

COMPARAÇÃO DO GRAU ALCOÓLICO, ACIDEZ VOLÁTIL E COMPOSTOS FENÓLICOS TOTAIS DE CACHAÇAS ENVELHECIDAS EM BARRIS DE MADEIRAS BRASILEIRAS E CARVALHO (Americano e Francês)

Wilton A. Santos^{1*}, Maria G. Cardoso¹, Wilder D. Santiago¹, Antonia I. Fernandes¹, Isabelli C. Bueno², Sara C. S. Silva¹, Vinicius S. Patrocínio², Danubia A. C. S. Rezende¹, Joyce A. C. Silva¹

¹ Universidade Federal de Lavras, Departamento de Química/Instituto de Ciências Naturais, Lavras, Minas Gerais, Brasil, 37200-000

²Universidade Federal de Lavras, Departamento de Engenharia

*e-mail: wilton.santos1@estudante.ufla.br

Palavras-Chave: Controle de Qualidade, Análise físico-química, Envelhecimento.

Introdução

A cachaça é uma bebida alcoólica destilada típica do Brasil, obtida pela destilação do mosto fermentado do caldo fresco de cana-de-açúcar com teor alcoólico de 38% a 48% v/v a 20 °C (Brasil, 2022). Assim como outras bebidas, a cachaça pode ser envelhecida (amarela) ou não (branca), sendo que o envelhecimento é um processo que traz modificações sensoriais apreciadas pelos consumidores, valorizando o produto (Silvello; Alcarde, 2020).

Reconhecida como um símbolo nacional, a cachaça possui não apenas relevância econômica, mas também valor cultural e histórico. Ao longo dos anos, o mercado consumidor passou a valorizar ainda mais os produtos diferenciados, o que impulsionou a busca por cachaças premium e especiais, com características sensoriais marcantes e identidade regional. Nesse contexto, o envelhecimento em madeira tem se consolidado como uma das principais estratégias para agregar valor à bebida, melhorar sua complexidade sensorial e destacar sua singularidade frente a outros destilados do mercado internacional (Castro *et al.*, 2020; Santiago *et al.*, 2016).

O processo de envelhecimento da cachaça não é obrigatório pela legislação, entretanto, é uma etapa que agrupa valor ao produto e melhorias no perfil físico-químico da bebida. Durante essa etapa ocorrem reações dos compostos secundários provenientes da destilação, extração dos componentes da madeira, decomposição de macromoléculas da madeira (celulose, hemicelulose e lignina) e a incorporação desses compostos à bebida. As reações entre os compostos da madeira e os compostos do destilado, são favoráveis ao aroma e sabor. Os principais compostos extraídos da madeira são; óleos voláteis, compostos fenólicos, substâncias tânicas, açucares, glicerol e ácidos orgânicos não voláteis (Cardoso, 2020; Santiago *et al.*, 2017).

Na etapa de envelhecimento da bebida, o tipo madeira utilizado exerce um papel fundamental na definição do aroma e sabor do produto final. Assim como outras madeiras, o carvalho destaca-se por seu impacto significativo, principalmente devido à liberação de compostos voláteis e não voláteis durante o processo, que interagem diretamente com a bebida e contribuem para suas características sensoriais. Sabe-se que os compostos fenólicos da madeira estão implicados nos processos de co-pigmentação e contribuem para a adstringência, sendo o amargor da bebida (Castro-Vásquez *et al.*, 2013). Por outro lado, os constituintes voláteis, já presentes na madeira natural ou resultantes da etanólise e/ou termólise de macromoléculas da madeira (lignina, celulose, hemiceluloses), atuam como precursores da

complexidade aromática dos vinhos envelhecidos em madeira. Assim, longe de ser um simples material para recipientes de madeira, a madeira de carvalho participa ativamente da maturação das bebidas (González-Centeno; Teissedre; Chira, 2021).

O Objetivo deste trabalho foi avaliar os parâmetros, grau alcoólico, acidez volátil e compostos fenólicos totais de cachaças envelhecidas em barris de diferentes madeiras brasileiras e carvalhos americano e francês.

