 12, 36 e 48 meses)

1. Média de 81 provadores.

() Contém médias de blocos de tratamentos (VDR=vidro e P=PET) e [] médias resumo de blocos de tratamentos definidos pelos volumes de P=PET (0,250, 2 e 20L).

Letras diferentes na mesma coluna, entre médias de tratamentos de cada bloco, entre blocos e entre resumos de blocos, diferem significativamente entre si ($p \leq 0,10$) pelo teste de Tukey.

A análise estatística de variância conjunta dos resultados mostrou influência significativa ($p \leq 0,10$) da dosagem de extrato de carvalho e do tempo de maturação na aceitabilidade da aguardente de cana pelos consumidores. As melhores respostas foram observadas com o aumento da dosagem, visto que a influência do período de maturação deveu-se essencialmente à variação da aceitabilidade da aguardente de cana maturada em barris de carvalho ao longo de 48 meses.

Os resultados do atributo impressão global (IG) da análise sensorial reflete a aceitação pelo consumidor da amostra em base à memória afetiva dos atributos cor, aroma e sabor avaliados isoladamente. Por isso pode ser adotado para explicar estes atributos conjuntamente (Anzaldúa-Morales, 1994).

A média dos resultados do grau de aceitabilidade em relação ao atributo IG das 57 amostras analisadas variou entre 3,95 e 6,75, faixa ligeiramente mais aproximada do extremo “gostei muitíssimo” e mais afastada do extremo “desgostei muitíssimo” na escala hedônica de 9cm. A relativa homogeneidade dos tratamentos avaliados e a similaridade de critérios afetivos de aceitação dos consumidores podem ter influenciado este comportamento. Ressalta-se que 39% dos consumidores têm como preferência o consumo de aguardente de cana *envelhecida* com madeiras, enquanto 13% preferem consumi-la na forma pura e 49% em misturas (Quadro 3).

Embora a preferência majoritária de grande parte dos consumidores recrutados foi de consumo de aguardente de cana na forma pura (não *envelhecida* com madeiras), a incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L da bebida determinou significativo ($p \leq 0,10$) aumento na sua aceitabilidade, em base ao atributo IG, desde o início do período de maturação, qualificando o processo de elaboração de extrato e as dosagens utilizadas no melhoramento da aceitabilidade da bebida.

- Capítulo 4 -

A utilização de extrato de carvalho nas dosagens estudadas, desde o início do período de maturação, em embalagens de PET e vidro, determinou o incremento da aceitabilidade da aguardente de cana pelos consumidores, prescindindo de período de maturação.

A utilização dos volumes de embalagens de PET de 0,250, 2 e 20L na maturação da aguardente de cana, até 12 meses (sem extrato), não distinguiu comportamento estatístico relevante para o melhoramento da aceitabilidade da bebida.

A aceitabilidade da aguardente de cana maturada em embalagens de PET com a incorporação de extrato de carvalho, notadamente com as dosagens de 40 e 60mL/L, em todos os atributos avaliados, refletiu respostas próximas ou intermediárias às resultantes de maturação em barris de carvalho, por período entre 12 e 48 meses. Comportamento similar foi verificado nos resultados físico-químicos (Capítulo 3), revelando relação positiva das respostas do teste de aceitação com aqueles.

Na Figura 1 está mostrada a cor das aguardentes de cana maturadas sem e com extrato de carvalho, aos 12 meses de maturação, e em barris de carvalho, aos 12, 36 e 48 meses de maturação.

A cor da aguardente de cana foi desenvolvida exclusivamente pela incorporação de extrato de carvalho. O incremento da dosagem de extrato determinou estreita correspondência com a maior aceitabilidade da aguardente de cana pelos consumidores.

As condições que originaram o extrato de carvalho (Capítulo 2), notadamente pela utilização de madeira tostada, juntamente com as dosagens de extrato estabelecidas para maturação (Capítulo 3), mostraram-se determinantes

para a caracterização da cor, associando os melhores resultados de aceitabilidade.



0. Aguardente de cana sem extrato de carvalho ou maturação em barris de carvalho, aos 12 meses de maturação.

PET-20, PET-40 e PET-60. Aguardente de cana maturada durante 12 meses em embalagens de PET com a incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana.

