

Universidade de São Paulo  
Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”

Chips de resíduos madeireiros termotratados para uso na maturação da cachaça

**Kamilla Crysllayne Alves da Silva**

Dissertação apresentada para obtenção do título de  
Mestra em Ciências, Programa: Recursos Florestais. Opção  
em: Tecnologia de Produtos Florestais

Piracicaba  
2024

Kamilla Crysllayne Alves da Silva  
Engenheira Florestal

Chips de resíduos madeireiros termotratados para uso na maturação da cachaça  
versão revisada de acordo com a Resolução CoPGr 6018 de 2011

Orientador:  
Prof. Dr. **ANANIAS FRANCISCO DIAS JÚNIOR**

Dissertação apresentada para a obtenção do título de  
Mestra Ciências, Programa: Recursos Florestais. Opção  
em: Tecnologia de Produtos Florestais

Piracicaba  
2024

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação**  
**DIVISÃO DE BIBLIOTECA – DIBD/ESALQ/USP**

Silva, Kamilla Crysllayne Alves da

Chips de resíduos madeireiros termotratados para uso na maturação da  
cachaça / Kamilla Crysllayne Alves da Silva. - - versão revisada de acordo  
com a Resolução CoPGr 6018 de 2011. Piracicaba, 2024.

96 p.

Dissertação (Mestrado) - - USP / Escola Superior de Agricultura “Luiz  
de Queiroz”.

1. Lascas de madeira 2. Tratamento térmico 3. Composição química  
4. Maturação de bebidas 5. Compostos fenólicos I. Título

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à memória do meu querido Tio João Maria Cardoso, nosso "Baica". Um homem honesto, que sempre enfatizou a importância dos estudos. Você sempre será lembrado.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, inicialmente, a minha família, aos meus pais (Evanilson Alves e Katiusti Tomaz), que sempre me mostraram o caminho dos estudos e sem o apoio deles nessa longa caminhada, nada seria possível. A minha irmã (Kallyne), meus avós (Maria Tomaz e José Soares) e aos meus tios (Tatiane Tomaz e Diego Valdevino) que sempre estão torcendo e comemorando minhas conquistas.

Ao meu companheiro, amigo e amor da minha vida, Vitor. Agradeço por todo o companheirismo, não apenas nesses dois anos de mestrado, mas desde o início dessa jornada no pré-vestibular. Sem sua força e ajuda diária, tudo teria sido muito mais difícil.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Ananias Francisco Dias Júnior, por acreditar em mim mesmo quando eu duvidava. Agradeço por todo o conhecimento e experiência adquiridos nesses anos de trabalho juntos. Reconheço que a Kamilla do início do mestrado não é a mesma que está concluindo esta etapa.

Aos professores que contribuíram para a construção desta pesquisa. À Prof.<sup>a</sup> Dra. Luciana Parreira (UFES), pela troca de conhecimentos e disponibilidade. À Prof.<sup>a</sup> Dra. Maria das Graças Cardoso e ao Dr. Wilder Douglas Santiago (UFLA), pela parceria na pesquisa e realização das análises.

À Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” da Universidade de São Paulo e ao Programa de Pós-Graduação em Recursos Florestais (PPGRF) pelo suporte fornecido ao longo desses anos. Fazer parte disso é a realização de um sonho. À CAPES, pela bolsa concedida ao longo do curso.

Aos amigos do Laboratório de Energia da Biomassa (LEB/UFES), pelo apoio e companheirismo desde o início, em especial a Gabriela Amorim, Gabriela Mayrinck, Luis Felipe, Iara Carmona, Fernanda Nazário, Fabíola Delatorre, Állison Moreira, Alfredo Júnior e Allana Katiussya. Um agradecimento especial a Fernanda Moura e João Ucella, amigos de graduação, que me hospedaram em sua casa durante alguns meses para a realização das minhas análises em Jerônimo Monteiro. Meu muito obrigada a cada um de vocês.

Aos meus amigos de graduação (Nayane, Luan, Abidã, Rodolpho, Malu e Yanka) que até hoje compartilhamos nossas angústias e conquistas, ignorando os mais de 3.000

km de distância entre Piracicaba – SP > Natal – RN. Vocês sempre estarão em meu coração.

## SUMÁRIO

RESUMO .....	8
ABSTRACT .....	9
1. INTRODUÇÃO GERAL .....	11
Referências .....	13
2. REVISÃO DE LITERATURA.....	17
2.1. Cachaça .....	17
2.2. Maturação e o uso de <i>chips</i> de madeira .....	19
2.3. Termotratamento da madeira.....	24
2.4. Termotratamento e a formação de congêneres.....	28
Referências .....	31
3. APLICAÇÃO DO TERMOTRATAMENTO EM CHIPS DE MADEIRA DE <i>Citrus sinensis</i> , <i>Psidium Guajava</i> E <i>Quercus coccinea</i> PARA INCREMENTO NA MATURAÇÃO DA CACHAÇA .....	35
Resumo. ....	35
Abstract.....	36
3.1. Introdução .....	37
3.2. Material e Métodos .....	38
3.2.1. Coleta e preparo do material .....	38
3.2.2. Termotratamento.....	39
3.2.3. Caracterização física das madeiras .....	42
3.2.4. Caracterização química das madeiras.....	43
3.2.5. Análise termogravimétrica (TGA).....	43
3.2.6. Espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier (FTIR) .....	43
3.2.7. Análise de microestruturas das madeiras (MEV).....	44
3.2.8. Análises colorimétricas das madeiras .....	44
3.2.9. Delineamento experimental e análise de dados .....	44
3.3. Resultados e Discussão.....	45
3.3.1. <i>Caracterização física das madeiras</i> .....	45
3.3.1. Caracterização química das madeiras.....	47
3.3.2. Análise termogravimétrica (TGA).....	48

	7
3.3.3. Espectroscopia infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) .....	50
3.3.4. Análise visual de microestruturas das madeiras (MEV).....	53
3.3.5. Análise colorimétrica das madeiras .....	54
3.3.6. Aplicações práticas e futuras pesquisas .....	56
3.4. Conclusões .....	57
Referências. ....	57
4. INSIGHTS ACERCA DA UTILIZAÇÃO DE CHIPS TERMOTRATADOS DE MADEIRA DE <i>Citrus sinensis</i> , <i>Psidium guajava</i> E <i>Quercus coccinea</i> NA MATURAÇÃO DA CACHAÇA.....	63
Resumo. ....	63
Abstract.....	64
4.1. Introdução .....	65
4.2. Material e Métodos .....	67
4.2.1. Preparação e termotratamento dos chips .....	67
4.2.2. Procedimento experimental .....	68
4.2.3. Intensidade da cor .....	69
4.2.4. Compostos fenólicos totais .....	69
4.2.5. Compostos fenólicos por cromatografia líquida (HPLC) .....	70
4.2.6. Delineamento experimental e análise de dados.....	72
4.3. Resultados e Discussão.....	72
4.3.1. Intensidade da cor .....	72
4.3.2. Compostos fenólicos totais .....	73
4.3.3. Compostos fenólicos por cromatografia líquida (HPLC) .....	75
4.3.4. Aplicações práticas e futuras pesquisas .....	79
4.4. Conclusões .....	80
Referências. ....	80
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	87
APÊNDICES .....	89

### **Chips de resíduos madeireiros termotratados para uso na maturação da cachaça**

A cachaça é uma bebida típica do Brasil e pode ter suas qualidades sensoriais melhoradas por meio de algumas técnicas, como a maturação. A maturação da cachaça, tradicionalmente ocorre em barris de *Quercus spp.*, entretanto, este método demanda um elevado custo e longo período. Pensando nisso, a utilização de chips de madeira para a maturação da cachaça possibilita uma alternativa para o setor, além de proporcionar novas tipicidades a bebidas. O objetivo geral desta pesquisa foi investigar a influência do termotratamento em resíduos madeireiros de *Citrus sinensis* e *Psidium guajava* e seu impacto nas características físico-químicas desses chips considerando seu uso no setor de maturação da cachaça. Além das espécies de madeira residual, o *Quercus coccinea* foi escolhido como padrão de referência, dada a sua extensa utilização no setor. O primeiro capítulo, concentra-se no aprimoramento do processo de termotratamento dos resíduos madeireiros das duas espécies frutíferas e do *Q. coccinea*, para o uso na maturação da cachaça, utilizando as temperaturas de 180, 200 e 240 °C. Foram analisadas as características físicas e químicas das três espécies de madeira e os efeitos provocados pelo termotratamento. Os resultados demonstraram que o aumento da temperatura causa a degradação dos compostos da madeira, gerando novos compostos importantes para o setor de maturação de bebidas, como os compostos guaiacil e siringil. O capítulo dois, explora a interação entre os chips termotratados das espécies escolhidas e a cachaça, visando aprimorar suas características. Para isso, foi analisado o perfil dos compostos fenólicos nas cachaças em cada tratamento. Observou-se um aumento na quantidade de compostos fenólicos nas cachaças maturadas com chips submetidos a maiores temperaturas, assim como maior intensidade de cor e compostos fenólicos nas cachaças com maior tempo de maturação. As cachaças maturadas com chips de *C. sinensis*, *P. guajava* e *Q. coccinea* apresentaram compostos importantes para o setor de bebidas, como vanilina, siringaldeído e coniferaldeído. Além disso, as cachaças com chips de *P. guajava* e *Q. coccinea* também revelaram a presença de ácido p-cumárico, um composto normalmente encontrado apenas em bebidas destiladas com mais de 25 anos. Estudos futuros devem focar em avaliar se um maior período de termotratamento produzirá maiores quantidades desses compostos. Além disso, é fundamental explorar novas espécies madeireiras para assim criar alternativas sustentáveis e eficientes para a maturação de destilados.

Palavras-chave: Lascas de madeira, Tratamento térmico, Composição química, Maturação de bebidas, Compostos fenólicos

## ABSTRACT

**Thermally treated wood waste chips for cachaça maturation**

Cachaça is a traditional Brazilian beverage, and its sensory qualities can be enhanced through various techniques, such as maturation. Traditionally, cachaça maturation occurs in *Quercus spp.* barrels, however, this method is costly and time-consuming. In this context, the use of wood chips for cachaça maturation provides a viable alternative for the industry, while also offering new sensory profiles for the beverage. The main objective of this research was to investigate the influence of heat treatment on wood residues from *Citrus sinensis* and *Psidium guajava* and its impact on the physicochemical characteristics of these chips, considering their use in the cachaça maturation process. In addition to the fruitwood species, *Quercus coccinea* was chosen as a reference standard due to its widespread use in the sector. The first chapter focuses on optimizing the heat treatment process for the wood residues from the two fruit species and *Q. coccinea* for use in cachaça maturation, applying temperatures of 180, 200, and 240 °C. The physical and chemical characteristics of the three wood species and the effects of heat treatment were analyzed. The results demonstrated that increasing the temperature leads to the degradation of wood compounds, generating new compounds important for the beverage maturation industry, such as guaiacyl and syringyl compounds. The second chapter explores the interaction between the heat-treated chips from the selected species and cachaça, aiming to improve its characteristics. The profile of phenolic compounds in the cachaça from each treatment was analyzed. An increase in the amount of phenolic compounds was observed in cachaças matured with chips subjected to higher temperatures, as well as greater color intensity and phenolic content in cachaças with longer maturation periods. Cachaças matured with chips from *C. sinensis*, *P. guajava*, and *Q. coccinea* showed important compounds for the beverage industry, such as vanillin, syringaldehyde, and coniferaldehyde. Additionally, cachaças with *P. guajava* and *Q. coccinea* chips also revealed the presence of p-coumaric acid, a compound typically found only in distilled beverages aged for over 25 years. Future studies should focus on assessing whether a longer heat treatment period will produce higher amounts of these compounds. Furthermore, it is essential to explore new wood species to create sustainable and efficient alternatives for the maturation of distilled beverages.

**Keywords:** Wood waste, Thermal treatment, Chemical composition, Beverage maturation, Phenolic compounds



## 1. INTRODUÇÃO GERAL

A cachaça, ou aguardente de cana, é a denominação para o destilado produzido no Brasil, com uma graduação alcoólica entre 38 e 48% em volume a 20 °C (Brasil, 2005). Com base no volume produzido, os estados de São Paulo, Pernambuco e Ceará são os responsáveis por 70% de toda a produção de aguardente industrial do país (IBRAC, 2019). No mercado de exportação da cachaça, o Brasil exportou mais de 8 milhões de litros em 2021, gerando um faturamento superior a US\$20.000.000, onde os principais destinos foram o Paraguai e a Alemanha (Brasil, 2024). As exigências tanto por parte dos consumidores, quanto por parte do mercado interno e externo, fazem com que cada vez mais sejam implementadas melhorias para a qualidade das bebidas.

O processo de envelhecimento, embora não seja obrigatório, é crucial para melhorar o perfil sensorial da cachaça (Castro et al., 2020). O processo de envelhecimento visa desenvolver, com base no contato da bebida com a madeira, características sensoriais específicas nas bebidas, como sabor, aroma e cor (Martín-del-Campo et al., 2019). Embora essa técnica de envelhecimento de bebidas em barris seja tradicional, apresenta algumas desvantagens que foram apontadas com o passar dos anos. Os barris necessitam de um alto investimento e espaço para serem acomodados (Tao et al., 2014), o uso prolongado além de reduzir a quantidade de congêneres, pode haver riscos de contaminação por meio de microrganismos (Balcerek et al., 2017).

Pensando nos problemas durante o processo de envelhecimento de bebidas em barris que a União Europeia em 2006 concedeu a utilização de fragmentos de madeira para a maturação de bebidas e, somente em 2021, o Brasil permitiu o uso desta prática (Brasil, 2021). No entanto, a maioria dos estudos desenvolvidos após a concessão de autorização para essa prática utilizaram apenas chips de espécies de *Quercus spp.* (Arapitsas et al., 2004; Bortoletto e Alcarde, 2015; Călugăr et al., 2020; Cioch-Skoneczny et al., 2023; Gordillo et al., 2013; Rodriguez Madrera et al., 2013). Uma abordagem ecológica e inovadora proposta aqui nesta pesquisa é aproveitar os resíduos madeireiros advindos de pomares de espécies frutíferas, que se destacam tanto pela geração dos resíduos quanto pelas suas características físico-químicas, que podem agregar qualidade sensorial a cachaça. O Brasil possui mais de 550 mil hectares de plantação de *Citrus sinensis* (laranja) (IBGE, 2022),

liderando a produção global desta espécie (FAO, 2022). No entanto, essa alta produção também resulta em grande geração de resíduos, especialmente no fim do ciclo produtivo. Em um estudo, foi observado que uma única espécie de *Citrus spp.* pode gerar cerca de 4,7 toneladas de biomassa seca por hectare anualmente (Aliaño-González et al., 2022). Outra espécie frutífera de grande importância econômica para o país é a *Psidium guajava* (goiabeira), sendo o Brasil líder mundial da produção de goiaba vermelha (IBGE, 2022). A poda dessa espécie gera em torno de 12 kg de biomassa residual por árvore, segundo um estudo realizado no México (Ruiz-García et al., 2022).

A composição química e características sensoriais das bebidas são afetadas por diversos fatores relacionados a madeira e uma delas é a “tostagem” da madeira (Canas, 2017), termo usado na indústria de bebidas para descrever o processo de termotratamento. O termotratamento da madeira é uma técnica que consiste em submeter o material a temperaturas entre 160 e 240 °C (Zelinka et al., 2022), resultando na degradação dos compostos, como hemiceluloses, celulose e lignina (Barskov et al., 2019). Existem outras terminologias para essa técnica, como “modificação térmica” (Gao et al., 2018; He et al., 2023), “tratamento térmico” (Melo et al., 2019) ou “retificação térmica” (De Cademartori et al., 2012). A degradação, ocasionada pelo termotratamento, promove a decomposição térmica dos compostos estruturais da madeira (hemiceluloses, celulose e lignina) e dessa decomposição ocorre a formação de novos compostos que melhoram os aspectos sensoriais da bebida. No entanto, mesmo que se saiba que a ação do calor ocasiona mudanças físico-químicas na madeira e que essas mudanças geram novos compostos que alteram a qualidade sensorial das bebidas, a técnica de termotratamento em madeira para a maturação de bebida com uso de chips, ainda não tem uma padronização no processo de termotratamento. Existem alguns estudos que empregam os chips termotratados de *Quercus spp.* para a maturação de algumas bebidas alcoólicas, mas cada autor utiliza um termotratamento diferente (Bortoletto, 2016; Costa et al., 2021; Suhas et al., 2024).

Desse modo, com os problemas mencionados anteriormente, incluindo a utilização desenfreada de espécies de *Quercus coccinea* (carvalho americano) e a falta de padronização do termotratamento para o uso de chips de madeira na maturação da cachaça, esta pesquisa teve como objetivo investigar resíduos de duas espécies frutíferas, *C. sinensis* e *P. guajava*, analisando seu comportamento em relação às

características físicas e químicas em resposta ao termotratamento, bem como sua aplicação na maturação da cachaça. Para isso, a pesquisa foi dividida em dois capítulos. No primeiro capítulo, concentra-se no aprimoramento do processo de termotratamento dos resíduos madeireiros das duas espécies frutíferas, *C. sinensis* e *P. guajava*, para o uso na maturação da cachaça. O segundo capítulo, explora a interação entre os chips de resíduos madeireiros termotratados de *C. sinensis* e *P. guajava* para aprimorar as características sensoriais da cachaça. Isso foi analisado levando em consideração tanto a temperatura de tratamento da madeira quanto o tempo de maturação, resultando em novos perfis aromáticos que realçam o potencial da bebida. Além das espécies de madeira residual, o *Q. coccinea* foi escolhido como padrão de referência, dada a sua extensa utilização no setor.