Material e Métodos

A cachaça analisada foi produzida na Indústria Engarrafadora Estiva Ltda. safra de 2024, com graduação alcoólica 45,11%, sendo a bebida utilizada do mesmo lote. A cidade de Abreus – MG é distrito do Alto Rio Doce. Toda parte experimental ocorreu no espaço da destilaria e os períodos de coleta foram a cada 3 meses. A cachaça branca utilizada no experimento foi analisada antes do início do processo de envelhecimento.

Foram utilizados sete barris de madeira com volume de 200 L, sendo: jatobá (JT), balsamo (BA), jequitibá (JE), amburana (AMB), amendoim (AM), (CA) carvalho americano (*Quercus spp.*) e (CF) carvalho francês (*Quercus alba*). A cachaça analisada (A0).

Foram coletadas amostras de 1L em intervalos regulares de 0, 6 e 12 meses. Todas as amostras foram armazenadas em frascos de vidro e levados ao laboratório para as análises físico-químicas. As análises físico-químicas foram realizadas seguindo os parâmetros estabelecidos pela Instrução Normativa nº 13, de 29/06/2005, do Ministério Agricultura Pecuária e Abastecimento, MAPA, (BRASIL, 2005).

Todas as análises físico-químicas foram realizadas no Laboratório de Análise de Qualidade de Aguardente (LAQA).

Inicialmente as amostras foram redestiladas em triplicata para as seguintes análises: grau alcoólico e acidez volátil, e acondicionadas em frascos de vidro hermeticamente fechados e mantidos sob refrigeração (-15°C). Na determinação dos compostos fenólicos totais, foi utilizado a cachaça sem redestilar.

A determinação da graduação alcoólica, inicialmente mediu-se a densidade em balança hidrostática eletrônica (Gibertini Elettronica™, Super Alcomat, Itália) e concomitantemente a leitura do teor alcoólico expresso em % v / v.

A acidez volátil foi determinada pela técnica arraste de vapor dos ácidos voláteis, utilizando um destilador eletrônico enochimico (Gibertini, modelo super D.E.E, DensiMat, Itália). Foram recolhidos 250 mL do vapor condensado, que posteriormente foi titulado com hidróxido de sódio 0,1 N.

Os compostos fenólicos totais foram analisados pelo método de Folin-Ciocalteu adaptado por Barbosa et al. (2022), onde a amostra foi diluída em solução de etanol 40%, e posteriormente misturada ao padrão de Folin-Ciocalteu e carbonato de sódio, formando uma solução colorida. Esta, foi analisada em um espectrofotômetro Shimadzu UV1601 PC a 725 nm. A curva padrão foi construída utilizando como padrão o ácido gálico em etanol 40% nas concentrações de 1 a 400 mg L⁻¹.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 1. Os dados apresentados abrangem a análise de diferentes amostras ao longo de um período de 12 meses, considerando três parâmetros fundamentais para caracterização: o grau alcoólico (% v/v), a acidez volátil (mg/100 mL) e os fenólicos totais (mg equivalentes em ácido gálico - EAG/L). A amostra A0, utilizada como controle inicial (tempo zero), apresentou grau alcoólico de 45,11%, acidez volátil de 66,97 mg/100 mL e ausência de fenólicos totais, servindo como referência para as análises subsequentes.

Observou- se que o grau alcoólico das cachaças manteve relativamente estável ao longo dos 12 meses, com pequenas variações, que estão ligadas a perdas durante o processo. O ligeiro

decréscimo no teor alcoólico, principalmente após 9 meses, pode estar relacionado a processos naturais de evaporação ou reações químicas que utilizam o álcool. Por exemplo, na amostra JT, o grau alcoólico diminuiu de 44,21% aos 6 meses para 43,26% aos 12 meses. Similarmente, nas outras amostras, essa tendência de leve queda foi observada.