BRL-12, BRL-36 e BRL-48. Aguardente de cana maturada durante 12, 36 e 48 meses em barris de carvalho.

Figura 1. Cor de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho.

A aguardente de cana maturada em barris de carvalho durante 48 meses mostrou menor aceitabilidade em todos os atributos avaliados, comparativamente à maturada durante 36 meses. Similarmente, a incorporação da dosagem de carvalho de 20mL/L para a maturação da bebida em embalagens de PET e vidro, em relação à bebida maturada com as dosagens de extrato de 40 e 60mL/L, mostrou resultados de aceitabilidade inferiores, não apresentando diferença significativa ($p \leq 0,10$) entre si.

- Capítulo 4 -

O desenvolvimento de coloração amarelo-escuro (Figura 1), além da influência acentuada do aroma e sabor, representou limitações ao uso de barris de carvalho na maturação de aguardente de cana, entre 36 e 48 meses.

Outros estudos têm mostrado esta tendência na maturação de aguardente (Cardello e Faria, 2000b; Boscolo, 1996), notadamente em relação à cor, observados os históricos específicos de tratamentos térmicos e de reutilizações dos barris empregados, a natureza da bebida e as condições ambientais de maturação.

A operação de *corte* com aguardentes de cana maturadas por menores períodos é usual, igualmente utilizado em outros destilados (Booth, 1989). O parâmetro estabelecido na legislação brasileira para a aguardente de cana (Brasil, 1974) com o fim de ajustar as frações não álcool aos limites legais, bem como o da caracterização de *envelhecimento*, pela utilização mínima de 50% de aguardente de cana *envelhecida* por período não inferior a 1 ano (Brasil, 2003), são insuficientes, devendo ser revistos, enfocados para a qualidade e tipificação da bebida. De qualquer forma, a mesma natureza na matriz alcoólica e de processo de maturação das bebidas *cortadas* deve ser considerada.

A cor de bebidas, como em alimentos, de uma forma geral, é um atributo que predispõe de imediato a sua aceitação ou rejeição pelos consumidores, refletindo diretamente na impressão global (Durán e Costell, 1999; Chaves, 1995).

Os atributos sabor e aroma, em ordem crescente, refletiram resultados intermediários de aceitação em relação aos obtidos para a cor e impressão global. Entre estes, a cor apresentou os melhores resultados.

A complexa composição destes atributos envolvendo parâmetros físico-químicos de textura, acidez, adstringência, amargor, compostos orgânicos voláteis

e não voláteis, entre outros, refletiram respostas de aceitação mais criticadas pelos consumidores do que às provocadas pela cor, podendo ser compensadas positiva ou negativamente na avaliação da impressão global (Smith e Margolskee, 2001; Duran e Costell, 1999; Noble, 1990; Plattig, 1988).

Os métodos sensoriais afetivos que utilizam os testes de aceitação e de preferência fundamentam-se na utilização de pessoas não treinadas. Testes descritivos são mais apropriados para a avaliação de atributos mais complexos como o aroma e sabor, uma vez que utilizam pessoas treinadas. Entretanto, visando-se aferir a aceitabilidade de determinado produto pelos consumidores os métodos afetivos mostram-se eficientes, pois são realizados por maior número de pessoas e propiciam respostas imediatas dos consumidores, para os quais o produto é direcionado.

Na Tabela 2 estão apresentados os resultados das manifestações “mais gostei” e “menos gostei” associadas às respostas de avaliação dos atributos cor, aroma, sabor e impressão global no teste de aceitação da aguardente de cana.

A manifestação “mais gostei” mostrou maior número de frequências distribuídas entre os atributos aroma e sabor, enquanto que a manifestação “menos gostei” foi concentrada no atributo sabor, sem distinguir comportamentos distintos entre os diferentes tratamentos, seguindo os resultados verificados no teste de aceitação (Tabela 1).

A aplicação de métodos sensoriais descritivos deve ser associada em futuros trabalhos visando inferir os componentes determinantes do comportamento destas e outras respostas sensoriais.