## Referências

- Aliaño-González, M.J., Gabaston, J., Ortiz-Somovilla, V., Cantos-Villar, E., 2022. Wood Waste from Fruit Trees: Biomolecules and Their Applications in Agri-Food Industry. *Biomolecules* 12, 238. <https://doi.org/10.3390/BIOM12020238/S1>
- Arapitsas, P., Antonopoulos, A., Stefanou, E., Dourtoglou, V.G., 2004. Artificial aging of wines using oak chips. *Food Chem.* 86, 563–570. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2003.10.003>
- Balcerek, M., Pielech-Przybylska, K., Dziekońska-Kubczak, U., Patelski, P., Strak, E., 2017. Changes in the Chemical Composition of Plum Distillate During Maturation with Oak Chips under Different Conditions. *Food Technol. Biotechnol.* 55, 333–359. <https://doi.org/10.17113/FTB.55.03.17.5145>
- Barskov, S., Zappi, M., Buchireddy, P., Dufreche, S., Guillory, J., Gang, D., Hernandez, R., Bajpai, R., Baudier, J., Cooper, R., Sharp, R., 2019. Torrefaction of biomass: A review of production methods for biocoal from cultured and waste lignocellulosic feedstocks. *Renew. Energy* 142, 624–642. <https://doi.org/10.1016/J.RENENE.2019.04.068>
- Bortoletto, A.M., 2016. Influência da madeira na qualidade química e sensorial da aguardente de cana envelhecida. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, Piracicaba. <https://doi.org/10.11606/T.11.2016.TDE-19042016-122917>

- Bortoletto, A.M., Alcarde, A.R., 2015. Aging marker profile in cachaça is influenced by toasted oak chips. *J. Inst. Brew.* 121, 70–77. <https://doi.org/10.1002/JIB.202>
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Anuário da cachaça/Secretaria de Defesa Agropecuária. – Brasília: MAPA/AECS, 2022. 29 p. ISBN: 978-85-7991-173-6
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução normativa nº 13, de 29 de junho de 2005. *Diário Oficial da União*. Brasília, 29 de junho de 2005.
- Călugăr, A., Coldea, T.E., Pop, C.R., Pop, T.I., Babeș, A.C., Bunea, C.I., Manolache, M., Gal, E., 2020. Evaluation of Volatile Compounds during Ageing with Oak Chips and Oak Barrel of Muscat Ottonel Wine. *Process.* 2020, Vol. 8, Page 1000 8, 1000. <https://doi.org/10.3390/PR8081000>
- Canas, S., 2017. Phenolic Composition and Related Properties of Aged Wine Spirits: Influence of Barrel Characteristics. A Review. *Beverages* 2017, Vol. 3, Page 55 3, 55. <https://doi.org/10.3390/BEVERAGES3040055>
- Castro, M.C., Bortoletto, A.M., Silvello, G.C., Alcarde, A.R., 2020. Lignin-derived phenolic compounds in cachaça aged in new barrels made from two oak species. *Heliyon* 6, e05586. <https://doi.org/10.1016/J.HELIYON.2020.E05586>
- Cioch-Skoneczny, M., Bajerski, M., Klimczak, K., Satora, P., Skoneczny, S., 2023. Influence of oak chips addition on the physicochemical properties of beer. *Eur. Food Res. Technol.* 249, 183–197. <https://doi.org/10.1007/S00217-022-04143-3/TABLES/4>
- Costa, M., Miglior, N., Correia, A.C., Ricardo-da-Silva, J.M., Jordão, A.M., 2021. Storage of a Touriga Nacional red wine in contact with *Juglans regia* L. and *Quercus petraea* L. wood chip species: comparative influence on phenolic and sensory characteristics. *Eur. Food Res. Technol.* 247, 3037–3052. <https://doi.org/10.1007/S00217-021-03854-3/FIGURES/3>
- De Cademartori, P.H.G., Schneid, E., Gatto, D.A., Beltrame, R., Stangerlin, D.M., 2012. Modification of static bending strength properties of *Eucalyptus grandis* heat-treated wood. *Mater. Res.* 15, 922–927. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392012005000136>

- Gao, J., Kim, J.S., Terziev, N., Cuccui, I., Daniel, G., 2018. Effect of thermal modification on the durability and decay patterns of hardwoods and softwoods exposed to soft rot fungi. *Int. Biodeterior. Biodegradation* 127, 35–45. <https://doi.org/10.1016/J.IBIOD.2017.11.009>
- Gordillo, B., Cejudo-Bastante, M.J., Rodríguez-Pulido, F.J., Lourdes González-Miret, M., Heredia, F.J., 2013. Application of the differential colorimetry and polyphenolic profile to the evaluation of the chromatic quality of Tempranillo red wines elaborated in warm climate. Influence of the presence of oak wood chips during fermentation. *Food Chem.* 141, 2184–2190. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2013.05.014>
- He, L., Zhang, T., Zhao, Y., Zhao, X., Hao, T., Xu, K., Wang, T., He, Z., Yi, S., 2023. Contribution of tung oil to the resistance of heat-induced wood shrinkage during thermal modification. *Ind. Crops Prod.* 204, 117359. <https://doi.org/10.1016/J.INDCROP.2023.117359>
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção agrícola no Brasil, IBGE, 2021. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pesquisa/15/11863?tipo=grafico&indicador=11955>. Acesso em: 01 out, 2022.
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção agrícola no Brasil, IBGE, 2021. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pesquisa/15/11863?tipo=grafico&indicador=11955>. Acesso em: 06 mai, 2024.
- INSTITUIÇÃO BRASILEIRO DE CACHAÇA. Disponível em: <<https://ibrac.net/>> <servicos/mercadointerno#:~:text=Estima%2Dse%20que%20o%20Brasil,mil%20em pregos%20diretos%20e%20indiretos>. Acesso em: 16 out. 2023
- Martín-del-Campo, S.T., López-Ramírez, J.E., Estarrón-Espinosa, M., 2019. Evolution of volatile compounds during the maturation process of silver tequila in new French oak barrels. *LWT* 115, 108386. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2019.108386>
- Melo, R.R. de, Silva, A.G. da M.F. e, Sabino, M., Stangerlin, D.M., Batista, F.G., Souza, M.J.C. de, 2019. EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO SOBRE A RESISTÊNCIA DA MADEIRA DE CAMBARÁ A CUPINS SUBTERRÂNEOS. *Rev. Ciências Agrárias* 42, 786–791. <https://doi.org/10.19084/rca.17079>

- Rodriguez Madrera, R., Garcia Hevia, A., Suárez Valles, B., 2013. Comparative study of two aging systems for cider brandy making. Changes in chemical composition. *LWT - Food Sci. Technol.* 54, 513–520. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2013.05.037>
- Ruiz-García, V.M., Huerta-Mendez, M.Y., Vázquez-Tinoco, J.C., Alvarado-Flores, J.J., Berrueta-Soriano, V.M., López-Albarrán, P., Masera, O., Rutiaga-Quiñones, J.G., 2022. Pellets from Lignocellulosic Material Obtained from Pruning Guava Trees: Characterization, Energy Performance and Emissions. *Sustain.* 2022, Vol. 14, Page 1336 14, 1336. <https://doi.org/10.3390/SU14031336>
- Suhas, E., Shinkaruk, S., Pons, A., 2024. Optimizing the identification of thiols in red wines using new oak-wood accelerated reductive treatment. *Food Chem.* 437, 137859. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2023.137859>
- Tao, Y., García, J.F., Sun, D.W., 2014. Advances in wine aging technologies for enhancing wine quality and accelerating wine aging process. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* 54, 817–835. <https://doi.org/10.1080/10408398.2011.609949>
- Zelinka, S.L., Altgen, M., Emmerich, L., Guigo, N., Keplinger, T., Kymäläinen, M., Thybring, E.E., Thygesen, L.G., 2022. Review of Wood Modification and Wood Functionalization Technologies. *For.* 2022, Vol. 13, Page 1004 13, 1004. <https://doi.org/10.3390/F13071004>

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

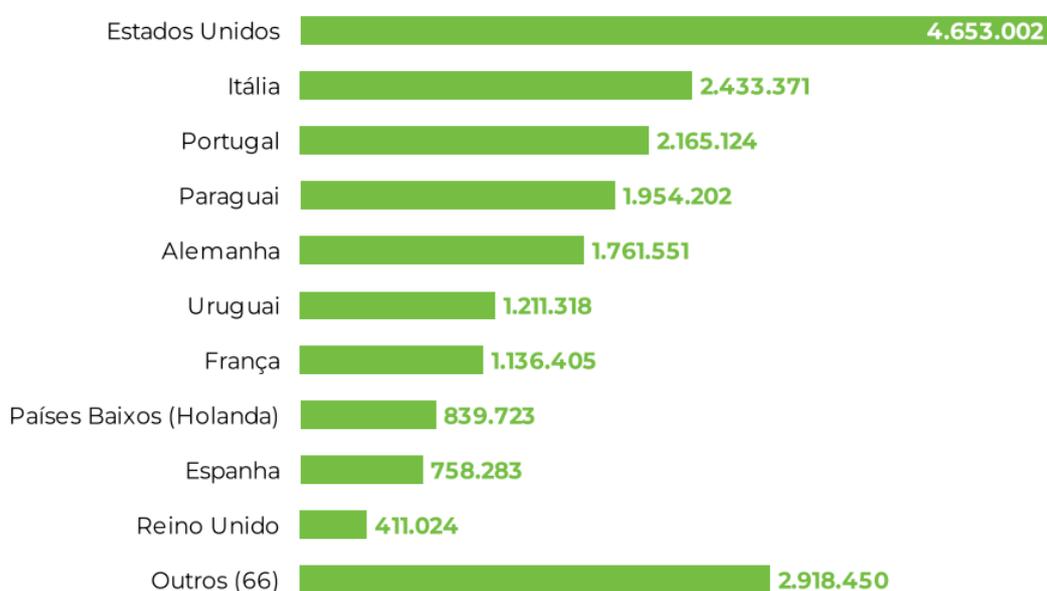
### 2.1. Cachaça

No início do período colonial brasileiro, em meados do século XVI, o colonizador português Martim Afonso de Souza iniciou a plantação de cana-de-açúcar. No processo de produção do açúcar, era gerado um subproduto líquido: o caldo de cana. Após fermentação e destilação, foi criado o que hoje é conhecido como Cachaça (Murilo Carvalho e Silvestre P. Silva, 1988). A cachaça, um destilado típico e exclusivo do Brasil, produzido a partir da cana-de-açúcar, é objeto de grande interesse econômico e social. Uma bebida tradicional e icônica, com uma rica história, diversidade de sabores e significativo valor cultural. Sua popularidade e reconhecimento crescente no cenário internacional têm contribuído para uma maior apreciação e valorização dessa bebida autenticamente brasileira. Um dos usos mais famosos da cachaça é como ingrediente principal da *Caipirinha*, um drink com uma mistura de cachaça, limão e açúcar (Granato et al., 2014).

A cachaça é denominada, segundo a Instrução Normativa nº 13 de 29 de junho de 2005 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), como destilado típico e exclusivo produzido em território brasileiro, com graduação alcoólica de 38 a 48% em v/v, a 20 °C. O processo de produção de cachaça inicia-se com o cultivo da cana-de-açúcar. Após a colheita, a matéria-prima é encaminhada para a etapa de moagem, que resulta no mosto. Esse mosto, depois de passar pelo processo de fermentação, recebe o nome de vinho. Na etapa final, que é a destilação, o vinho é separado em frações, que inclui a “cabeça”, o “coração” e a “cauda”. A fração “coração” corresponde à cachaça propriamente dita (Alcarde et al., 2010). A cachaça é uma bebida destilada com grande diversidade que pode variar por diversos fatores. As variações “Prata”, “Clássica” ou “Tradicional”, se referem a cachaça que foi armazenada em recipientes de madeira ou não, mas em caso de armazenamento esta não lhe conferiu alterações visuais. A variação “Ouro” é a cachaça que foi armazenada em recipiente de madeira e lhe transferiu mudança na sua coloração (Souza et al., 2013).

A cachaça reflete sua relevância econômica e social, com uma capacidade de produção no Brasil que chega a 1,2 bilhões de litros por ano, gerando mais de 600 mil empregos (IBRAC, 2023). A cachaça é a segunda bebida de maior mercado do Brasil,

ficando atrás somente da cerveja e a terceira bebida destilada mais consumida no mundo, depois da Vodka e do Soju (Castro, 2020). E não para por aí: o mercado de exportação da cachaça tem se destacado cada vez mais. No ano de 2021, o Brasil conseguiu exportar mais de 8 milhões de litros com um faturamento de mais de U\$20.000.000. Os principais destinos foram o Paraguai e a Alemanha (BRASIL, 2024). Por outro lado, no que se refere ao valor da mercadoria exportada, o Estados Unidos foi o país com maior mercado de exportação para a cachaça brasileira (Figura 1) (Brasil, 2024).



**Figura 1.** Principais países de destino da exportação de cachaça em 2023, por valor. Fonte: Brasil (2024).

A bebida possui um legado indiscutível de contribuição para a formação cultural do Brasil. A cachaça está incorporada a elementos socioantropológicos do Brasil, como o folclore, as religiões, a economia, as classes sociais e a gastronomia. No passado, a cachaça era servida como acompanhamento ou aperitivo de pratos regionais (Silva, 2020). Hoje, a cachaça é ingrediente principal na culinária da alta gastronomia, sendo bastante versátil e utilizada em sobremesas, molhos, temperos e carnes (Santos, 2023).

A indústria da cachaça tem passado por um processo contínuo de inovações nos últimos anos, adaptando-se às necessidades de um mercado em constante mutação e buscando uma posição competitiva nos cenários nacional e internacional.

Empresas

multinacionais, vem investindo fortemente no setor da cachaça para trazer uma sofisticação na bebida (SEBRAE, 2018). Essa sofisticação está atrelada às cachaças maturadas, que apresentam novos perfis de sabor, e práticas sustentáveis.

## 2.2. Maturação e o uso de *chips* de madeira

Bebidas destiladas recém-elaboradas são descritas de maneira sensorial como agressivas, alcoólicas, ásperas e amargas (Castro, 2020). Com a finalidade de reverter essa situação, o uso de técnicas como a maturação visa melhorar os aspectos sensoriais da bebida, por meio de alterações físico-químicas que impactam o aroma, sabor, estrutura e perfis, melhorando o produto (Ayla-Magdalen, 2019). A classificação da cachaça é definida com base no seu processo de maturação, resultando em três categorias: cachaça envelhecida, em que pelo menos 50% da bebida seja maturada em recipiente de madeira e não inferior a 1 ano; a cachaça armazenada em madeira, onde embora a bebida seja armazenada em recipiente de madeira, não atende os requisitos de envelhecimento e; a cachaça, que abrange aquelas não se enquadram em nenhuma das categorias anteriores (MAPA, 2021). O processo de maturação, tradicionalmente, é realizado em barris de madeira. No entanto, em buscas de inovações e eficiência, a indústria tem experimentado o uso de chips de madeira para a maturação de diversas bebidas.

O uso de chips de *Quercus spp.* em bebidas já vem sendo estudado por muitos anos com a finalidade de aproveitar os resíduos da fabricação de barris. Os produtores iniciaram testes fazendo uso dos chips de madeira de *Quercus spp.*, imergindo-as em bebidas nos tanques de aço inox (Mosedale e Puech, 1998; Singleton e Draper, 1961). Por consequência dos muitos usos desta prática no decorrer dos anos que a União Europeia em 2006 publicou o regulamento CEE n° 606/2006 que concedeu a utilização de fragmentos de madeira de *Quercus spp.* para a elaboração e envelhecimento de vinhos incluindo na fermentação de uvas frescas e de mostos de uvas. De Coninck et al. (2006), analisaram o envelhecimento de vinho tinto com fragmentos de madeira tostados por 20 min à 160-170 °C de duas espécies, o *Quercus petraea* e o *Quercus pyrenaica*. A concentração dos fragmentos foi de 4 g/L durante 13 semanas. Os

resultados da análise sensorial revelaram que o processo de envelhecimento do vinho com os fragmentos de madeira resultou em maiores notas de aroma tostado, madeira e vanilina, independente da espécie. Gordillo et al. (2013), avaliaram a colorimetria e perfil polifenólico de vinho tinto com adição de fragmentos de madeira de *Quercus alba* durante a fermentação na proporção de 3 g/L. Observaram que houve o aumento nos teores fenólicos que melhoram as características químicas do vinho e melhoram a estabilização da cor. Estudo realizado por Correia et al. (2023), analisaram a interação de lascas de *Quercus petraea* e *Prunus avium* (cerejeira) em diferentes cervejas artesanais e o efeito na composição volátil da bebida. As lascas de madeira das duas espécies apresentaram torra média (20 min à 160/-170 °C) com dimensão de 8 mm na concentração de 1 g/L durante 30 dias. Os resultados observados, mostraram que embora tenham ocorrido diferenças específicas nos compostos voláteis das cervejas quando houve interação com as lascas, a maioria dos grupos voláteis estavam presente nas cervejas que não tiveram contato com as lascas. Os autores argumentam que essas características podem ser atribuídas ao baixo teor alcoólico das cervejas utilizadas ou à baixa concentração das lascas na cerveja.