Segundo Barbosa *et al.* (2022) a perda do teor alcoólico durante o período de armazenamento e envelhecimento da cachaça, pode ocorrer devido a evaporação e absorção da fração álcool pela porosidade da madeira, além da influência da temperatura e umidade do ambiente, sendo estes fatores importantes para se controlar/monitorar nesta etapa de produção da bebida.

Durante o envelhecimento, a acidez da cachaça pode aumentar, isso ocorre devido a interação entre a bebida e a madeira. Essa variável é fundamental, pois está associada à formação de ácidos voláteis, principalmente ácido acético, que pode indicar deterioração ou evolução do produto durante o envelhecimento. Na amostra JT, a acidez volátil aumentou nos primeiros 6 meses (145,83 mg/100 mL de álcool anidro) e (143,76 mg/100 mL de álcool anidro) ao final do processo. Contrastando, a amostra JE que apresentou uma redução da acidez volátil de 98,2 mg/100 mL aos 6 meses para 96,16 mg/100 mL aos 12 meses, o que pode estar relacionado a características específicas dessa madeira. Santiago *et al.* (2014) analisaram cachaças envelhecidas em 2 tipos de madeira e encontraram valores para acidez volátil que variaram de 50 a 300 mg/100 mL de álcool anidro, para as madeiras carvalho e amburana, respectivamente.

Outras amostras, como AMB, BA e CF, apresentam aumento contínuo da acidez volátil durante o período de envelhecimento, refletindo possíveis processos de oxidação, que aumentaram a produção de ácidos orgânicos voláteis. Esse aumento pode impactar negativamente a qualidade sensorial, conferindo aromas indesejáveis, mas também pode contribuir para complexidade aromática em determinadas bebidas.

Na amostra inicial A0, os compostos fenólicos totais foram zero, o que é esperado para a amostra inicial ou para um controle sem a presença desses compostos. Ao longo do processo, todas as amostras apresentaram aumento nos níveis de fenólicos totais, com variações consideráveis entre elas. A cachaça envelhecida em madeira jatobá destacou-se com valores elevados, que aumentaram durante o envelhecimento 318,15 mg/L aos 6 meses. Entretanto, no último tempo os valores sofreram uma redução 302,94 mg/L (Figura 1), mesmo com essa redução os valores mantiveram relativamente alto aos 12 meses. Segundo Alcarde (2017) e Bortoletto, Correa, Alcarde (2016), diversos fatores influenciam no processo de extração e incorporação de compostos fenólicos na bebida como o nível de tosta do tonel, tempo de uso, teor alcoólico da bebida, e condições do ambiente de armazenamento.

Os valores encontrados neste estudo da composição fenólica variaram entre 27,65 a 318,15 mg/L para as cachaças avaliadas. Para o envelhecimento nos barris de carvalho os resultados variaram de 34,1 a 35,29 mg/L para a amostra CA e 161,23 a 211,33 para CF. Castro *et al.*, (2020) encontraram em média 153 mg/L para cachaça armazenada em carvalho. A cachaça envelhecida em madeira jatobá apresentou valores de 318,15 a 302,94 mg/L ao final do processo, resultados que corroboram com aqueles apresentados por Silva *et al.* (2020) que avaliaram três madeiras brasileiras, sendo: jatobá -277,3 mg/L; ipê -67,6 mg/L e sassafrás - 83,8 mg/L, respectivamente. Ressalta-se que no processo de envelhecimento, vários fatores podem influenciar no produto final como a espécie da madeira, o tipo de madeira, tamanho e principalmente as características geográficas de onde a madeira foi retirada. Estes são fatores que podem influenciar no produto final.