Tabela 2. Manifestação “mais gostei” e “menos gostei” associada às respostas de aceitabilidade de aguardentes de cana maturadas em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho

TRATAMENTO	MAIS GOSTEI ¹				MENOS GOSTEI ¹			
	Cor	Aroma	Sabor	IG	Cor	Aroma	Sabor	IG
0	3	16	14	3	30	15	20	11
20	13	20	18	4	17	4	25	1
40	22	10	25	2	9	7	24	0
60	22	16	20	0	1	18	38	0
BRL4	17	17	18	2	6	9	25	0
BRL8	20	15	7	8	16	5	24	0
BRL12	22	12	26	1	14	9	25	0
BRL36	12	23	34	23	3	0	29	0
BRL48	17	31	14	9	22	5	24	0
VDR0.4	0	18	15	0	22	7	21	0
VDR0.8	5	11	14	0	13	9	23	4
VSR0.12	8	14	19	1	13	10	39	4
VDR20.4	4	18	22	1	13	6	22	0
VDR20.8	15	17	8	0	6	13	23	2
VDR2012	13	22	23	5	12	11	25	1
VDR40.4	23	20	18	0	8	22	15	0
VDR40.8	16	12	14	15	10	13	28	0
VDR40.12	21	21	23	4	6	15	37	0
VDR60.4	22	10	8	9	2	6	27	3
VDR60.8	14	20	10	11	3	10	21	0
VDR60.12	16	23	17	5	15	11	26	0
P250.0.4	3	14	10	0	21	20	13	24
P250.0.8	7	9	12	2	18	17	32	5
P250.0.12	11	26	25	0	20	17	19	2
P250.20.4	15	10	20	9	13	12	23	0
P250.20.8	5	27	21	5	15	4	25	2
P250.20.12	21	20	27	0	11	10	28	0
P250.40.4	22	18	25	3	12	6	21	3
P250.40.8	7	12	14	16	7	10	24	0
P250.40.12	18	19	17	4	3	18	34	0
P250.60.4	17	15	19	2	15	19	30	0
P250.60.8	14	13	16	4	7	3	20	0
P250.60.12	19	33	26	4	11	10	19	0

Continuação da Tabela 2...

TRATAMENTO	MAIS GOSTEI ¹				MENOS GOSTEI ¹			
	Cor	Aroma	Sabor	IG	Cor	Aroma	Sabor	IG
P2.0.4	0	14	10	0	14	15	19	8
P2.0.8	0	17	12	0	19	21	15	0
P2.0.12	16	11	11	2	10	14	27	3
P2.20.4	11	9	17	0	7	11	15	0
P2.20.8	8	20	11	9	8	9	22	0
P2.20.12	9	17	27	2	13	28	16	0
P2.40.4	19	21	12	0	9	8	23	0
P2.40.8	16	25	14	12	8	8	10	3
P2.40.12	17	29	24	7	11	8	22	0
P2.60.4	10	15	18	3	3	12	24	0
P2.60.8	13	20	13	8	8	0	10	0
P2.60.12	27	6	24	6	16	23	24	1
P20.0.4	10	14	19	3	20	8	33	2
P20.0.8	2	20	5	2	14	17	38	0
P20.0.12	14	17	32	1	21	22	29	0
P20.20.4	18	18	19	4	9	9	21	0
P20.20.8	16	13	21	12	9	15	15	0
P20.20.12	18	23	19	11	13	12	22	2
P20.40.4	7	7	10	26	6	5	18	0
P20.40.8	10	20	11	5	4	13	21	0
P20.40.12	17	26	20	8	14	9	23	0
P20.60.4	6	11	16	10	11	2	4	2
P20.60.8	13	5	15	9	3	3	16	0
P20.60.12	13	29	28	8	15	15	18	0

1. Número de manifestações entre 81 consumidores;

0,20,40,60. Aguardente de cana utilizada na constituição dos tratamentos sem extrato e com 20, 40 e 60 mL de extrato de madeira de carvalho/L de aguardente de cana, no tempo zero;

VDR0(20, 40, 60).[0, 4, 8, 12]. Aguardente de cana maturada em embalagens de vidro (sem extrato e com 20, 40 e 60mL) de extrato de carvalho/L de aguardente de cana, durante [4, 8 e 12 meses];

P(250, 2, 20).[0, 20, 40, 60].{0, 4, 8, 12}. Aguardente de cana maturada em embalagens de polietileno tereftalato (PET) de (0,250, 2 e 20L), [sem extrato de carvalho e com 20, 40 e 60mL] de extrato de carvalho/L de aguardente de cana, durante {4, 8 e 12} meses;

BRL(0, 4, 8, 12, 36, 48). Aguardente de cana maturada em barris de carvalho durante (4, 8, 12, 36 e 48) meses.