No Brasil essa técnica é recente, somente após a publicação da portaria do MAPA nº539 de 2022, onde estabelece o uso do acondicionamento dos fragmentos de madeira com o objetivo de conferir a bebida características sensoriais próprias da madeira utilizada. Os fragmentos de madeira devem seguir alguns requisitos, como: ser utilizados ao natural ou torrados, sem que tenham sofrido combustão; não ser adicionados de substâncias destinadas a aumentar seu poder aromatizante natural ou seus compostos fenólicos extraíveis e; não ter sofrido tratamento químico, enzimático ou físico, exceto a torra. Por consequência disso, poucos são os estudos que avaliam a interação dos fragmentos de madeira em cachaça, bebida típica e exclusiva do Brasil. Botoletto e Alcarde (2015), avaliaram marcadores de envelhecimento na cachaça por interação de chips de carvalho torrados. Foram utilizados três tipos de torras, a torra leve (100 °C por 60 min), torra média (150 °C por 60 min) e a torra pesada (180 °C por 60 min) e os chips de carvalho foram utilizados na concentração de 1 g/L por 15 dias. A torra pesada aumentou o teor dos marcadores de envelhecimento da cachaça, como o ácido serínico, vanilina e siringaldeído. Estudo mais recente, realizado por Abreu-Naranjo et al. (2023), analisaram a aplicação de lascas de carvalho branco e ultrassom em

aguardente de cana-de-açúcar. As lascas de carvalho com dimensão de 100 x 100 x 100 mm, sem torra e com torra (180 °C por 3 h) a uma concentração de 12 g/L durante 30 dias. A combinação dos chips e ultrassom teve efeito positivo sobre a aguardente de cana-de-açúcar, onde aumentou o teor de polifenóis.

A maturação de bebidas por meio do acondicionamento de chips de madeira é uma técnica que vem ganhando destaque na busca pela inovação e eficiência na produção de novas bebidas. Embora tradicionalmente a maturação em barris seja muito valorizada, o uso de chips de madeira abre portas para uma tecnologia alternativa. Esta técnica permite a criação de novas bebidas com perfis de sabor distintos em um período mais curto, se comparado com o envelhecimento em barris. Trabalhos científicos envolvendo o uso de chips de madeira, predominantemente de *Quercus spp.*, em diversas bebidas, têm aberto oportunidades para pesquisas com espécies de madeira menos comuns na indústria, bem como em novos tipos de bebidas, como a cachaça (Tabela 1).

**Tabela 1.** Pesquisas com utilização de chips de madeira para envelhecimento/maturação de bebidas.

(continua)

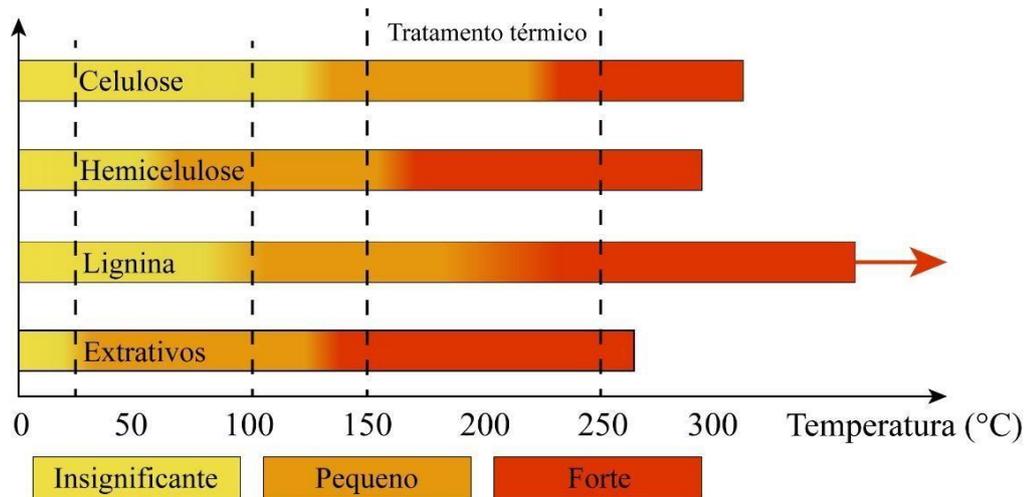
Bebida	Madeira/Tratamento					Resultados	Referência
	Espécie	Tratamento Térmico	Dimensões	Dosagem	Tempo		
Vinho branco Asyrtiko	Carvalho	200 °C por 2 h	Pequena: 1 cm x 1 cm x 0,1 cm Grande: 3,4 cm x 2 cm x 1 cm	Lascas pequenas: 1 g/L Lascas grandes: 8 g/L Barril	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, e 14 dias	No final da segunda semana, o vinho tratado com lascas apresentou o dobro de concentração de furfural quando se comparado ao vinho tratado em barril	(Arapitsas et al., 2004)
Destilado	Carvalho americano, francês e espanhol. Castanheira Cerejeira Amieieiro Freixo e Faia	Nível 1: 185 °C por 20 min Nível 2: 185 °C por 60 min Amostras comerciais com torra “média plus”	Chips	6 g/L	4 semanas	Os chips de castanheira, carvalho espanhol e de cerejeira mostraram perfil fenólico e furânicos, fenóis totais e atividade antioxidante equivalentes aos carvalhos comerciais. As diferenças significativas, deveram-se tanto às espécies quanto ao tempo de tostagem.	(Madrera et al., 2010)
Cerveja Lager	Carvalho francês	Leve: 150 °C por 60 min Média: 175 °C por 78 min Forte: 195 °C por 90 min	Cubos Barril	3 g/L 1 unidade	3 meses	A cerveja lager armazenada com os cubos de carvalho com torra forte apresentaram maior concentração de compostos fenólicos de baixo peso molecular, seguida pela cerveja maturada em barril.	(Wylar et al., 2015)
Cachaça	Carvalho de florestas de Allier, Vosges e Nièvre	Leve: 100 °C por 60 min Média: 150 °C por 60 min Forte: 180 °C por 60 min	Lascas (9 mesh/tyler)	1 g/L	15 dias	O aumento na intensidade da tostagem aumentou o conteúdo dos marcadores de envelhecimento na cachaça, especialmente ácido síringico, vanilina, siringaldeído, coniferaldeído e sinapaldeído.	(Bortolletto e Alcarde, 2015)
Destilado de vinho	Carvalho americano Carvalho francês	Leve Médio e Pesado (Não especifica temperatura e tempo)	Granulado Chips	5 g/L 15 g/L 25 g/L	2, 4 e 6 semanas	Os melhores resultados foram obtidos com o menor tamanho de fragmento, o granulado, e com a torra médio. O tempo de contato não influenciou significativamente.	(Rodríguez-Solana et al., 2017)

Cerveja	Carvalho americano Carvalho francês	Tosta média (Não específica temperatura e tempo)	Cavacos	3 g/L 5 g/L 7 g/L	18 dias 2 e 3 meses	As cervejas com adição dos cavacos obtiveram maior eficiência de fermentação. O teor alcoólico diminuiu após 3 meses. Maiores quantidades de cavacos resultaram em maiores concentrações de ésteres, proporcionando um amplo buquê aromático.	(Cioch-Skoneczny et al., 2023)
Aguardente de caqui	Carvalho	Tosta média (Não específica temperatura e tempo)	Lascas	5 g/L 10 g/L 15 g/L	7, 30, 90, 150 e 210 dias	As lascas tiveram efeitos positivos na bebida. A coloração amarela dourada foi obtida com 10 e 15 g/L de lascas. A aguardente apresentou maior teor total de compostos voláteis quando envelhecidas com 10 g/L.	(Nie et al., 2023)
Vinho tinto	Carvalho francês	Leve: 180 °C por 4 h Média: 200 °C por 2 h Intensa: 225 °C por 2 h	Lascas	50 g/L	7 dias	Foi identificado o composto 2-metoxibenzenotiol que remete a notas como “cebola”, “defumado” e “fenólico”	(Suhas et al., 2024)

### 2.3. Termotratamento da madeira

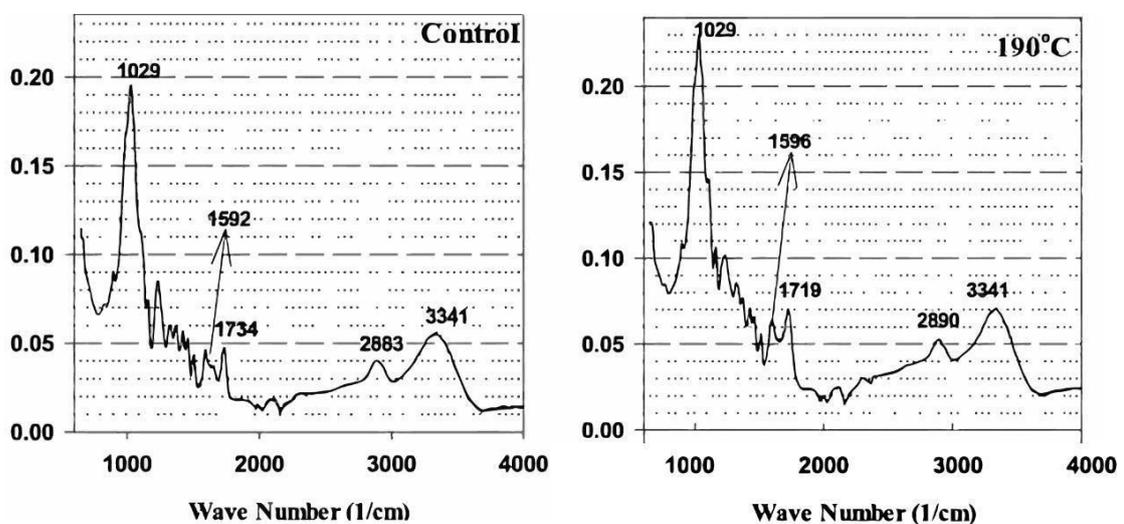
O termotratamento da madeira é um processo que tem por objetivo modificar as propriedades da madeira por meio da ação do calor. Esse processo envolve a aplicação de calor na faixa de temperaturas entre 160 e 240 °C (Zelinka et al., 2022). Abaixo de 150 °C, mudanças irreversíveis ocorrem, mas a lignina não apresenta mudanças significativas. Acima de 240 °C, a degradação é severa, iniciando a carbonização (Esteves, 2009). A temperatura e duração pode variar, de acordo com o objetivo, espécie da madeira, tamanho das amostras, umidade e as propriedades desejadas (Korkut e Hiziroglu, 2009). A exposição da madeira ao calor pode provocar várias alterações em sua estrutura, resultando na degradação térmica, um processo que ocorre sem combustão, mas apenas à ação do calor (Borges e Quirino, 2004).

Durante o processo de termotratamento, é possível observar variações no teor de lignina, bem como na quantidade de extrativos, embora tais mudanças possam variar a depender da espécie (Brito et al., 2008). O termotratamento tem impacto na alteração da coloração natural da madeira (Gouveia, 2008; Lopes et al., 2014; Yildiz et al., 2013). No contexto das alterações provocadas pelo calor, os extrativos da madeira são os mais suscetíveis, iniciando uma forte degradação a temperaturas próximas a 125 °C. As hemiceluloses, por sua vez, começam a se degradar de maneira mais intensa em torno de 150°C. Em seguida, a celulose, devida à presença de regiões amorfas, semicristalinas e cristalinas, inicia-se a degradação forte a temperaturas superiores a 200 °C. Por fim, a lignina, componente da madeira mais resistente à ação do calor, completa seu processo de degradação em temperaturas que ultrapassam as do tratamento térmico, Figura 2 (Sundqvist, 2004).



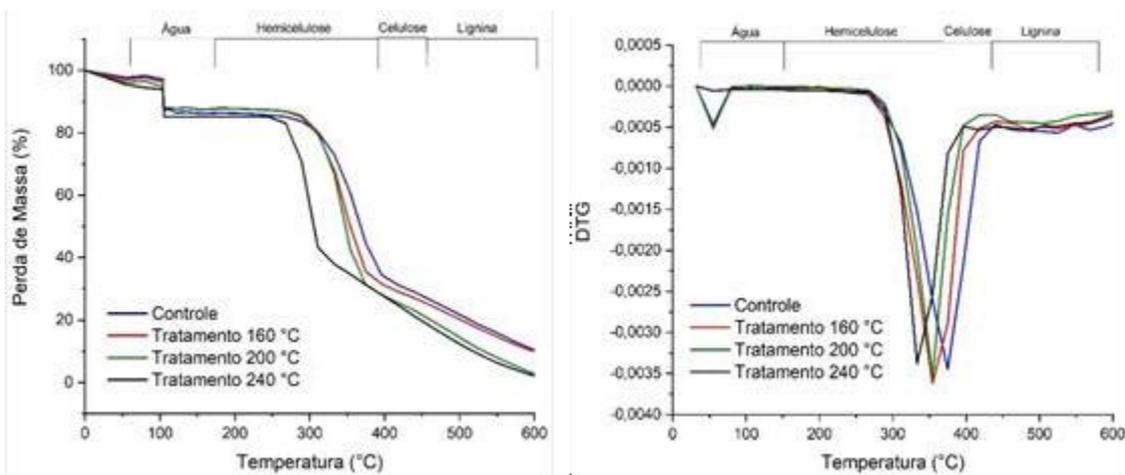
**Figura 2.** Alterações dos componentes da madeira com a temperatura. Fonte: Adaptado de Sundqvist (2004).

Hoseinzadeh; Zabihzadeh; Dastoorian (2019) estudaram a espécie faia oriental (*Fagus orientalis*) tratada termicamente a 160, 175 e 190 °C por 24 h e analisaram a estrutura química da madeira, por meio da Espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier (FTIR), Figura 3. O espectro indica que a banda larga com o pico de 3341  $\text{cm}^{-1}$  aumentou no tratamento térmico de 190 °C e que essa intensidade pode ser atribuída à desconstrução da hemiceluloses e partes amorfas da celulose e ao aumento da cristalinidade da celulose. O picode 1592  $\text{cm}^{-1}$ , também se intensificou na temperatura de 190 °C, este pico é referido à vibração esquelética aromática CC da lignina. Os picos 1505  $\text{cm}^{-1}$  e 1510  $\text{cm}^{-1}$  são para a lignina, unidades guaiacil e siringil.



**Figura 3.** Espectros de FTIR da madeira controle e tratada termicamente à 190 °C. Adaptado de Hoseinzadeh; Zabihzadeh; Dastoorian (2019).

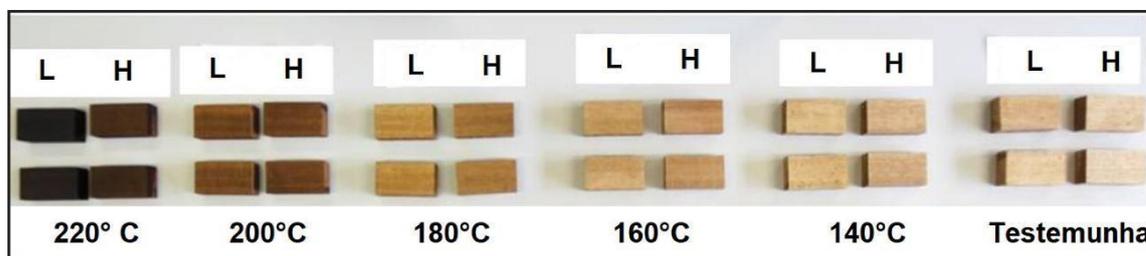
Romer Schulz et al., (2021) analisaram as alterações que o tratamento térmico afeta as propriedades físicas da madeira. As amostras de *Pinus elliotti* foram tratadas termicamente à 160, 200 e 240 °C por 2 h em uma estufa de circulação de ar. As análises ocorreram por meio de Análise Termogravimétrica (TGA) representado pela perda de massa e Derivadas de curvas termogravimétricas (DTG), Figura 4. A remoção da água de constituição na madeira é evidenciada um gradiente maior de perda de massa entre o tratamento controle e o tratamento com maior temperatura (240 °C). Isso é explicado pelo fato de no tratamento térmico já ocorrerem alterações na água de constituição da madeira. A faixa da hemiceluloses (150 °C – 380 °C), observa-se uma diferença entre os tratamentos, sendo o controle apresentando um atraso na perda de massa, devido aos demais já terem passado por um tratamento térmico. Na faixa de manipulação da celulose e lignina (380 °C – 600 °C), é evidente que ambas se mantiveram com perdas de massas constantes entre os tratamentos, sendo destacado o tratamento controle e a 240 °C.



**Figura 4.** Curvas de análises termogravimétricas (TGA) e primeira derivada das curvas termogravimétricas (DTG) de *Pinus elliotti*. Fonte: Romer Schulz et al. (2021).

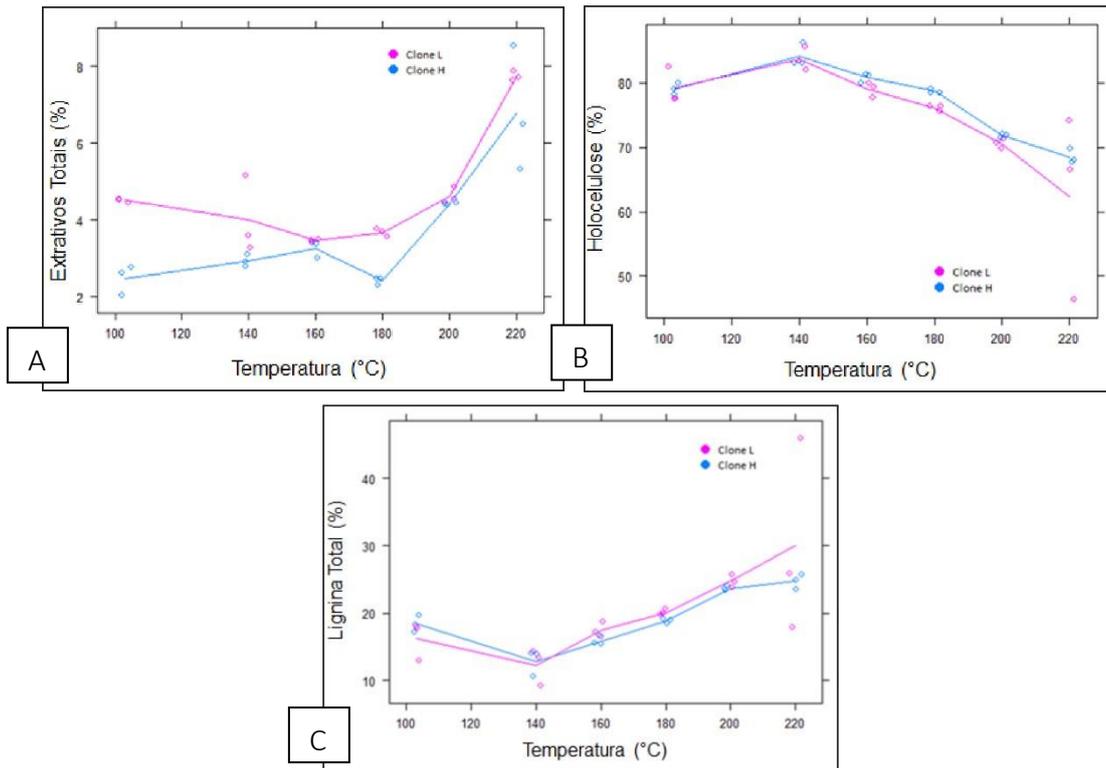
Barreiros et al., (2023), investigaram o comportamento químico e físico de clones de eucalipto termorretificados. A madeira de dois clones híbridos (H e L) de *Eucalyptus urograndis* foram termorretificados à 140, 160, 180, 200 e 220 °C. As amostras foram aquecidas à 100 °C por 2 h e, em seguida, foi submetido a aumento dessa temperatura de 1,34°C/min até as temperaturas finais de cada tratamento, onde permaneceu por 2,5 h. O tratamento controle foi aquecido por 100 °C até obter massa constante. Foi realizado a análise

visual das amostras de madeira antes e após o tratamento térmico, em que foi observado mudanças na coloração em resposta a aplicação da temperatura (Figura 5).