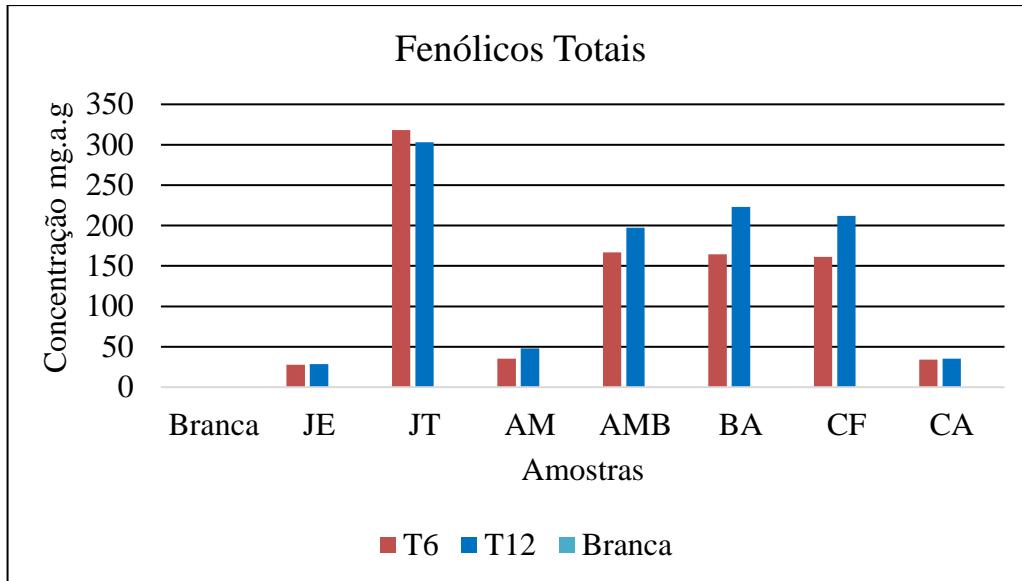
Em contraste, a amostra JE manteve valores muito baixos de fenólicos, com um aumento discreto entre 6 e 12 meses (27,65 para 28,47 mg/L), sugerindo menor presença desses compostos ou maior degradação. Outras amostras, como AMB, BA e CF116, também apresentaram altas concentrações significativas nas concentrações de fenólicos totais ao longo do tempo, chegando a valores superiores a 200 mg EAG/L, o que sugere potencial antioxidante e impacto positivo na estabilidade e perfil sensorial. O aumento contínuo desses compostos pode estar associado a reações químicas de polimerização e oxidação, que modificam o perfil fenólico do produto. Por outro lado, amostras como AM e CA apresentaram um aumento moderado em fenólicos, com um padrão mais estável e valores finais menores que 50 mg/L, indicando diferenças na composição inicial ou nas condições de armazenamento. Os compostos fenólicos, por exemplo, taninos e ácidos fenólicos, contribuem para o gosto adstringente. Alguns compostos fenólicos (a maioria dos ácidos fenólicos) são incolores, enquanto outros (por exemplo, antocianinas e taninos) mostram várias cores. Os compostos fenólicos mostram inúmeras propriedades bioativas, das quais as mais conhecidas são suas atividades antioxidantes e anti-inflamatórias (Tan *et al.*, 2020; Hulla *et al.*, 2016; Rodríguez-Pérez; Segura-Carretero; del Mar Contreras, 2019).

Tabela 1 - Parâmetros físico-químicos das cachaças envelhecidas em madeiras brasileiras e carvalhos

Amostra	Tempo (meses)	Grau Alcoólico (% v/v)	Acidez Volátil (mg/100 mL)	Fenólicos Totais (mg EAG/L)
A0	0	45,11	66,97	0
JT	6	44,21	145,83	318,15
	12	43,26	143,76	302,94
JE	6	44,37	98,2	27,65
	12	43,88	96,16	28,47
AMB	6	44,39	108,5	166,67
	12	44,28	110,35	197,29
AM	6	43,79	128,62	35,4
	12	43,13	121,86	47,85
BA	6	44,21	105,6	164,35
	12	43,83	111,48	223,1
CA	6	44	84,2	34,1
	12	43,96	87,56	35,29
CF	6	42,09	122,94	161,23
	12	42,38	124,03	211,83
LEGISLAÇÃO		38%-48%	150,0	-

A0 – Cachaça branca; JE- Jequitibá; JT- Jatobá; AM – Amendoim; AMB – Amburana; BA – Bálsmo; CF – Carvalho Francês; CA - Carvalho Americano.