No presente estudo, o grande número de tratamentos (57) e de provadores (81 por amostra) e o estreito espectro de variabilidade dos resultados (Tabelas 1 e 2) sugeriram associar à análise estatística univariada dos resultados de aceitabilidade a análise multivariada através do Mapa de Preferência Interno (MDPREF) (Greenhoff e MacFie, 1994).

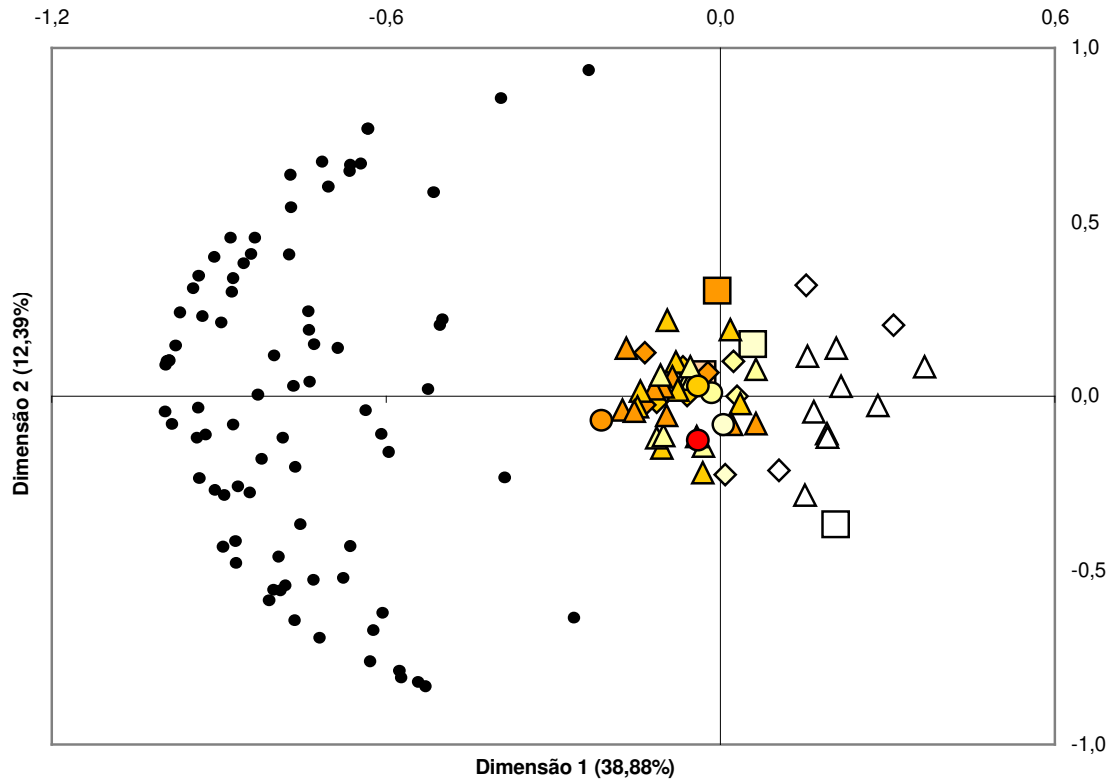
O método estatístico MDPREF possibilita considerar as características individuais dos consumidores nas respostas do teste de aceitação, como dimensões que ocupam posições ortogonais em uma representação gráfica multidimensional. Dessa forma, as amostras são representadas como pontos e os consumidores como vetores, respeitando os critérios individuais de aceitação, alocando graficamente os provadores próximos às amostras que preferiram (Greenhoff e MacFie, 1994).