**Figura 5.** Comportamento da cor da madeira dos clones L e H após e antes da aplicação da termorretificação. Fonte: Barreiros et al. (2023).

Como resultado das análises químicas da madeira, o teor de extrativos (Figura 6A), foi observado um decréscimo em temperaturas mais baixas e um aumento em temperaturas mais elevadas. Essa diferença significativa apenas de temperatura, porém não houve diferença estatística. O teor de holocelulose foi reduzido com o aumento da temperatura de maneira semelhante para ambos os clones (Figura 6B). Em relação ao teor de lignina total, observou-se que no tratamento à 140 °C ocorreu uma redução e logo após um aumento contínuo para ambos os clones. Esse comportamento ocorre em detrimento da diminuição do teor de holocelulose (Figura 6C).

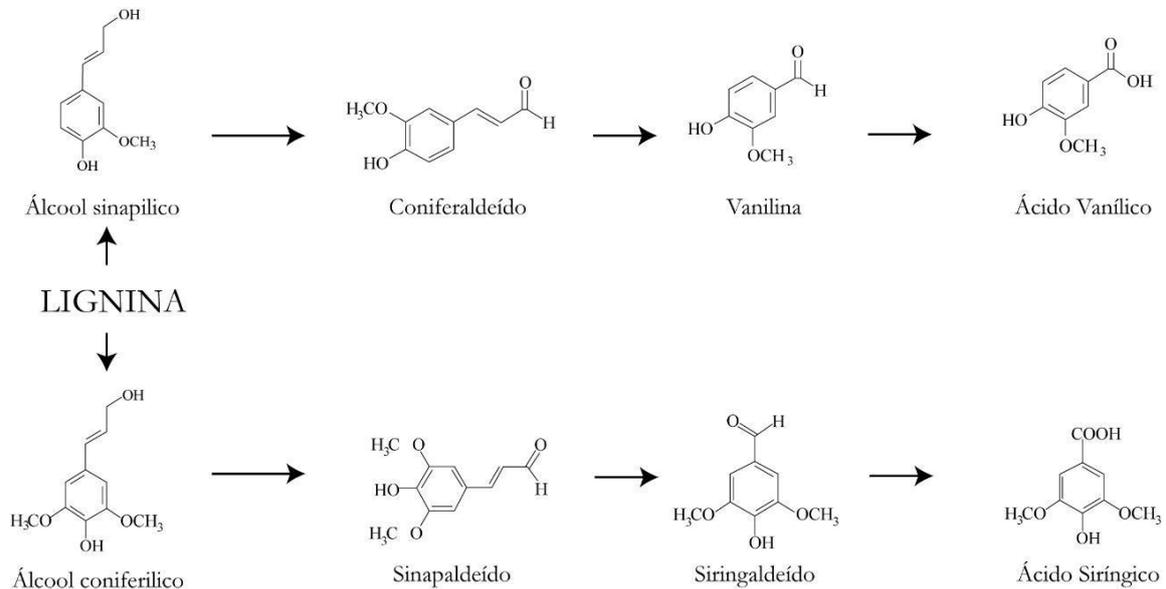


**Figura 6.** (A) Comportamento do teor de extrativos totais em relação a aplicação ao tratamento térmico, (B) Comportamento do teor de hemicelulose em relação a aplicação ao tratamento térmico e (C) Comportamento do teor de lignina total em relação a aplicação ao tratamento térmico. Fonte: Barreiros et al. (2023).

## 2.4. Termotratamento e a formação de congêneres

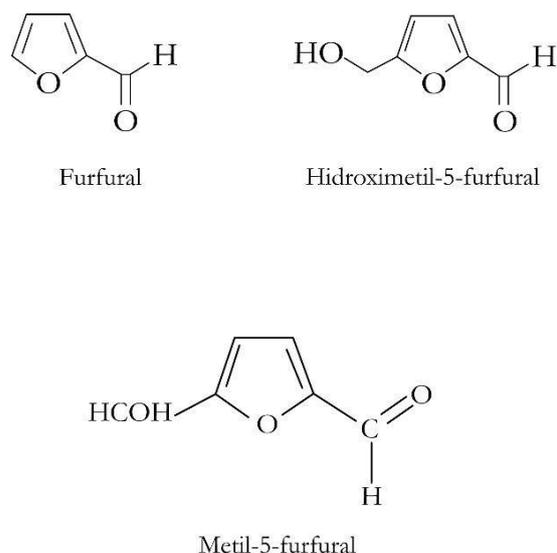
Durante o processo de termotratamento, os componentes químicos da madeira, como lignina, celulose e hemiceluloses, geram novos compostos e proporcionam novas substâncias aromáticas (Bortoletto, 2016; Leão, 2006). A lignina é um biopolímero aromático, que compreende 15-30% da massa da madeira (Schutyser et al., 2018), sendo a principal macromolécula que tem efeito sob as bebidas, devido ao seu maior potencial para a formação de congêneres de envelhecimento. A macromolécula de lignina, apresenta em sua composição ramificações de álcoois: álcool coniferílico, p-cumarílicos e sinapílicos (Cernîșev, 2017). O álcool coniferílico é convertido em coniferaldeído, que por sua vez é transformado em vanilina após oxidação. O álcool sinapílico origina o sinapaldeído, que se converte em siringaldeído e é oxidado gerando o ácido sirínico (Figura 7). Estes compostos podem ser associados sensorialmente a “baunilha”, “pimentas”, “especiarias”, “floral” e “amêndoas” (Cernîșev, 2017; Chatonnet e Dubourdiou, 1998). Os compostos derivados da oxidação do

álcool p-cumarílico são encontrados em pequenas quantidades, apenas em destilados extra-envelhecidos, ou seja, com mais de 25 anos (Castro, 2020).



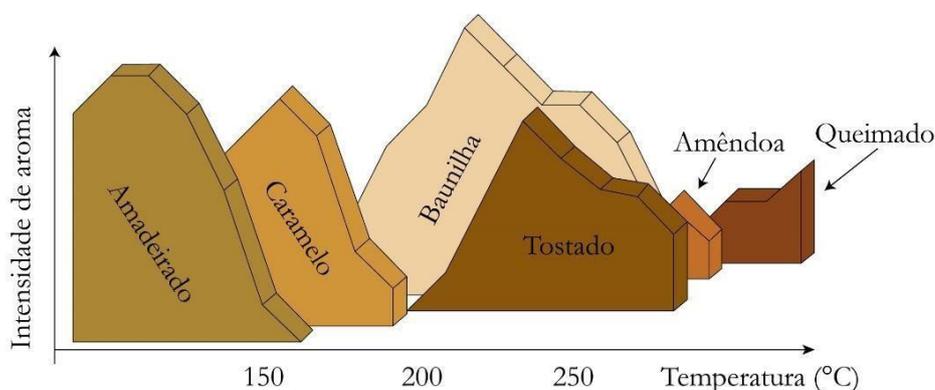
**Figura 7.** Estrutura química dos congêneres de envelhecimento originados a partir da degradação da lignina. Fonte: Adaptado de Cernísev (2016).

Os demais marcadores de envelhecimento podem ser oriundos da hemiceluloses e celulose. A hemiceluloses é formada por pequenas cadeias ramificadas de vários açúcares, como xilose, arabinose, galactose, glicose e manose (Cortez; Lora; Gomez, 2008). A celulose é um homopolissacarídeo composto por unidades D-glicose unidas por ligações glicosídicas  $\beta_{1-4}$  (De Jesus et al. 2019). As macromoléculas de hemiceluloses e celulose, formam os compostos furfural, hidroximetil-5-furfural e metil-5-furfural, derivados pela degradação térmicas dos açúcares e são associados a notas como “tostado”, “doces”, “amêndoas grelhadas” e “caramelo” (Aylott e MacKenzie, 2012; Bortoletto, 2016).



**Figura 8.** Estrutura química dos congêneres de envelhecimento originados a partir da degradação da hemiceluloses e celulose.

A madeira *in natura*, exibe quantidades limitadas de compostos conhecidos como congêneres de envelhecimento. No entanto, é importante lembrar que a formação desses congêneres ocorre principalmente após a madeira ter passado pelo processo de termotratamento, onde desencadeia uma séria de reações de degradação térmica. Essas reações afetam os componentes fundamentais da madeira, a hemiceluloses, a celulose e a lignina, gerando novos compostos. Esses novos compostos, formados durante o termotratamento, desempenham um papel fundamental na contribuição de notas sensoriais às bebidas. Quando aplicado o calor na madeira, maior é a complexidade aromática produzida (Singleton, 1995) (Figura 9).



**Figura 9.** Potencial aromático da madeira de acordo com a temperatura do termotratamento. Fonte: Adaptado de Singleton (1995).

## Referências

- Alcarde, A.R., de Souza, P.A., Belluco, A.E. de S., 2010. Aspectos da composição química e aceitação sensorial da aguardente de cana-de-açúcar envelhecida em tonéis de diferentes madeiras. *Food Sci. Technol.* 30, 226–232. <https://doi.org/10.1590/S0101-20612010000500035>
- Arapitsas, P., Antonopoulos, A., Stefanou, E., Dourtoglou, V.G., 2004. Artificial aging of wines using oak chips. *Food Chem.* 86, 563–570. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2003.10.003>
- Aylott, R.I., MacKenzie, W.M., 2012. Analytical Strategies to Confirm the Generic Authenticity of Scotch Whisky. *J. Inst. Brew.* 116, 215–229. <https://doi.org/10.1002/J.2050-0416.2010.TB00424.X>
- BARREIROS, R. M. et al. Comportamento químico e físico da madeira natural e termorretificada de clones de eucalipto. *Ciência Florestal*, v. 33, n. 1, p. e67304, 26 jun. 2023.
- Bortoletto, A.M., 2016. Influência da madeira na qualidade química e sensorial da aguardente de cana envelhecida. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, Piracicaba. <https://doi.org/10.11606/T.11.2016.TDE-19042016-122917>
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Anuário da cachaça/Secretaria de Defesa Agropecuária. – Brasília: MAPA/AECS, 2022. 29 p. ISBN: 978-85-7991-173-6
- Brito, J.O., Silva, F.G., Leão, M.M., Almeida, G., 2008. Chemical composition changes in eucalyptus and pinus woods submitted to heat treatment. *Bioresour. Technol.* 99, 8545–8548. <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2008.03.069>
- Castro, M.C. de, 2020. Caracterização química e sensorial do grau de maturação de cachaça envelhecida em tonéis novos de carvalho: avaliação dos compostos fenólicos marcadores de envelhecimento. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, Piracicaba. <https://doi.org/10.11606/D.11.2020.TDE-05052020-113620>
- Cernîșev, S., 2017. Analysis of lignin-derived phenolic compounds and their transformations in aged wine distillates. *Food Control* 73, 281–290. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCONT.2016.08.015>

- Chatonnet, P., Dubourdieu, D., 1998. Comparative Study of the Characteristics of American White Oak (*Quercus alba*) and European Oak (*Quercus petraea* and *Q. robur*) for Production of Barrels Used in Barrel Aging of Wines. *Am. J. Enol. Vitic.* 49, 79–85. <https://doi.org/10.5344/AJEV.1998.49.1.79>
- Cioch-Skoneczny, M., Bajerski, M., Klimczak, K., Satora, P., Skoneczny, S., 2023. Influence of oak chips addition on the physicochemical properties of beer. *Eur. Food Res. Technol.* 249, 183–197. <https://doi.org/10.1007/S00217-022-04143-3/TABLES/4>
- CORREIA, A. C. et al. Preliminary Study of the Effect of Short Maceration with Cherry and Oak Wood Chips on the Volatile Composition of Different Craft Beers. *Beverages 2023*, Vol. 9, Page 79, v. 9, n. 3, p. 79, 15 set. 2023.
- CORTEZ, L.A.B.; LORA, E.S.; OLIVARES GÓMEZ, E. Caracterização da Biomassa. In: CORTEZ, L.A.B.; LORA, E.S.; OLIVARES GÓMEZ, E. Biomassa para energia. Campinas: Unicamp, 2008. p.31-60.
- DE CONINCK, G. et al. Evolution of phenolic composition and sensory properties in red wine aged in contact with Portuguese and French oak wood chips. *OENO One*, v. 40, n. 1, p. 25–34, 31 mar. 2006.
- ESTEVEZ, B. et al. Heat-induced colour changes of pine (*Pinus pinaster*) and eucalypt (*Eucalyptus globulus*) wood. *Wood Science and Technology*, v. 42, n. 5, p. 369–384, 4 jun. 2008.
- GORDILLO, B. et al. Application of the differential colorimetry and polyphenolic profile to the evaluation of the chromatic quality of Tempranillo red wines elaborated in warm climate. Influence of the presence of oak wood chips during fermentation. *Food Chemistry*, v. 141, n. 3, p. 2184–2190, 1 dez. 2013.
- Gouveia, F.N., 2008. Aplicação de tratamentos térmicos para estabilização colorimétrica de madeiras tropicais.
- Granato, D., de Oliveira, C.C., Caruso, M.S.F., Nagato, L.A.F., Alaburda, J., 2014. Feasibility of different chemometric techniques to differentiate commercial Brazilian sugarcane spirits based on chemical markers. *Food Res. Int.* 60, 212–217. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2013.09.044>
- HOSEINZADEH, F.; ZABIHZADEH, S. M.; DASTOORIAN, F. Creep behavior of heat treated beech wood and the relation to its chemical structure. *Construction and Building Materials*, v. 226, p. 220–226, 30 nov. 2019.

- INSTITUIÇÃO BRASILEIRO DE CACHAÇA. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2008.07.009](https://ibrac.net/>https://ibrac.net/><servicos/mercadointerno#:~:text=Estima%2Dse%20que%20o%20Brasil,mil%20emprego%20diretos%20e%20indiretos>https://ibrac.net/><servicos/mercadointerno#:~:text=Estima%2Dse%20que%20o%20Brasil,mil%20emprego%20diretos%20e%20indiretos>https://ibrac.net/>. Acesso em: 16 out. 2023.</p><p>Korkut, S., Hiziroglu, S., 2009. Effect of heat treatment on mechanical properties of hazelnut wood (<i>Corylus colurna</i> L.). <i>Mater. Des.</i> 30, 1853–1858. <a href=)
- Leão, M.M., 2006. Influência do termotratamento na composição química da madeira de amburana (*Amburana cearensis*), bálsamo (*Myroxylon balsamum*) e carvalho (*Quercus* sp.) e o impacto no aroma de uma solução modelo de cachaça. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, Piracicaba. <https://doi.org/10.11606/D.11.2006.TDE-11072006-112804>
- Lopes, J. de O., Garcia, R.A., Latorraca, J.V. de F., do Nascimento, A.M., 2014. Alteração da cor da madeira de teca por tratamento térmico. *Floresta e Ambient.* 21, 521–534. <https://doi.org/10.1590/2179-8087.013612>
- Madrera, R.R., Valles, B.S., García, Y.D., Argüelles, P. del V., Lobo, A.P., 2010. Alternative woods for aging distillates -an insight into their phenolic profiles and antioxidant activities. *Food Sci. Biotechnol.* 19, 1129–1134. <https://doi.org/10.1007/S10068-010-0161-4/METRICS>
- Mosedale, J.R., Puech, J.L., 1998. Wood maturation of distilled beverages. *Trends Food Sci. Technol.* 9, 95–101. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(98\)00024-7](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(98)00024-7)
- Murilo Carvalho e Silvestre P. Silva, 1988. Cachaça, uma alegre História Brasileira. São Paulo.
- Nie, X., Liu, K., Zhang, Y., Wang, Z., Meng, C., Zhao, Z., Ao, C., 2023. Effects of oak chips on quality and flavor of persimmon brandy: A comprehensive analysis of volatile and non-volatile compounds. *LWT* 183, 114915. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2023.114915>
- Rodríguez-Solana, R., Rodríguez-Freigedo, S., Salgado, J.M., Domínguez, J.M., Cortés-Diéguéz, S., 2017. Optimisation of accelerated ageing of grape marc distillate on a micro-scale process using a Box–Behnken design: influence of oak origin, fragment size and toast level on the composition of the final product. *Aust. J. Grape Wine Res.* 23, 5–14. <https://doi.org/10.1111/AJGW.12249>
- Schutyser, W., Renders, T., Van Den Bosch, S., Koelewijn, S.F., Beckham, G.T., Sels, B.F., 2018. Chemicals from lignin: an interplay of lignocellulose fractionation, depolymerisation, and upgrading. *Chem. Soc. Rev.* 47, 852–908. <https://doi.org/10.1039/C7CS00566K>