Figura 1 – Evolução da concentração de compostos fenólicos totais de cachaças envelhecidas em madeiras brasileiras e carvalhos.



JE- Jequitibá; JT- Jatobá; AM – Amendoim; AMB – Amburana; BA – Bálsmo; CF – Carvalho Francês; CA - Carvalho Americano.

Conclusões

Conclui-se que o tipo de madeira exerce influência nas características físico-químicas da bebida, especialmente no grau alcoólico, acidez volátil e teor de compostos fenólicos totais. Observou-se uma redução no grau alcoólico em todas as cachaças ao longo do tempo, processo que é esperado durante o envelhecimento, devido à evaporação. Essa redução foi mais acentuada nas cachaças envelhecidas em carvalho francês e amendoim, isso pode estar relacionado com a porosidade e a interação com o ambiente conforme a madeira.

Em relação à acidez volátil, todas as amostras apresentaram aumento no decorrer do tempo, o que também é comum durante o envelhecimento. No entanto, madeiras como o jequitibá (JE) e o carvalho americano (CA) mostraram menor incremento na acidez, indicando maior estabilidade. Por outro lado, madeiras como jatobá (JT) e carvalho francês (CF) apresentaram maiores valores de acidez, o que pode comprometer a qualidade sensorial da bebida caso não seja controlado.

Quanto aos compostos fenólicos totais, observou-se que as madeiras brasileiras como jatobá (JT), amburana (AMB) e bálsmo (BA) foram capazes de promover um aumento expressivo desses compostos, especialmente nos primeiros 6 meses. O jatobá apresentou um maior teor de fenólicos (318,15 mg/L), superando o tradicional carvalho americano (CA), em que foi observado concentrações abaixo. Isso demonstra o potencial das madeiras nacionais na liberação de compostos bioativos e antioxidantes, contribuindo positivamente para a complexidade e qualidade da bebida.

As madeiras brasileiras apresentam desempenho comparável, e em alguns casos, superiores ao carvalho tradicionalmente utilizado no envelhecimento de bebidas alcoólicas. Cada tipo de madeira confere características únicas ao produto final, sendo possível explorar sua diversidade para desenvolver bebidas com perfis físico-químicos e sensoriais diferenciados e com identidade nacional.

Agradecimentos

A empresa Engarrafadora Estiva Ltda. responsável pela produção da aguardente comercializada sob a marca Rainha da Cana. A CAPES, CNPq e a FAPEMIG (PPE 0035/2023) pela concessão de bolsas.

Referências

- ALCARDE, A. R. Cachaça: ciência, tecnologia e arte. Editora Blucher, 2017.
- Barbosa, R. B.; Santiago, W. D.; Alvarenga, G. F.; Oliveira, R. E. S.; Ferreira, V. R. F.; Nelson, D. L.; Cardoso, M. G. Physical-Chemical Profile and Quantification of Phenolic Compounds and Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Cachaça Samples Aged in Oak (*Quercus* sp.) Barrels with Different Heat Treatments. **Food Bioprocess Technology**. 15: 1977–1987, 2022. <https://doi.org/10.1007/s11947-022-02853->
- BORTOLETTO, A. M. et al. Aging practices influence chemical and sensory quality of cachaça. **Food Research International**, v. 86, p. 46-53, 2016.
- Brasil. 2005. Ministério da Agricultura, Pecuária e do Abastecimento. Instrução normativa nº 13, de 29 de junho de 2005. Aprova o Regulamento Técnico para Fixação dos Padrões de Identidade e Qualidade para Aguardente de Cana e para Cachaça. Diário Oficial da União, Brasília, 30 jun. 2005. Seção 1, n. 124.
- Brasil. 2022. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria nº 539, de 26 de dezembro de 2022. Aprova a nova Portaria para Fixação dos Padrões de Identidade e Qualidade para Aguardente de Cana e Cachaça. Diário Oficial da União, Brasília, 26 dez. 2022. Seção 1, n. 243
- Cardoso M G. 2020. **Produção de aguardente de cana** (5^a ed.). Lavras, UFLA.
- Castro-Vázquez, L.; Alañón, M. E.; Ricardo-da-Silva, J.M. et al. Evaluation of Portuguese and Spanish *Quercus pyrenaica* and *Castanea sativa* species used in cooperage as natural source of phenolic compounds. **Eur Food Res Technol** 237, 367–375, 2013. <https://doi.org/10.1007/s00217-013-1999-5>
- Castro, M. C.; Bortoletto, A. M.; Silvello, G. C.; Alcarde, A. R. Lignin-derived phenolic compounds in cachaça aged in new barrels made from two oak species. **Heliyon**. 6:11, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e05586>
- González-Centeno, M. R.; Teissedre, P.-L.; Chira, K. Impact of oak wood ageing modalities on the (non)-volatile composition and sensory attributes of red wines. **OENO One**, 55(2), 285–299, 2021. <https://doi.org/10.20870/oenone.2021.55.2.4673>
- H. Ulla, K. Antti, L. Oskar, et al. Genetic basis of flavor sensitivity and food preferences P. Etiévant, E. Guichard, C. Salles, A. Voilley (Eds.), Flavor, Woodhead Publishing. pp. 203-227, 2016. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100295-7.00010-4>
- Rodríguez-Pérez, C.; Segura-Carretero, A.; del Mar Contreras, M. Phenolic compounds as natural and multifunctional anti-obesity agents: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 59(8), 1212–1229. 2017. <https://doi.org/10.1080/10408398.2017.1399859>