De acordo com Cardello e Faria (2000a), o teste de aceitação é eficiente para refletir o grau de aceitabilidade pelo consumidor de determinado produto. Contudo, sendo as respostas tratadas por análise estatística univariada, assume-se que o critério de aceitabilidade dos consumidores seja homogêneo, implicando que os valores obtidos desta forma podem não refletir a média real.

Por esta razão, as características individuais dos consumidores (Quadro 1), entre outras, e a natural variabilidade das respostas (Tabela 1 e 2) devem ser consideradas, assim como analisada a estrutura dos dados, consolidando a validação das respostas obtidas pelo teste.

A Figura 2 apresenta o MDPREF gerado a partir dos resultados do atributo impressão global originado do teste de aceitação (Tabela 1).

- Capítulo 4 -



- . Consumidores;
- □ □ □ . Da esquerda para a direita, aguardente de cana que originou os tratamentos, sem extrato de carvalho e com 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana;
- ◇ ◇ ◇ ◇ . Da esquerda para a direita, aguardente de cana maturada em embalagens de vidro, sem extrato de carvalho e com 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana;
- △ △ △ △ . Da esquerda para a direita, aguardente de cana maturada em embalagens de PET, sem extrato de carvalho e com 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana;
- ○ ○ ○ . Da esquerda para a direita, aguardente de cana maturada em barris de carvalho aos 4, 8, 12, 36 e 48 meses de maturação.

Figura 2. Mapa de Preferência Interno (MDPREF) para o atributo impressão global resultante do teste de aceitação de aguardente de cana maturada em embalagens de PET, vidro e em barris de carvalho, por 81 consumidores.

- Capítulo 4 -

O MDPREF gerou 29 dimensões de resultados de aceitação, sendo que 51,27% da variabilidade das respostas dos consumidores para o atributo impressão global das aguardentes de cana é explicada em conjunto pela primeira e segunda dimensões.

As aguardentes de cana maturadas em embalagens de PET e vidro (com extrato de carvalho) e em barris de carvalho entre 36 e 48 meses ficaram próximas entre si e da maioria dos consumidores, indicando sua maior aceitabilidade, ao contrário das maturadas sem extrato em embalagens de vidro e PET ou em barris de carvalho, até 12 meses.

A explicação conjunta pela primeira e segunda dimensões do MDPREF apresentado pode ser considerada satisfatória, considerando-se o número de dimensões em que foi decomposta a variabilidade de aceitação, o estreito espectro de variação dos resultados analisados (entre 3,95 e 6,71), o número elevado de amostras avaliadas (57) e de consumidores para cada amostra (81).

Escassas referências existem na literatura sobre a utilização do MDPREF em destilados, como em outras bebidas. Cardello e Faria (2000a) obtiveram a explicação de 89,93%, pela primeira e segunda dimensões da variação total de aceitação, no estudo de 12 amostras de aguardentes de cana, através da análise do atributo impressão global. A limitação do uso do MDPREF está na sua exigência em relação ao número de amostras (superior a 7) e de consumidores (mínimo de 50) para cada amostra (Greenhoff e MacFie, 1994).

A análise por MDPREF respaldou os resultados de aceitabilidade analisados individualmente por atributo, considerando ser o atributo impressão global um parâmetro consolidado de respostas às percepções dos atributos cor, aroma e sabor, revelando sua importância na interpretação de resultados tratados por métodos estatísticos de análise univariada.

4. CONCLUSÕES

A aceitabilidade de aguardente de cana composta com extrato de carvalho maturada em embalagens de PET com as dosagens de 40 e 60mL de extrato/L, durante 12 meses, foi superior à bebida maturada com 20mL de extrato/L e similar àquela maturada em barris de carvalho, por período entre 12 e 48 meses, em todos os atributos.

A incorporação de extrato de carvalho de dosagens de 20, 40 e 60mL/L na aguardente de cana, nessa ordem, exerceu significativo ($p \leq 0,10$) incremento da sua aceitabilidade, em relação aos atributos cor, aroma, sabor e impressão global de aguardentes da bebida maturada em embalagens de PET e vidro, independentemente do período de maturação.

Os distintos volumes das embalagens de PET utilizados para a maturação das aguardentes de cana não interferiram na aceitabilidade das bebidas.