- Singleton, V.L., 1995. Maturation of wines and spirits: comparisons, facts, and hypotheses. *Am. J. Enol. Vitic.* 46, 98–115.
- Singleton, V.L., Draper, D.E., 1961. Wood Chips and Wine Treatment; the Nature of Aqueous alcohol extracts. *Am. J. Enol. Vitic.* 12.
- Souza, Leandro Marelli de et al. *Produção de cachaça de qualidade*. Piracicaba: ESALQ/Casa do Produtor Rural. Disponível em: <http://www.esalq.usp.br/cprural/publicacoes/mostra/67/producao-de-cachaca-de-qualidade---casa-do-produtor-ruralesalqusp.html>. Acesso em: 14 nov. 2023. 2013
- Suhas, E., Shinkaruk, S., Pons, A., 2024. Optimizing the identification of thiols in red wines using new oak-wood accelerated reductive treatment. *Food Chem.* 437, 137859. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2023.137859>
- Sundqvist, B., 2004. Colour changes and acid formation in wood during heating.
- Wylter, P., Angeloni, L.H.P., Alcarde, A.R., da Cruz, S.H., 2015. Effect of oak wood on the quality of beer. *J. Inst. Brew.* 121, 62–69. <https://doi.org/10.1002/JIB.190>
- Yildiz, S., Tomak, E.D., Yildiz, U.C., Ustaomer, D., 2013. Effect of artificial weathering on the properties of heat treated wood. *Polym. Degrad. Stab.* 98, 1419–1427. <https://doi.org/10.1016/J.POLYMDEGRADSTAB.2013.05.004>
- Zelinka, S.L., Altgen, M., Emmerich, L., Guigo, N., Keplinger, T., Kymäläinen, M., Thybring, E.E., Thygesen, L.G., 2022. Review of Wood Modification and Wood Functionalization Technologies. *For.* 2022, Vol. 13, Page 1004 13, 1004. <https://doi.org/10.3390/F13071004>

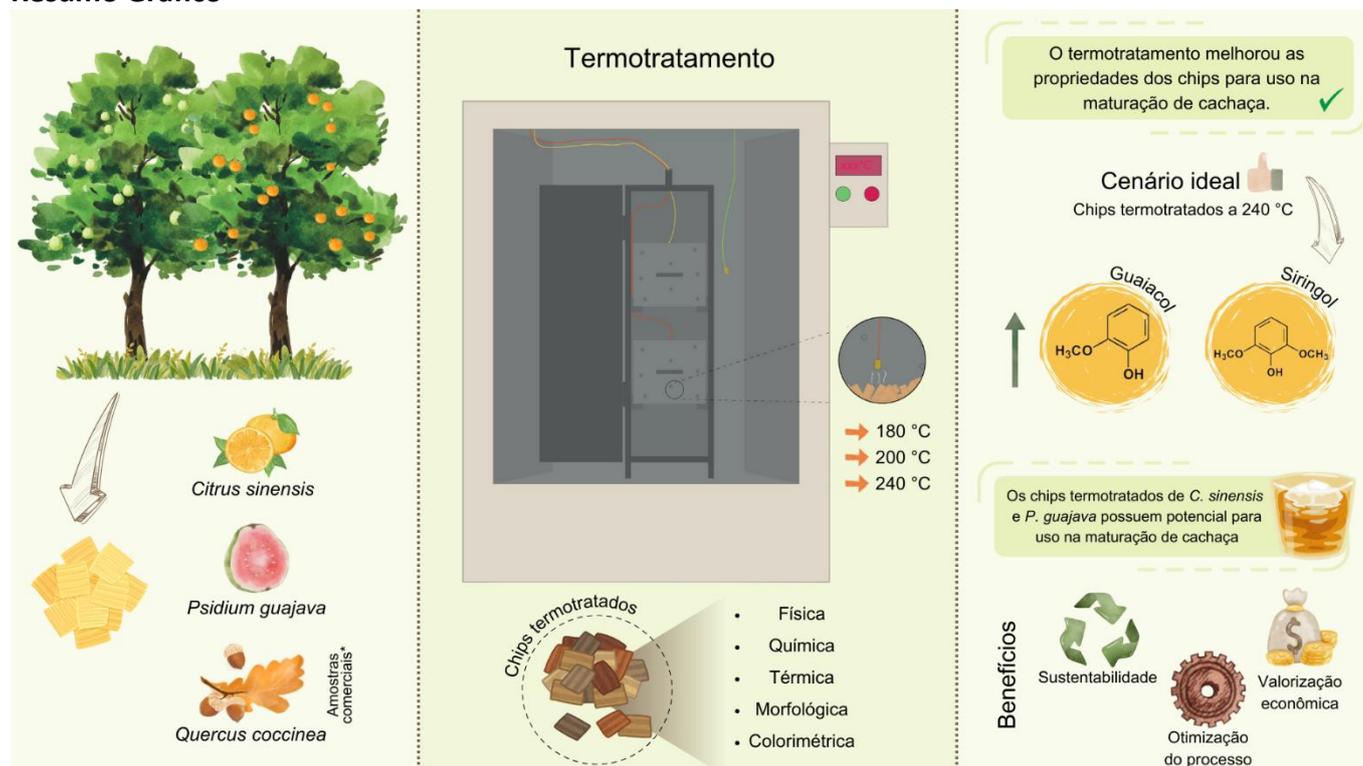
### 3. APLICAÇÃO DO TERMOTRATAMENTO EM CHIPS DE MADEIRA DE *Citrus sinensis*, *Psidium Guajava* E *Quercus Coccinea* PARA INCREMENTO NA MATURAÇÃO DA CACHAÇA

#### Resumo

O uso do termotratamento da madeira para realçar bebidas destiladas por meio da maturação em barris tem sido empregado há séculos para melhorar suas características. No entanto, não há padronização de temperatura nem do tempo de termotratamento para essa técnica, além da utilização de barris envolver custos elevados e longos períodos de maturação. Este estudo teve como objetivo investigar as alterações causadas pelo termotratamento nas propriedades físico-químicas de chips de resíduos de madeira de espécies frutíferas (*C. sinensis* e *P. guajava*), visando seu potencial uso no setor de maturação da cachaça. Além das espécies de madeira residual, o *Q. coccinea* foi escolhido como padrão de referência devido à sua ampla utilização na indústria. A hipótese deste trabalho é que diferentes temperaturas de termotratamento provocam alterações as propriedades físico-químicas dos chips de madeira, impactando a composição química, a estrutura celular e o conteúdo de compostos voláteis, resultando na eficácia na maturação da cachaça. Para tanto, os chips foram submetidos ao termotratamento em estufa a diferentes temperaturas (180, 200 e 240 °C). As amostras foram analisadas quanto às características físicas (umidade, densidade básica e pH), químicas (composição química estrutural, FT-IR), térmicas (TG/DTG), morfológicas (MEV) e colorimétricas. Os chips de cada espécie responderam de maneira distinta ao termotratamento, com o *P. guajava* mostrando um comportamento semelhante ao do *Q. coccinea*. O teor de extrativos e lignina total aumentou com a intensificação do termotratamento para *P. guajava* e no *Q. coccinea*, enquanto diminuiu no *C. sinensis*. No FTIR, os chips de *P. guajava* apresentaram picos mais intensos, seguidos pelos da *C. sinensis* e *Q. coccinea*, sendo as amostras termotratadas as mais pronunciadas. As análises de MEV indicaram que o termotratamento influenciou no aumento da dimensão dos poros dos chips, comparando as condições *in natura* com as a 240°C. Os chips de *P. guajava* (de 0,061 mm para 0,093 mm) e *C. sinensis* (de 0,049 mm para 0,074 mm), enquanto os chips de *Q. coccinea* não apresentaram diferença estatística significativa (de 0,331 mm para 0,335 mm). Para pesquisas futuras, recomenda-se investigar a influência do tempo de termotratamento na composição química das madeiras e como isso pode impactar o uso de chips na maturação de destilados, visando uma maior otimização do processo.

Palavras-chave: Tratamento térmico, Fragmentos de madeira, Química da madeira, Maturação de destilados.

## Resumo Gráfico



## Abstract

The use of wood heat treatment to enhance distilled beverages through barrel aging has been employed for centuries to improve their characteristics. However, there is no standardization of temperature or duration for this technique, and the use of barrels involves high costs and long aging periods. This study aimed to investigate the changes caused by heat treatment on the physicochemical properties of wood residue chips from fruit species (*C. sinensis* and *P. guajava*), with a view to their potential use in the cachaça aging sector. In addition to the residual wood species, *Q. coccinea* was chosen as a reference standard due to its widespread use in the industry. The hypothesis of this work is that different heat treatment temperatures cause changes in the physicochemical properties of wood chips, impacting their chemical composition, cell structure, and volatile compound content, resulting in their effectiveness in cachaça aging. To this end, the chips were subjected to heat treatment in an oven at different temperatures (180, 200, and 240°C). The samples were analyzed for physical (moisture, basic density, and pH), chemical (structural chemical composition, FT-IR), thermal (TG/DTG), morphological (SEM), and colorimetric characteristics. The chips from each species responded differently to the heat treatment, with *P. guajava* showing behavior similar to that of *Q. coccinea*. The extractives and total lignin content increased with the intensification of the heat treatment for *P. guajava* and *Q. coccinea*, while it decreased for *C. sinensis*. In the FTIR analysis, *P. guajava* chips showed more intense peaks, followed by those of *C. sinensis* and *Q. coccinea*, with the heat-treated samples being the most pronounced. SEM analysis indicated that the heat treatment increased the pore size of the chips, comparing the conditions from in natura to 240°C. The pores of *P. guajava* chips increased from 0.061 mm to 0.093 mm, and those of *C. sinensis* from 0.049 mm to 0.074 mm, while the *Q. coccinea* chips did not show any statistically significant difference (from 0.331 mm to 0.335 mm). For future research, it is recommended to investigate the influence of heat treatment duration on the chemical composition of the woods and how this may impact the use of chips in distilled beverages aging, aiming at a greater optimization of the process.

Keywords: Heat treatment, Wood fragments, Wood chemistry, Distillate maturation.

### 3.1. Introdução

A cachaça, bebida destilada tradicional do Brasil, é frequentemente aprimorada por meio do envelhecimento em barris de madeira, processo que enriquece as características sensoriais do destilado. No entanto, o uso de chips de madeira como alternativa aos barris tem ganhado atenção, especialmente devido ao custo e tempo reduzido do processo de maturação (Coldea et al., 2020). A utilização de chips de madeira residual, provenientes de podas de pomares, resultado das atividades de manejo e processamento, apresenta um potencial significativo para a indústria de bebidas, não apenas pela redução de resíduos, mas também pela possibilidade de introduzir novos perfis sensoriais à cachaça.

O Brasil lidera a produção global de *Citrus sinensis* (568.132 hectares) e *Psidium guajava* (22.630 hectares) devido ao seu clima favorável e vasta extensão territorial (FAO, 2022; IBGE, 2022). No entanto, essa alta produção resulta em grande geração de resíduos. Estima-se que uma única espécie de *Citrus spp.* pode gerar mais de 4,7 toneladas de madeira residual seca por hectare anualmente (Aliaño-González et al., 2022). Similarmente, a poda de *P. guajava* no México produz aproximadamente 12 kg de madeira residual por árvore, e muitas vezes esses resíduos são deixados nos pomares sem aproveitamento (Ruiz-García et al., 2022). Com a produção em larga escala dessas frutíferas, a quantidade de resíduos aumenta, criando oportunidades para o aproveitamento dessas madeiras na produção de chips para a maturação da cachaça.

O termotratamento da madeira é considerado uma tecnologia de modificação ecologicamente correta e livre de produtos químicos, devido à aplicação de calor durante o processo na ausência ou presença controlada de oxigênio (Sandberg et al., 2017). Como resultado do termotratamento, a madeira pode liberar maiores quantidades de compostos fenólicos, sendo intensificado à medida que ocorre o aumento da temperatura (Coldea et al., 2020). Os compostos furfural, hidroximetil-5-furfural e metil-5-furfural, derivados da hemiceluloses e celulose, são formados pela degradação térmica dos açúcares e são associados a notas como “tostado”, “doces”, “amêndoas grelhadas” e “caramelo” (Aylott e MacKenzie, 2012; Bortoletto et al., 2016). Os compostos guaiacol e siringol, derivados da lignina, quando em contato com o etanol se esterificam, e podem gerar vanilato de etila e siringato de etila, associados sensorialmente a notas como “pimentas”, “especiarias”, “baunilha”, “cereja”, “amêndoas”, “floral” e “defumado” (Cernîșev, 2017). Os extrativos da madeira, como os

ácidos, aldeídos e cumarinas, aumentam sua concentração em madeiras termotrata­das, resultando em notas sensoriais de “baunilha”, “especiarias” e “fenólicos” (Canas, 2017; Castro et al., 2020).

Sabe-se que o termotrata­mento aplicado na madeira modifica suas características físicas e químicas (Laudares et al., 2023) e que essas madeiras aplicadas na bebida melhoram as características sensoriais (Coelho et al., 2021). No entanto, a ausência de uma padronização do processo de termotrata­mento dos chips de madeira para uso na matura­ção de bebidas alcoólicas, em especial a cachaça, representa uma lacuna significativa no conhecimento atual. Existem alguns estudos que empregam chips termotrata­dos de várias espécies de *Quercus spp.* na matura­ção de diferentes bebidas alcólicas. No entanto, cada autor estabelece um método de termotrata­mento distinto ou não especificam os padrões de termotrata­mento dos chips (Bortoletto, 2016; Călugăr et al., 2020; Cioch-Skoneczny et al., 2023; Coldea et al., 2020; Costa et al., 2020; Nie et al., 2023; Rodríguez-Solana et al., 2017; Rubio-Bretón et al., 2018; Suhas et al., 2024), e sem investigar o comportamento específico da madeira nesse processo, o que limita o entendimento do seu possível desempenho na matura­ção de bebidas.

A análise das características físico-químicas de chips termotrata­dos de madeira residual para a matura­ção da cachaça pode oferecer insights cruciais para a otimização e padronização no setor de destilados. A hipótese deste trabalho é que diferentes temperaturas de termotrata­mento provocam alterações distintas nas propriedades físico-químicas dos chips de madeira, como modifica­ções na composição química, estrutura celular e conteúdo de compostos voláteis. Essas alterações, impactariam a eficácia dos chips na matura­ção da cachaça, potencialmente influenciando o perfil sensorial e a qualidade final da cachaça. O objetivo é avaliar essas alterações e estabelecer um padrão de termotrata­mento para os chips, visando seu uso potencial na matura­ção da cachaça. Além da espécie de madeira residual, o *Quercus coccinea* (carvalho americano) foi escolhido como padrão de referência devido à sua ampla utilização na indústria.

## **3.2. Material e Métodos**

### **3.2.1. Coleta e preparo do material**

Foram utilizados resíduos madeireiros de *Citrus sinensis* e *Psidium guajava*, coletados em pomares do Sítio Alegreatto, situado na cidade de Jerônimo Monteiro, Espírito Santo, ES, Brasil, sob as coordenadas 20° 47' 20" de latitude sul e 41° 23' 42" de latitude oeste de

Greenwich. O critério de escolha dessas árvores foi a que estivessem sem frutificação, e assim procedeu-se o corte delas. A madeira tradicionalmente utilizada no processo de maturação de bebidas, o *Quercus coccinea*, foi obtida de amostras comerciais. Os troncos de *C. sinensis* e *P. guajava* foram cortados em discos, retirado as cascas e então picotado em cavacos com dimensões de  $\pm 2,5$  cm x 0,5 cm x 0,5 cm (comprimento x largura x espessura). O mesmo processo de picotagem foi realizado nas amostras comerciais de *Quercus coccinea* a fim de que todos tivessem a mesma dimensão (Figura 1). Ambas as espécies foram caracterizadas (Tabela A e B, Apêndices) para avaliar como sua composição foi modificada pelo termotratamento.