Santiago, W. D.; Cardoso, M. G.; Santiago, J. A.; Teixeira, M. L.; Barbosa, R. B.; Zacaroni, L. M.; Sales, P. F.; Nelson, D. L. Physicochemical profile and determination of volatile compounds in cachaça stored in new oak (*Quercus* sp.), amburana (*Amburana cearensis*), jatobá (*Hymenaea courbaril*), balsam (*Myroxylon peruiferum*), and peroba (*Paratecoma peroba*) casks by SPME-GC-MS. *Journal of the Institute of Brewing*, 122(4), 624-634, 2016.

Santiago, W. D.; Cardoso, M. G.; Nelson, D. L. Cachaça stored in casks newly constructed of oak (*Quercus* sp.), amburana (*Amburana cearensis*), jatobá (*Hymenaea courbaril*), balsam (*Myroxylon peruiferum*), and peroba (*Paratecoma peroba*): Alcohol content, phenol composition, colour intensity and dry extract. *Journal of the Institute of Brewing*, 123(2), 232-241, 2017.

Santiago, W. D.; Cardoso, M. G.; Andrade, S. J.; Rodrigues, L. M. A.; Silva, B. L.; Caetano, A. R. S. Comparação do perfil físico-químico de cachaças envelhecidas em tonéis de carvalho (*Quercus* sp) e amburana (*Amburana cearensis*). *E-xacta*, 7:17-29, 2014. <https://doi.org/10.18674/exacta.v7i2.1260>

Silva, F. A.; Morais, K. C. R. C.; Ribeiro, K. O.; Garcia L. G. C.; Caliari M. Evolução do teor de compostos fenólicos, atividade antioxidante e cor em cachaça orgânica envelhecida em tonéis de diferentes madeiras. *Investigação, Sociedade e Desenvolvimento, [S. l.]*, v. 9, n. 5, 2020. Disponível em: <https://rsdjurnal.org/index.php/rsd/article/view/3302>. <https://doi:10.33448/rsd-v9i5.3302>

Silvello, G. C.; Alcarde, A. R. Experimental design and chemometric techniques applied in electronic nose analysis of wood-aged sugar cane spirit (cachaça). *Journal of Agriculture and Food Research*, v. 2, p. 100037, dez. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2020.100037>

Tan, L., H.; Nuffer, J. Feng.; Kwan, S. H.; Chen, H.; Tong, X.; Kong, L. Antioxidant Properties and Sensory Evaluation of Microgreens From Commercial and Local Farms. *Food Science and Human Wellness*, 9, n°. 1: 45–51. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.fshw.2019.12.002>.