O atributo cor, determinado pela incorporação de extrato na aguardente de cana acondicionada em embalagens de PET e vidro e pela maturação da bebida em barris de carvalho, durante 36 e 48 meses, associou as melhores respostas de aceitabilidade pelos consumidores, seguido do aroma, impressão global e sabor.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AMERINE, A.M.; PANGBORN, R.M.; ROESSLER, E.B. **Principles of sensory evaluation of food**. New York: Academic Press, 1965. 602p.

ANZALDÚA-MORALES, A. **La evaluación sensorial de los alimentos en la teoría y la práctica**. Zaragoza: Ed. Acribia, 1994. 198p.

BOOTH, M.; SHAW, W.; MORHALO, L. Blending and bottling. In: Piggott, J.R.; SHARP, R.; DUNCAN, R.E.B. **The science and technology of whiskies**. Essex: Longman Scientific & Technical, 1989. 410p.

BOSCOLO, M. **Estudo sobre envelhecimento de aguardente de cana-de-açúcar**. 1996. 83p. Dissertação (Mestrado) - USP/Instituto de Química de São Paulo. São Carlos, 1996.

BRASIL. Decreto nº 4.851, de 2 de outubro de 2003. Altera dispositivos do Regulamento aprovado pelo Decreto nº 2.314, de 4 de setembro de 1997, que dispõe sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção e a fiscalização de bebidas. **Senado Federal**. Disponível em: <<http://www.senado.gov.br>>. Acesso em: 22 dez. 2003.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Portaria nº 371. Complemento de padrões de identidade e qualidade para destilados alcoólicos. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 19 set. 1974. Seção I, parte I (Suplemento).

CAMPELO, E.A.P. Agronegócio da cachaça de alambique de Minas Gerais: panorama econômico e social. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v.23, n.217, p.7-18, 2002.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Análise da aceitação de aguardentes de cana por testes afetivos e mapa de preferência interno. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v.20, n.1, p.32-36, 2000a.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Perfil sensorial e características físico-químicas de aguardentes comerciais brasileiras envelhecidas e sem envelhecer. **Braz. J. Food Technol.**, v. 3, p.31-40, 2000b.

CARDELLO, H.M.A.B.; FARIA, J.B. Modificações físico-químicas e sensoriais de aguardentes de cana durante o envelhecimento em tonel de carvalho (*Quercus alba*, L.). **Bol. CEPPA**, v.15, n.2, p.87-100, 1997.

CHAVES, J.B.P. **Análise sensorial: introdução à psicofísica**. Viçosa: Universidade Federal de Viçosa, 1995. 27p.

- DURÁN, L.; COSTELL, E. Percepción del gusto. Aspectos fisicoquímicos y psicofísicos. **Food Sci. Tech. Int.**, n.5, v.4, p.299-309, 1999.
- DÜRR, P. Sensory analysis of alcoholic beverages. In: Pigott, J.R.; Paterson, A. **Distilled beverages flavour recent developments**. Chichester: Ellis Horwood, p. 33-36, 1989.
- FRANCO, D.W. Controle da qualidade de aguardentes. Simpósio Latino Americano de Ciência dos Alimentos, 4., 2001. **Resumos...** Campinas: Unicamp, 2001.
- GREENHOFF, K.; McFIE, H.J.H. Preference mapping in practice. In: McFIE, H.J.H.; THOMSON, D.M.H. **Measurement of food preferences**. London: Chapman & Hall, p.137-166, 1994.
- MAGA, J.A. The contribution of wood to the flavor of alcoholic beverages. **Food Reviews International**, v.5, n.1, p.39-99, 1989.
- MAIA, A.B. Componentes secundários da aguardente. **Revista STAB**. v.12, n.6, p.29-34, 1994.
- MOSEDALE, J.R.; PUECH, J-L. Wood maturation of distilled beverages. **Food Science & Technology**, n.9, p.95-101, 1998.
- MUNHOZ, A.M.; CIVILLE, G.V.; CARR, B.T. **Sensory evaluation in quality control**. New York: van Nostrand Reinhold, 1992. 240p.
- NOBLE, A.C. Bitterness and astringency in wine. In: ROUSEFF, R.L. **Bitterness in foods and beverages**. Elsevier: New York, p.145-158, 1990.
- ODELLO, L. Sensory analysis innovative methods for brandy: from consumer and sensory laboratory tests to plan technological innovation and market success. Brazilian Meeting on Chemistry of Food and Beverages, 3., 2000. **Abstracts...** São Carlos: USP/Instituto de Química, 2000.
- ODELLO, L. The cachaça sensorial characterization: from the methods to the first experiences in Europe. Brazilian Meeting on Chemistry of Food and Beverages, 4., 2002. **Abstracts...** Campinas: Unicamp, 2002.
- PLATTIG, K.H. The sense of taste. In: PIGOTT, J.R. **Sensory analysis of foods**. London: Elsevier Appl. Sci., 1988. 426p.
- SMITH, D.V.; MARGOLSKEE, R.F. Making sense of taste. **Scientific American**, p.26-33, mar. 2001.