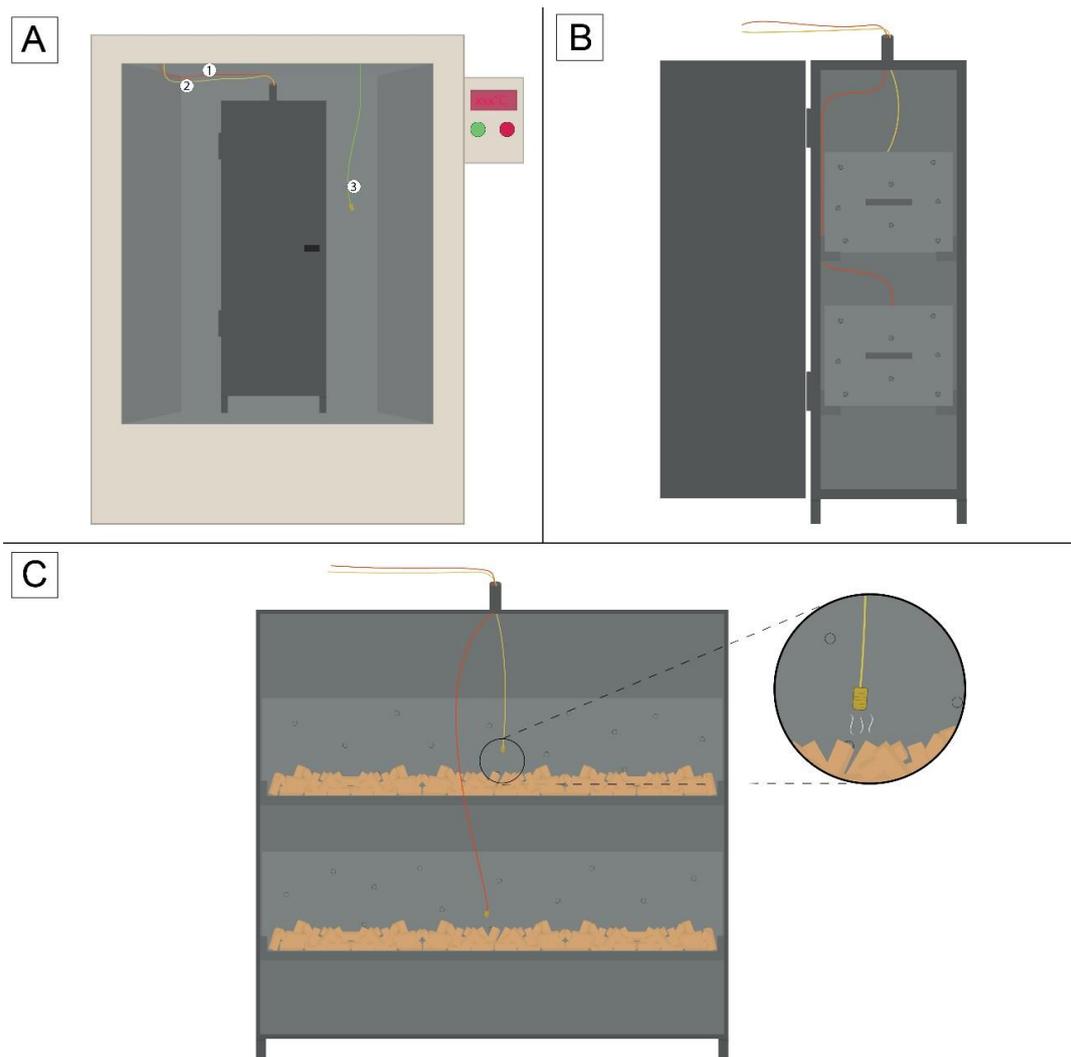


**Figura 1.** A) Cavacos de *Citrus sinensis*; B) Cavacos de *Psidium guajava* e C) Cavacos de *Quercus coccinea*

### 3.2.2. Termotratamento

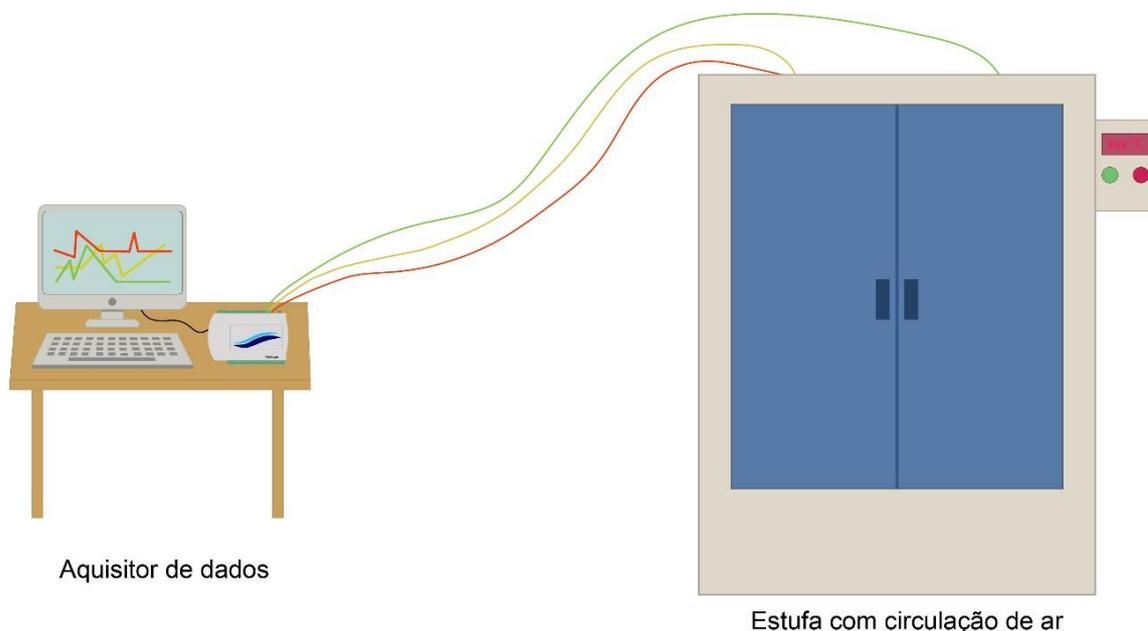
O processo de termotratamento foi conduzido no Laboratório de Energia da Biomassa (LEB) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). As amostras foram previamente secas até atingirem peso constante, de modo que a umidade da madeira não pudesse influenciar no processo térmico. Após isso, as amostras foram termotratadas em um sistema desenvolvido com aquecimento, circulação de ar, painel de controle, data logger, e termopares.

Os cavacos de cada espécie foram colocados em gavetas com dimensões de 46 cm x 12 cm x 12 cm (comprimento, largura e altura), e em seguida inseridos em um reator metálico com portade acesso, entradas e saídas de gases. Foram inseridos no interior da caixa e do sistema um total de três termopares para a aferição da temperatura em tempo real (Figura 2). As temperaturas finais investigadas foram: 180, 200 e 240 °C a uma taxa de aquecimento de 2,0 °C.min<sup>-1</sup>. As temperaturas utilizadas nos tratamentos referem-se àquelas medidas diretamente pelos termopares instalados nas gavetas, consideradas como as temperaturas reais a que os chips de madeira foram submetidos. Essa abordagem foi necessária devido ao atraso (*delay*) observado entre a temperatura indicada na estufa e a temperatura efetivamente alcançada no interior das gavetas. Para cada temperatura do termotratamento foram separadas 400 g de chips, em que cada gaveta acomodou 200 g das amostras com um total de 3 repetições para cada espécie e temperatura.



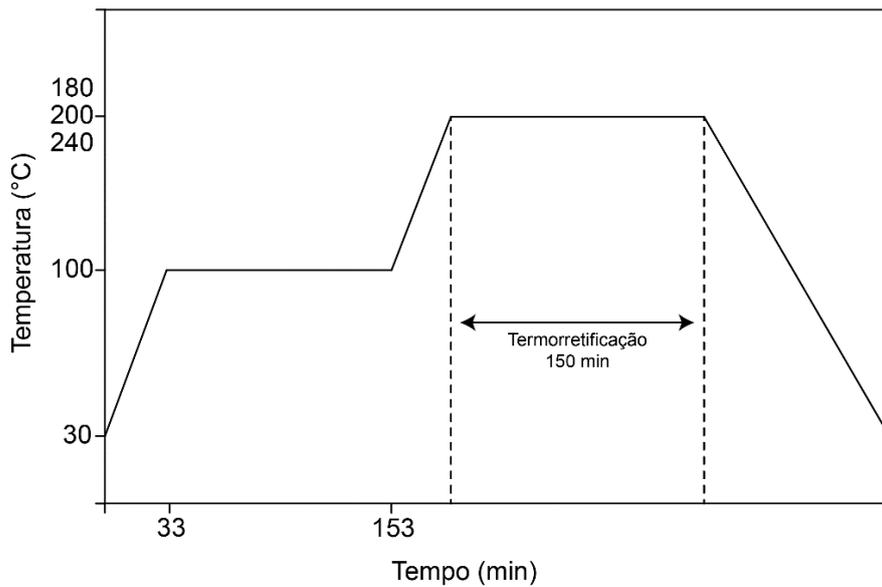
**Figura 2.** Reatores usados no termotratamento: A) Caixa acomodada no interior da estufa, em que (1) termopar última gaveta, (2) termopar primeira gaveta e (3) termopar estufa; B) Visão frontal da caixa de ferro aberta; C) Visão lateral interna da caixa de ferro.

As temperaturas foram sendo medidas ao longo do processo, com o registro de seis tempos a cada minuto, por meio dos termopares, conforme Figura 3.



**Figura 3.** Visão geral do sistema do tratamento térmico. Fonte: Autoria própria (2023).

A rampa de aquecimento foi configurada com quatro segmentos, sendo duas rampas e dois patamares (Figura 4). Em todos os tratamentos, os dois primeiros segmentos seguiram a mesma sequência: o processo começou à temperatura ambiente  $\pm 30$  °C e foi aquecido até 100 °C a uma taxa de  $2,0$  °C.min<sup>-1</sup>, consumindo um tempo de 33 minutos e 18 segundos. Em seguida, a temperatura foi mantida constante em 100 °C por 120 min. A partir do terceiro segmento, cada tratamento teve uma rampa divergente em virtude da temperatura final, mas com a mesma taxa de aquecimento. Para os tratamentos a 180, 200 ou 240°C o terceiro segmento duraram 38, 47 e 66 minutos, respectivamente. Após o termotratamento, o sistema era desligado e as amostras permaneceram até que retomassem a temperatura ambiente. As configurações de taxa de aquecimento, temperatura final e tempo de residência foram utilizadas com base em testes prévios realizados com cada espécie deste estudo. Para cada temperatura do termotratamento, era utilizado apenas uma espécie, não havendo a mistura de duas ou mais espécies e o processamento foi realizado em triplicatas.



**Figura 4.** Rampa de aquecimento. Fonte: Autoria própria (2024).

Os chips produzidos foram rotulados como *Citrus sinensis* (CS), *Psidium guajava* (PG) e *Quercus coccinea* (QC).

### 3.2.3. Caracterização física das madeiras

Para determinar a umidade da madeira, cinco amostras de cada espécie foi selecionada logo após a coleta e corte da madeira. Essas amostras foram pesadas e, em seguida, mantidas em uma estufa à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  até atingirem uma massa constante. Após isso, os valores de umidade foram calculados com base na diferença entre a massa da madeira úmida e a massa da madeira seca.

Para a determinação da densidade básica, foram selecionadas cinco amostras de cada espécie e seguindo a norma D2395-17 (ASTM, 2017), as amostras foram saturadas em água e em seguida acondicionadas em um recipiente com água, sobre uma balança. O volume deslocado é equivalente ao volume da amostra. A densidade é calculada através do peso da massa da madeira, dividido pelo volume calculado através do deslocamento da massa da madeira saturada.

O pH do material foi determinado de acordo com o manual descrito pela Embrapa (2017), com algumas adaptações. As cinco amostras com 10 g cada previamente trituradas e peneiradas com granulometria de 40 mesh, foram adicionadas em um Becker

de 100 mL e 25 mL de água destilada. Essa solução foi agitada com um bastão de vidro por cerca de 60 segundos e ficando em repouso por 1 h. Após esse período, o processo de agitação foi repetido para assim proceder com a leitura do pH.

#### **3.2.4. Caracterização química das madeiras**

Para as análises químicas, as amostras foram reduzidas em serragem em um moinho de facas tipo Willey, utilizando o material que passa pela peneira de 40 *mesh* e que fica retido na de 60 *mesh* (TAPPI, 1985). As análises foram realizadas com cinco repetições seguindo as normas (TAPPI, 1997; TAPPI, 2002), para a quantificação do teor de extrativos totais e do teor de lignina solúvel e insolúvel. O teor de lignina total foi calculado somando a lignina solúvel e lignina insolúvel, com base na massa seca livre de extrativos. Por fim, o teor de holocelulose foi determinado pela diferença entre a massa de amostra inicial (100%) e o somatório entre a lignina total e extrativos totais.

#### **3.2.5. Análise termogravimétrica (TGA)**

A análise termogravimétrica das amostras, foi realizada utilizando um analisador térmico (Shimadzu TGA-60), em atmosfera inerte (N<sub>2</sub>), com taxa de aquecimento igual a 5 °C.min<sup>-1</sup>, iniciando em temperatura ambiente e temperatura final de 650 °C. Para essa análise foram utilizadas amostras com granulometria 270 mesh.

#### **3.2.6. Espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier (FTIR)**

Os espectros FTIR foram obtidos por reflectância total atenuada na faixa de 4000-600 cm<sup>-1</sup>, com resolução de 4 cm<sup>-1</sup> e com o auxílio de um espectrômetro Bruker Tensor 27. Para cada uma das espécies e termotratamentos foram coletados os espectros de FTIR. Para essa análise foram utilizadas amostras com granulometria 270 mesh.

### 3.2.7. Análise de microestruturas das madeiras (MEV)

Para cada espécie e termotratamento, além das amostras *in natura*, um chip foi selecionado para visualizar sua estrutura. Em cada amostra com 1 cm<sup>3</sup> foi realizado um corte na seção transversal e colocadas em estufa 103±2 °C 24 h antes do início das análises. As amostras foram fixadas em um suporte metálico com uma fita de carbono e metalizadas com ouro em um sistema Balzers Union SCF 030. As imagens de MEV foram obtidas com um microscópio eletrônico de varredura modelo JSM-IT200 com aumento de 50x (Tóqui, Japão). Após a obtenção das imagens, foram realizadas medições dos poros para verificar possíveis mudanças em resposta ao termotratamento. Em cada imagem, foram selecionados 10 poros, e para cada poro foram feitas duas medições (vertical e horizontal) devido à sua falta de uniformidade. As medições foram realizadas usando o software ImageJ.

### 3.2.8. Análises colorimétricas das madeiras

A cor dos *chips* foi determinada segundo o sistema CIE “Commission Internationale de L’Eclairage”, realizando a leitura das coordenadas L\* (luminosidade), a\* (eixo vermelho-verde) e b\* (eixo amarelo-azul). Para a obtenção dessas variáveis foram realizadas leituras ao longo da superfície de cada peça, usando 5 repetições de cada espécie e tratamento com o auxílio do espectrofotômetro portátil CM 2600d (Konica Minolta Sensing). Para reproduzir as cores de forma mais precisa, os valores de L, a\* e b\* foram convertidos em RGB para a elaboração de uma figura para apresentar a diferença entre as cores a medida que se aplica o termotratamento.

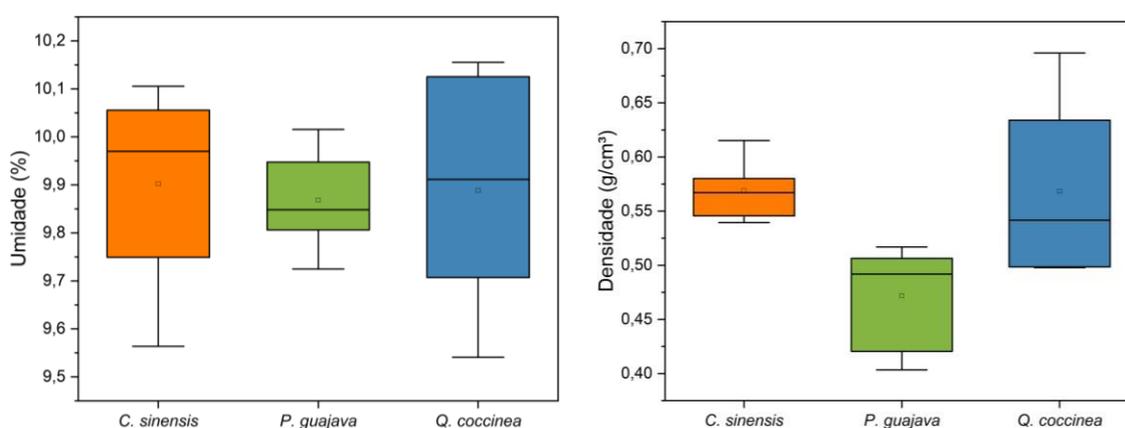
### 3.2.9. Delineamento experimental e análise de dados

Os dados foram analisados em delineamento inteiramente casualizado, com distribuição fatorial 3x3, em que foram analisadas as três temperaturas de termorretificação e as três espécies madeireiras. Para a variável quantitativa (temperatura), quando houve diferença significativa, foi realizado o ajuste de modelo de regressão. Para a variável qualitativa (espécie), foi realizado o teste Tukey a 95% de probabilidade entre as espécies dentro de uma mesma temperatura. Para avaliar diferença significativa entre os termotratamentos em relação ao controle (*in natura*), os dados foram submetidos ao teste de Dunnett. O programa R (R Core Team) foi utilizado para todos as análises.

### 3.3. Resultados e Discussão

#### 3.3.1. Caracterização física das madeiras

A caracterização física do teor de umidade e densidade básica das espécies está apresentada na Figura 5. O teor de umidade das madeiras de *C. sinensis* e *P. guajava* foi determinado após a coleta, diferentemente das amostras da madeira de *Q. coccinea*, que foram amostras comerciais. A umidade foi determinada para se ter uma base de quanto tempo seria necessário para que as amostras fossem secas por completo em estufa, uma vez que as madeiras seriam termotratadas secas para melhor controle e otimização do processo.

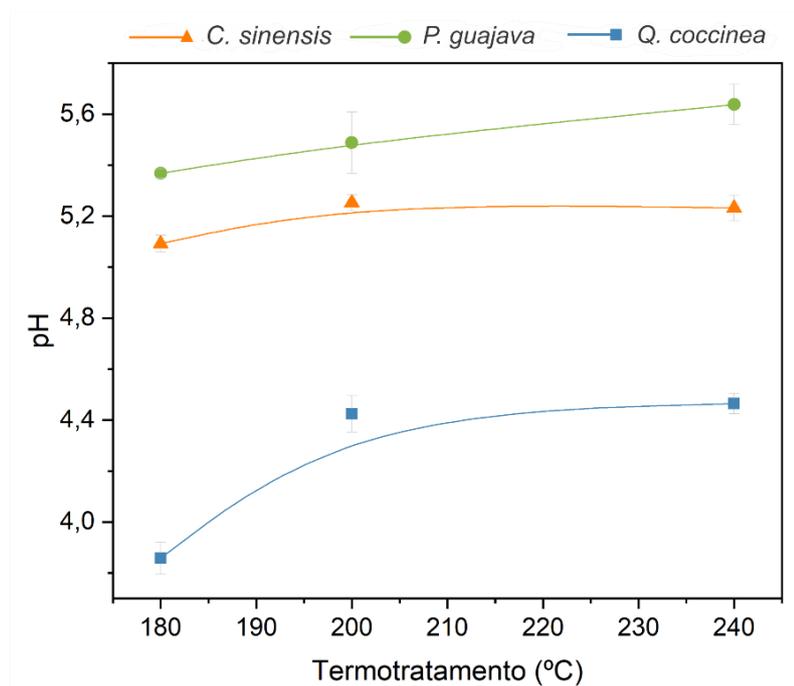


**Figura 5.** Propriedades físicas das madeiras estudadas.

Podemos observar que a densidade básica entre as espécies estudadas, o *Q. coccinea* apresentou o maior valor de densidade, seguido da *C. sinensis* e *P. guajava*, conforme ilustrado na Figura 5. O conhecimento da densidade básica no estudo do uso de madeiras para maturação de bebidas é fundamental. Madeiras menos densas facilitam a interação da bebida com a madeira, enquanto madeiras mais densas tendem a liberar compostos mais lentamente, tornando o processo de maturação controlada. Com o conhecimento da densidade básica das madeiras *in natura*, podemos prever como será o comportamento dessas madeiras após a aplicação do termotratamento, uma vez que a tendência é a diminuição da densidade devido à perda de massa.

A Figura 6 mostra a alteração do pH das espécies das madeiras analisadas com a influência do termotratamento. A aplicação do termotratamento resultou no aumento do pH das espécies, com o *P. guajava* apresentando o pH menos ácido, seguida pela *C. sinensis* e *Q.*

*coccinea*, para todas as temperaturas do termotratamento (Figura 6). Comparando, as amostras *in natura* dentro de cada espécie, podemos observar que a *C. sinensis* e *P. guajava* tiveram uma diminuição do pH com o aumento da intensidade do termotratamento (Tabela A Apêndices). Esse comportamento pode ser explicado com base na composição química de cada espécie que pode variar. Em espécies com menor quantidade de ácidos a ação do calor pode levar a formação de novos ácidos orgânicos, diminuindo assim o pH (Gurleyen et al., 2019), como observado nas espécies de *C. sinensis* e *P. guajava*.



**Figura 6.** Influência do termotratamento no pH das madeiras.

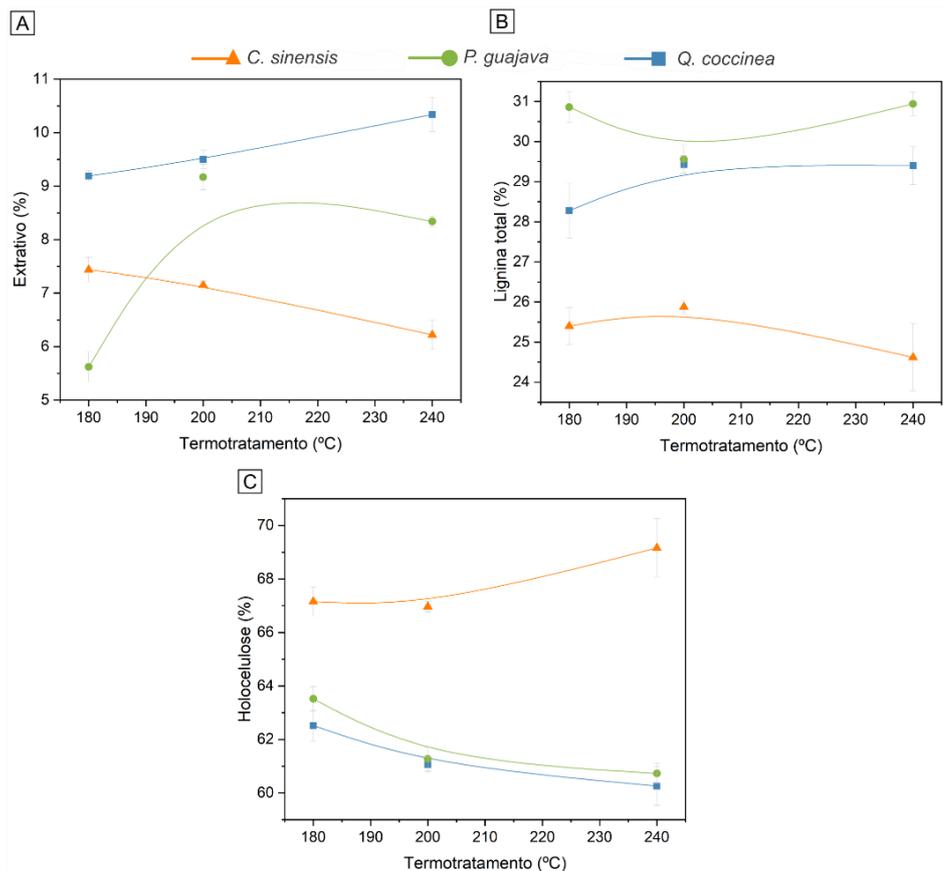
Podemos concluir que tanto a temperatura do termotratamento quanto a espécie madeira escolhida desempenham papéis importantes na alteração do pH. Os resultados apresentados demonstram que variedades distintas de madeira podem reagir de forma distinta às variações do tratamento térmico, ocasionando variações no pH. As mudanças na acidez da madeira afetam o pH da cachaça ao longo da maturação, sendo os ácidos orgânicos da madeira os principais responsáveis por esse ajuste. Além disso, esses ácidos têm uma função crucial na definição da excelência da bebida, influenciando o sabor, aroma e intensidade da cor, determinando assim sua qualidade (Nie et al., 2023).

### 3.3.1. Caracterização química das madeiras

A Figura 7 apresenta a influência do termotratamento na composição química das espécies estudadas, enquanto as médias e diferenças estatísticas estão detalhadas na Figura B (Apêndices). Observa-se uma relação entre o termotratamento e os componentes da madeira conforme a intensidade do tratamento aumenta (Figura C Apêndice). De forma geral, as espécies de *Q. coccinea* e *P. guajava* apresentaram comportamentos semelhantes, diferentemente da *C. sinensis*. Esses comportamentos em resposta ao termotratamento nos permite pressupor como a composição química das espécies estudadas pode refletir na aplicabilidade no setor de maturação de cachaça.

A variação do conteúdo de extrativos dependerá da interação entre a manipulação dos extrativos iniciais, o aparecimento de novas composições em consequência dessa e manipulação da espécie em questão. O *Q. coccinea* obteve a maior média de extrativos em comparação com as outras espécies e termotratamentos a 240 °C, registrando 10,33%, enquanto a *P. guajava* alcançou 9,16% a 200 °C (Figura 7, A). Em temperaturas mais altas, há um aumento na formação de novos extrativos (Kamboj et al., 2020), em resposta a degradação da celulose (Esteves et al., 2022). A diminuição no teor de extrativos da *C. sinensis* pode indicar uma maior volatilização de compostos durante o termotratamento.

Em relação à lignina, podemos observar que o percentual aumentou para o *Q. coccinea* e *P. guajava* à medida que a temperatura do termotratamento aumentava, enquanto na *C. sinensis* ela diminuiu, apresentando um pico à 200 °C (Figura 7, B). Esse comportamento observado nas amostras de *C. sinensis*, a diminuição do percentual da lignina, evidência a degradação desse componente da madeira e corrobora com os resultados de FTIR, onde apresentaram maiores intensidades dos compostos derivados da lignina (Figura 9). A lignina é o componente mais resistente da madeira quando exposta a altas temperaturas, podendo aumentar sua quantidade devido à diminuição dos demais componentes ou à quebra da hemiceluloses, que gera substâncias como furfural e hidroximetilfurfural. Esses compostos reagem com a lignina e podem contribuir para esse aumento (Altgen et al., 2018; Zelinka et al., 2022), comportamento observado nas amostras de *Q. coccinea* e *P. guajava*. A redução da holocelulose com o aumento da temperatura do termotratamento é característica da degradação térmica, em virtude da hemiceluloses, componente amorfo, ser mais susceptível a ação do calor (Figura 7, C) (Barreiros et al., 2023).

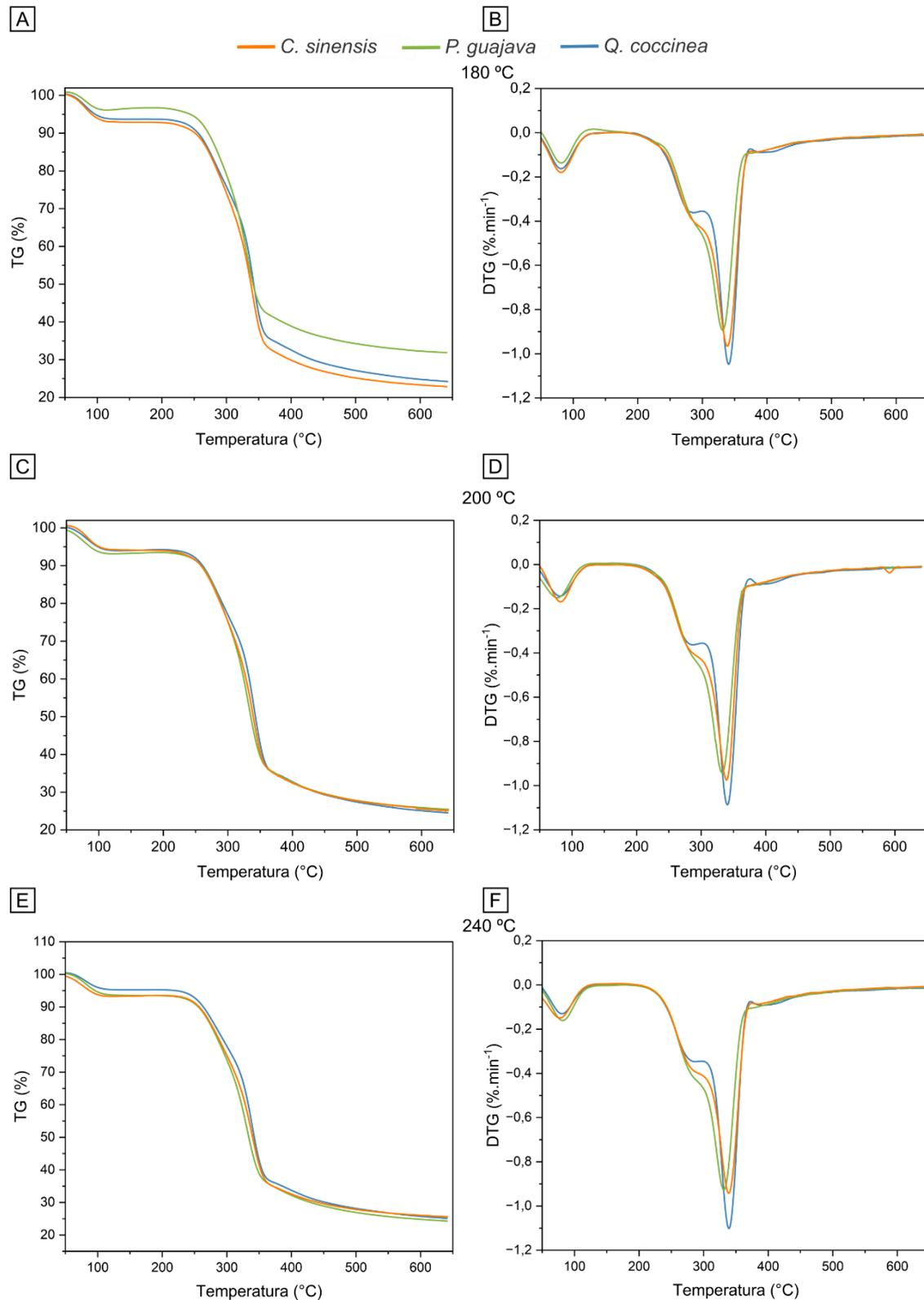


**Figura 7.** Influência do termotratamento na composição química da madeira.

Essas modificações na composição química das madeiras, em virtude do termotratamento, têm impacto direto na maturação da cachaça. Em geral, o termotratamento da madeira diminui a adstringência da bebida, além do aumento de compostos aromáticos (Martínez-Gil et al., 2020). As pesquisas mostram que o termotratamento da madeira influencia de maneira positiva a qualidade sensorial da bebida final, sendo que o principal componente responsável por isso é a lignina. Podemos observar aqui nesse estudo que o termotratamento aumentou o teor de lignina das amostras de *P. guajava* e *Q. coccinea*, possibilitando o seu potencial uso no setor de maturação de cachaça na forma de chips.

### 3.3.2. Análise termogravimétrica (TGA)

A Figura 8 apresenta o comportamento termogravimétrico das três espécies estudadas, sob diferentes termotratamentos, representado pelas curvas termogravimétricas (TG) e derivadas termogravimétricas (DTG).



**Figura 8.** Curvas de TG/DTG das madeiras termotratadas: A) TG 180 °C; B) DTG 180 °C; C) TG 200 °C; D) DTG 200 °C; E) TG 240 °C e F) DTG 240 °C.

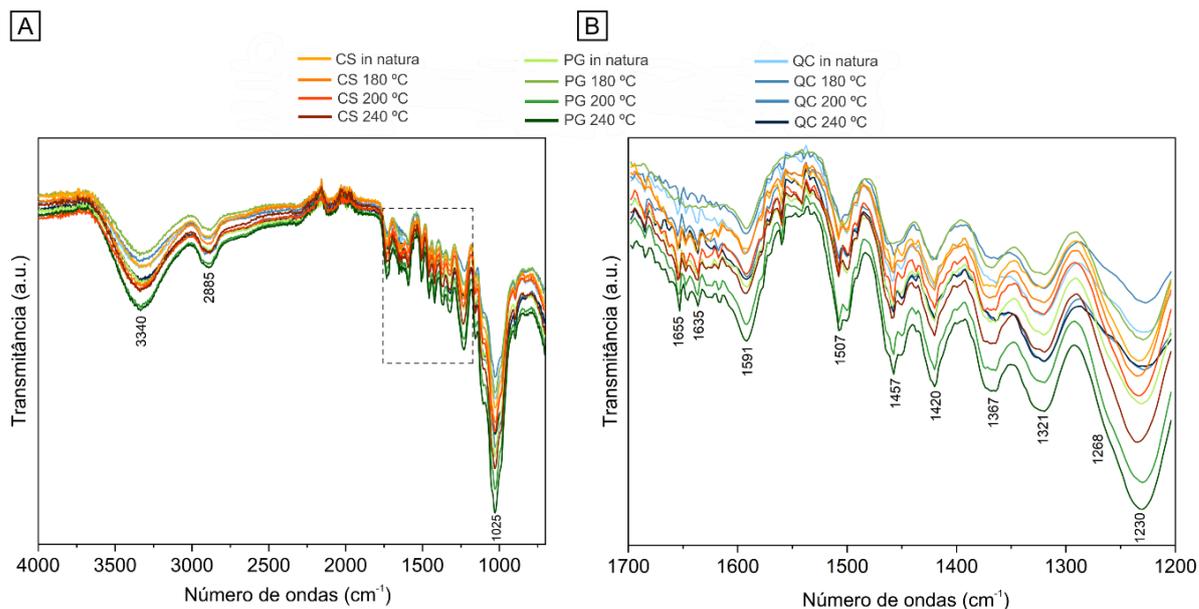
Ao analisar o comportamento das espécies, podemos observar que no termotratamento de menor temperatura (180 °C) o *P. guajava* apresenta uma maior

estabilidade térmica, com menor perda de massa, enquanto *C. sinensis* e *Q. coccinea* apresentaram maior perda de massa, respectivamente (Figura 8, A). Nos demais termotratamentos, todas as espécies tiveram comportamento semelhante (Figura 8, C e E). Entre 200 e 350 °C, houve uma diminuição significativa de massa, o que esse indica a alteração térmica de todos os componentes estruturais da madeira (Okon et al., 2017) e uma alteração mais acentuada na hemiceluloses. Em seguida, ocorreu uma perda de massa mais rápida da celulose entre 350 e 400 °C, seguida pela completa degradação da lignina.

As curvas de DTG fornecem informações mais detalhadas sobre a faixa de perda de massa. O comportamento observado no “ombro esquerdo” na faixa de 250 e 300 °C está relacionado à degradação da hemiceluloses e o início da degradação da celulose, que tem seu pico a 340 °C. Embora os picos sigam um padrão similar, as intensidades entre as espécies e nos termotratamentos variam ligeiramente devido as características de cada uma delas (Figura 8, B, D e F). As alterações nas curvas refletem o conteúdo relativo e o grau de degradação dos componentes da madeira (Wang et al., 2021). O *Q. coccinea* apresenta picos mais intensos, seguidos da *C. sinensis* e *P. guajava*. Esses resultados demonstram os chips de *Q. coccinea*, por apresentar uma maior degradação térmica dos componentes, podem produzir mais compostos interessantes para o uso na maturação da cachaça. Por outro lado, os chips de *P. guajava* e *C. sinensis* por apresentarem uma maior estabilidade térmica quando se comparado com o *Q. coccinea*, espera-se proporcionar um perfil sensorial mais equilibrado.

### 3.3.3. Espectroscopia infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 9 mostra os espectros de FTIR das madeiras de *C. sinensis*, *P. guajava* e *Q. coccinea* antes e após a aplicação do termotratamento, com posições de picos mais relevantes e atribuições na Tabela 2. O FTIR foi utilizado para identificar as possíveis alterações nas estruturas químicas das amostras analisadas. Os espectros gerais das amostras das espécies estudadas permaneceram inalterados, porém com modificações em intensidades de picos e bandas de absorção diferentes em determinadas regiões, após a aplicação do termotratamento.



**Figura 9.** Espectros de FTIR de madeiras sob influência do termotratamento, onde: CS = *C. sinensis*; PG = *P. guajava* e QC = *Q. coccinea*.