- Capítulo 4 -

SMITH, S.M. **PC-MDS Multidimensional Statistic Package - version 5.1.**
Institute of Business MGT. Brightan Young University, Provo, UT. 1990.

STATISTICA for Windows. Release 5.0 A. Tulsa: StatSoft Inc., 1995.

STONE, H.; SIDEL, J. **Sensory evaluation practices.** 2. ed. New York: Academic Press, 1993. 338p.

6. APÊNDICE

Tabela 1. Análise de variância das respostas do atributo cor do teste de aceitação de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de carvalho, durante 12 meses, e em barris de carvalho, durante 48 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F $\leq 0,10$
Recipiente (R)	2	0,242	0,121	0,213	ns
Dosagem (D)	3	5581,851	1860,617	396,958	s
Volume (V)	3	14,023	4,674	0,824	ns
Tempo (T)	5	97,335	19,467	3,441	s
T x D	17	6827,088	401,593	89,671	s
T x V	17	193,786	11,399	2,016	s
D x V	15	6166,352	411,090	89,488	s
R x T	13	449,676	34,590	6,173	s
R x D	8	6843,457	855,432	191,437	s
R x V	4	14,066	3,816	0,620	ns
R x V x D	16	6891,353	430,709	96,435	s
R x V x T	21	492,069	23,431	4,181	s
R x D x T	37	7765,872	209,888	48,498	s
V x D x T	65	7385,490	113,622	25,722	s
R x V x D x T	69	7958,887	115,346	26,713	s

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação; **s** = significativo; **ns** = não significativo.

Tabela 2. Análise de variância das respostas do atributo aroma do teste de aceitação de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de carvalho, durante 12 meses, e em barris de carvalho, durante 48 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F $\leq 0,10$
Recipiente (R)	2	81,020	40,510	10,053	s
Dosagem (D)	3	622,228	207,409	52,712	s
Volume (V)	3	67,088	22,362	5,545	s
Tempo (T)	5	449,188	89,837	22,647	s
T x D	17	1534,153	90,244	23,854	s
T x V	17	544,100	32,005	8,085	s
D x V	15	923,442	61,562	15,826	s
R x T	13	486,889	37,453	9,444	s
R x D	8	1090,902	136,362	35,368	s
R x V	4	122,189	30,547	7,591	s
R x V x D	16	1152,504	72,031	18,709	s
R x V x T	21	564,142	26,863	6,787	s
R x D x T	37	1851,529	50,041	13,379	s
V x D x T	65	1885,671	29,010	7,730	s
R x V x D x T	69	2043,790	29,620	7,946	s

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação; **s** = significativo; **ns** = não significativo.

- Capítulo 4 -

Tabela 3. Análise de variância das respostas do atributo sabor do teste de aceitação de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de carvalho, durante 12 meses, e em barris de carvalho, durante 48 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F $\leq 0,10$
Recipiente (R)	2	8,609	4,304	0,926	ns
Dosagem (D)	3	939,665	313,222	69,902	s
Volume (V)	3	28,529	9,509	2,048	ns
Tempo (T)	5	284,783	56,956	12,387	s
T x D	17	1682,906	98,994	22,702	s
T x V	17	393,291	23,134	5,041	s
D x V	15	1173,78	78,251	17,588	s
R x T	13	344,892	26,530	5,775	s
R x D	8	1284,241	160,530	36,286	s
R x V	4	36,992	9,248	1,992	ns
R x V x D	16	1336,617	83,538	18,896	s
R x V x T	21	421,288	20,061	4,373	s
R x D x T	37	2009,834	54,319	12,580	s
V x D x T	65	2121,724	32,641	7,556	s
R x V x D x T	69	2258,523	37,732	7,615	s

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação; **s** = significativo; **ns** = não significativo.

Tabela 4. Análise de variância das respostas do atributo impressão global do teste de aceitação de aguardente de cana maturada em embalagens de PET e vidro, sem e com extrato de carvalho, durante 12 meses, e em barris de carvalho, durante 48 meses

Fonte de variação	G.L.	Soma quadrática	Média quadrática	Valor de F	Prob. de F $\leq 0,10$
Recipiente (R)	2	15,008	7,504	2,125	ns
Dosagem (D)	3	1387,317	462,439	140,594	s
Volume (V)	3	27,085	9,028	2,558	ns
Tempo (T)	5	222,594	44,518	12,734	s
T x D	17	2055,941	120,937	38,0425	s
T x V	17	2437,428	37,498	11,949	s
D x V	15	1718,642	114,576	35,389	s
R x T	13	287,986	22,152	6,348	s
R x D	8	1908,310	238,538	14,542	s
R x V	4	42,081	10,507	2,979	s
R x V x D	16	1957,843	122,365	38,289	s
R x V x T	21	348,220	16,581	4,759	s
R x D x T	37	2428,414	65,632	21,008	s
V x D x T	65	2437,428	37,498	11,949	s
R x V x D x T	69	2609,978	37,825	12,164	s

G.L. = Graus de liberdade; **Prob.** = probabilidade; **C.V.** = Coeficiente de variação; **s** = significativo; **ns** = não significativo.

CONCLUSÕES GERAIS

Cinco macerações, em bateladas consecutivas, a partir de quantidade fixa de madeira, de madeira de carvalho triturada com destilado alcoólico simples de cana-de-açúcar com o teor alcoólico de 55% em volume a 20°C, totalizando 41 dias de maceração, mostraram-se eficientes para a extração de 74,4% de extrato seco, 67,5% de compostos fenólicos totais e de 86% de acidez fixa da madeira.

A mistura integral dos extratos de 5 macerações em batelada consecutivas constituiu marcante rendimento de extração de compostos da madeira e cor, essenciais na estruturação do processo de maturação de aguardente de cana similares aos verificados em barris de carvalho entre 36 e 48 meses.

A incorporação de 20, 40 e 60mL de extrato de carvalho/L de aguardente de cana propiciou incrementos distintos no perfil físico-químico da bebida, agregando cor e compostos fenólicos totais, diminuição do pH, aumento de acidez total, volátil e fixa e das frações orgânicas de álcoois superiores (isoamílico, isobutílico e n-propanol), aldeídos e ésteres totais.

A maturação de aguardente em embalagens de PET com a incorporação de extrato de carvalho, durante 12 meses, alterou qualitativamente as características físico-químicas da bebida, diminuindo a acidez total e volátil, o teor de aldeídos totais e incrementando a acidez fixa e o teor de ésteres totais.

O aumento do volume da embalagem de PET de 0,250, 2 e 20L refletiu distintamente em menores índices de perdas de massa e menores incrementos de ésteres totais, não diferindo entre si nos demais parâmetros físico-químicos estudados.

A aceitabilidade de aguardente de cana composta com extrato de carvalho, maturada em embalagens de PET, durante 12 meses, foi similar àquela maturada em barris de carvalho, em período entre 12 e 36 meses.

A incorporação de extrato de madeira de carvalho nas dosagens de 20, 40 e 60mL/L de aguardente de cana, nessa ordem, exerceu significativo ($p \leq 0,10$) incremento na aceitabilidade da aguardente de cana composta maturada em embalagens de PET e vidro, independentemente do período de maturação.

Os distintos volumes das embalagens de PET utilizados para a maturação das aguardentes de cana não interferiram na aceitabilidade da bebida.

Os resultados obtidos mostraram ser necessária uma revisão nos parâmetros regulamentados, visando à caracterização dos processos de maturação de aguardente composta com extratos de madeira.