O pico de absorção em  $1230\text{ cm}^{-1}$ , referentes aos núcleos de siringil em lignina e hemiceluloses (Boukir et al., 2019), ficaram mais intensos à medida que foi aplicado o termotratamento. Podemos observar que a amplitude da banda nos tratamentos *in natura* é mais larga, devido a heterogeneidade estrutural. À medida em que a temperatura do termotratamento aumenta, a amplitude da banda diminui devido a degradação da hemiceluloses e das regiões amorfas da celulose (Zheng et al., 2023), tornando a estrutura molecular mais homogênea. Podemos observar maior intensidade referente ao grupo siringil nas amostras de *C. sinensis* a 200 e 240 °C, apesar de seu menor teor de lignina total. Embora as amostras de *Q. coccinea* tenham maior teor de lignina, em relação as amostras de *C. sinensis*, apresentou picos menos intensos. Isso pode ser explicado por uma maior proporção de unidades de siringil na lignina das amostras de *C. sinensis*. O pico em  $1507\text{ cm}^{-1}$  atribuído ao alongamento do anel aromático da lignina (Fellak et al., (2022); Toscano et al., 2022) e o pico em  $1591\text{ cm}^{-1}$  as vibrações esqueléticas aromáticas de unidades siringil e guaiacil do anel aromático da lignina (Boukir et al., 2019; Traoré et al., 2018), indicam que houve um aumento na quantidade de lignina nas amostras das madeiras após o tratamento térmico.

Os picos em  $3340$  e  $1367\text{ cm}^{-1}$  atribuídos a deformação das moléculas de celulose e hemiceluloses (Li et al., 2022), tiveram a intensidade das bandas reduzidas com o aumento da temperatura do termotratamento, principalmente nos tratamentos com 240 °C, ocasionado pela degradação de grupos de acetil (Okon et al., 2017). A análise de FTIR possibilitou observar

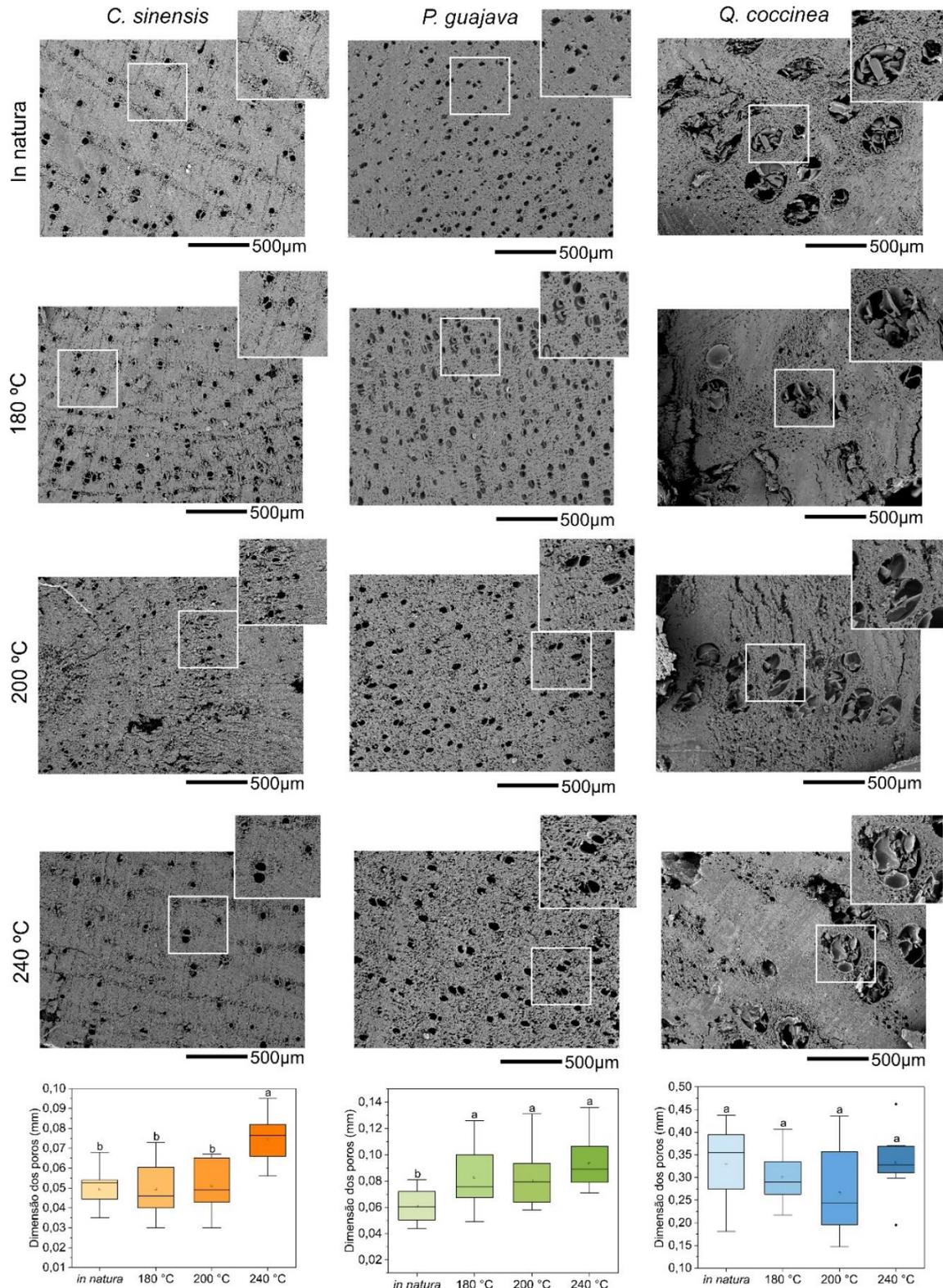
que o teor de lignina aumentou, enquanto o teor de celulose e hemiceluloses diminuiu em resposta à aplicação do termotratamento. Esses resultados concordam com as análises químicas das amostras (Figura 7). Eles indicam como o termotratamento alterou a composição química das madeiras, aumentando os compostos siringil e guaiacil, que têm grande importância na maturação de bebidas, conferindo notas aromáticas de “baunilha”, “floral” e “amêndoas” (Cernîșev, 2017).

**Tabela 2.** Bandas infravermelhas das madeiras e atribuições de ligações moleculares relacionadas.

<b>Número de onda (cm<sup>-1</sup>)</b>	<b>Atribuição da banda</b>	<b>Referência</b>
1025	Estiramento C – O em álcoois primários em celulose	(Toscano et al., 2022)
1230	-O núcleos de siringil em lignina e hemiceluloses	(Boukir et al., 2019)
1268	Vcar -O grupo metoxil aromático guaiacil em lignina e celulose	(Jiang et al., 2015)
1321	Unidades de lignina siringil e guaiacil. Alongamento assimétrico dos grupos éster acético	(Esteves et al., 2013)
1367	Deformação CH em celulose e hemiceluloses	(Li et al., 2022)
1420	Vibração esquelética aromática combinada com C – H em deformação plana para lignina e celulose	(Li et al., 2022)
1460	Deformação na ligação C – H anel aromático da lignina	(Pereira Acosta et al., 2021)
1507	C = C alongamento do anel aromático (benzeno) na matriz guaiacil-siringil; vibrações da ligação em compostos extrativos	(Fellak et al., 2022; Toscano et al., 2022)
1590	Vibrações esqueléticas do C – C no anel fenólico	(Boukir et al., 2019; Traoré et al., 2018).
1635	O – H absorvido e C – O conjugado em polissacarídeos	(Toscano et al., 2022)
1655	O – H absorvido e C – O conjugado em polissacarídeos	(Toscano et al., 2022)
2885	Alongamento C – H	(Esteves et al., 2013)
3340	V(OH) grupos hidroxila em lignina (febólica + CH2 OH), celulose e hemiceluloses. Alongamento intermolecular de H – O – H ligado a hidrogênio	(Jiang et al., 2015)

### 3.3.4. Análise visual de microestruturas das madeiras (MEV)

A Figura 10, com imagens de MEV, mostra a morfologia de seções transversais de madeiras de *C. sinensis*, *P. Guajava* e *Q. coccinea*, *in natura* e após a aplicação dos termotratamentos.



**Figura 10.** Imagens de microscópio eletrônico de varredura (MEV) de madeiras sob influência do termotratamento.

As dimensões dos poros das amostras de *C. sinensis* foram significativamente afetadas pelo termotratamento, com o maior aumento observado a 240 °C. Nas amostras de *P. guajava*, houve o aumento do diâmetro dos poros, mas não foi significativo entre os tratamentos térmicos, apenas em comparação com as amostras *in natura*. As amostras de *Q. coccinea* não mostraram diferenças estatísticas na dimensão dos poros entre os tratamentos térmicos e as amostras *in natura*. Entre as espécies, *Q. coccinea* apresentou as maiores dimensões dos poros, seguida por *P. guajava* e *C. sinensis*. Essa característica de maior diâmetro dos poros pode favorecer a extração dos extrativos e compostos dos chips de madeira pela cachaça.

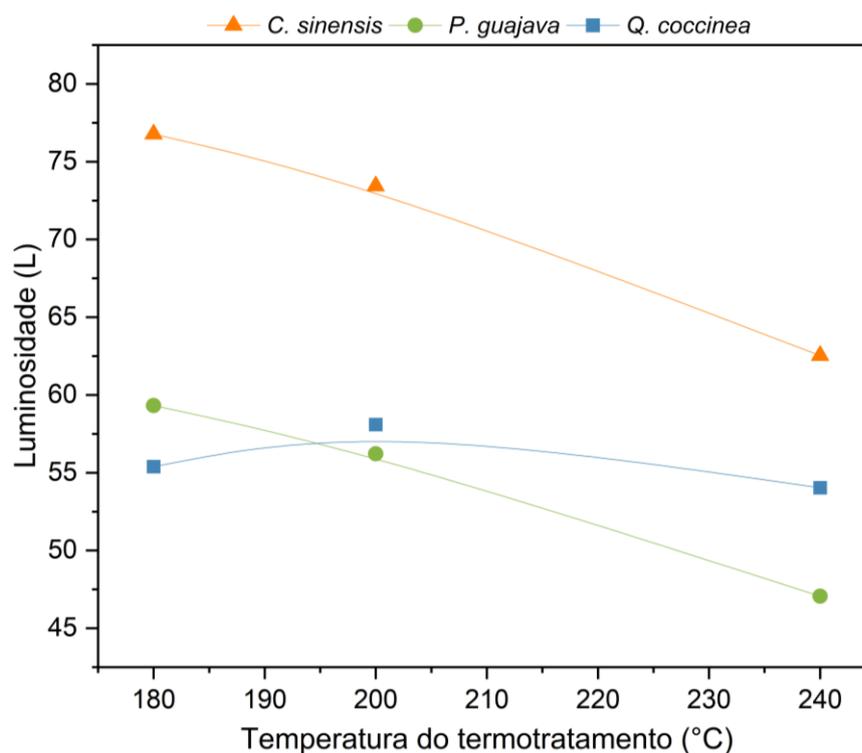
O aumento do tamanho dos poros nas amostras de *C. sinensis* pode ser atribuído à degradação dos componentes da madeira, como lignina e hemiceluloses (He et al., 2022), comportamento constatado nos resultados de análise química com a degradação da lignina (Figura 7, B). As dimensões dos poros em *P. guajava* aumentaram após o termotratamento, mas não variaram entre as diferentes temperaturas aplicadas. Esse comportamento contrasta com o observado em *C. sinensis*, onde a redução na lignina pode ter influenciado a dimensão dos poros, enquanto em *P. guajava*, a lignina apresentou aumento, evitando mudanças significativas nos poros. Nas imagens de *Q. coccinea*, observamos que os poros estão obstruídos. Essa obstrução é comum no cerne da madeira, que, sendo a parte mais antiga da árvore, acumula ao longo do tempo extrativos, resinas e outros compostos (Pereira et al., 2016). Esse acúmulo de extrativos podem conferir maior resistência a degradação, o que possivelmente explica a ausência de alteração na dimensão dos poros.

### 3.3.5. Análise colorimétrica das madeiras

Os parâmetros colorimétricos, das três espécies de madeira analisadas, tanto *in natura* quanto após o termotratamento foram analisados e esses parâmetros são representados por luminosidade (L) e coordenadas cromáticas a\* e b\*.

Observamos que o parâmetro de luminosidade (L) para a espécie *Citrus sinensis* foi significativamente maior quando se comparado com as espécies de carvalho e *P. guajava* (Figura 11). Podemos observar que o aumento da temperatura do termotratamento está associado à diminuição na luminosidade das madeiras estudadas. Na variável associada a coloração avermelhado, o parâmetro cromático a\*, apenas o termotratamento a 180 °C apresentou diferença significativa entre as espécies, enquanto a variável associada a

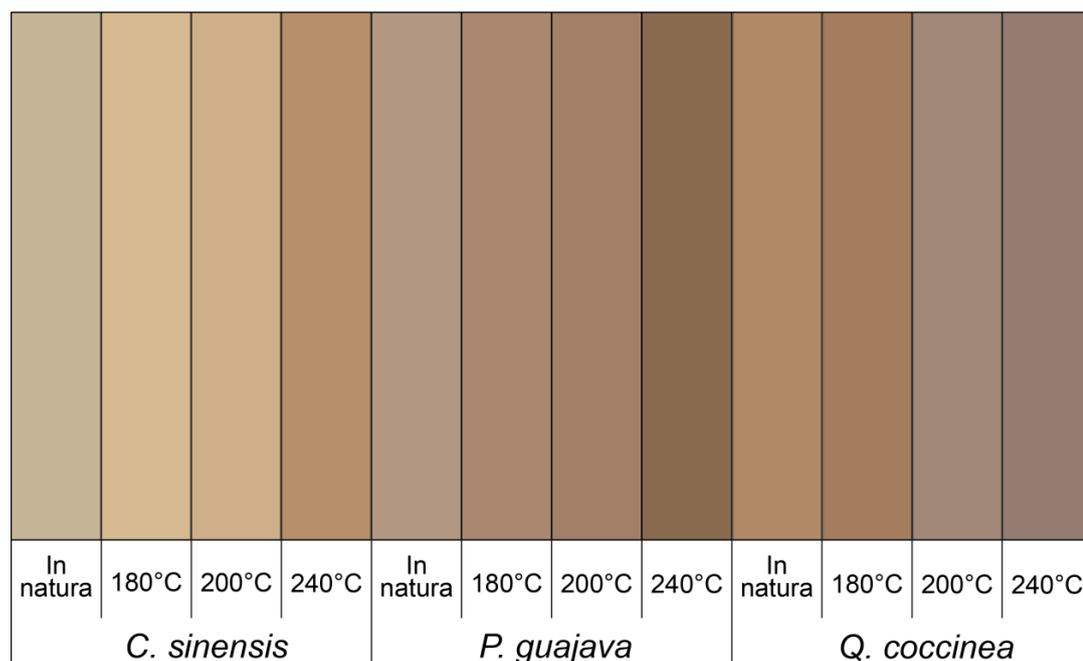
coloração amarelada, o parâmetro cromático  $b^*$ , esse comportamento foi observado nas temperaturas mais altas de 200 e 240 °C (Tabela D e E, Apêndices).



**Figura 11.** Parâmetro de Luminosidade (L) das espécies em resposta ao termotratamento.

As alterações na coloração da madeira durante o termotratamento advêm de modificações químicas de seus componentes, como a redução do teor de celulose e reações fotoquímicas na lignina, que provocam o amarelecimento cromóforo (Mastouri et al., 2023; Rosu et al., 2010). Em nosso estudo, é possível observar a relação na diminuição do teor de holocelulose nas temperaturas mais elevadas (200 e 240 °C) e a alteração na coloração das madeiras, indicado pelo parâmetro cromático  $b^*$  em ambos termotratamento. A cor de bebidas maturadas ou envelhecidas é influenciada pelo teor de compostos fenólicos, cuja produção desses compostos depende da intensidade do termotratamento das madeiras, podendo assim alterar a cor da bebida (Canas, 2017; Delgado-González et al., 2021).

Na Figura 12 estão representas as cores em RGB das madeiras de *C. sinensis*, *P. guajava* e *Q. coccinea* antes e após o termotratamento. De modo geral, foi possível observar que o aumento da temperatura ocasionou em um escurecimento mais acentuado nas madeiras.



**Figura 12.** Representação das cores das madeiras.

### 3.3.6. Aplicações práticas e futuras pesquisas

As diferenças observadas na degradação térmica e nos perfis de grupos funcionais dessas madeiras indicam que cada uma delas pode conferir características distintas à bebida durante o processo de maturação. O *Quercus coccinea*, com maiores proporções de lignina e picos mais intensos no DTG, sugere uma contribuição significativa de compostos que auxiliam no desenvolvimento de sabores complexos e coloração intensa aos destilados. O *Citrus sinensis* apresentou picos mais intenso no FTIR em comparação as amostras de *Q. coccinea*. Esse comportamento sugere uma maior liberação de compostos derivados da lignina, que podem enriquecer o perfil sensorial da beida destilada, contribuindo para um sabor e notas aromática mais intensas e possivelmente cítricas. A *Psidium guajava*, com maior teor de holocelulose e picos mais pronunciados no FTIR, pode oferecer um perfil sensorial diferenciado, com notas suaves e um perfil aromático distinto.

O aproveitamento de madeiras e a melhoria com o termotratamento são interessantes para o meio ambiente, uma vez que promovem a utilização sustentável de recursos naturais e reduzem o desperdício de materiais que até então não tinham utilidade. A aplicação de técnicas de termotratamento não só valoriza os resíduos de madeira, mas também minimiza a necessidade de extração de novas madeiras, contribuindo para a conservação das florestas. O impacto econômico é relevante, pois a produção de cachaça com chips de madeiras termotradas pode resultar em bebidas com perfis únicos, diferenciando produtos e atendendo a nichos de mercado específicos.

Para pesquisas futuras, é necessário que se faça uma investigação da influência do tempo de termotratamento na composição química das madeiras e como isso pode impactar seu potencial para o uso de chips na maturação de destilados. Estudos mais detalhados sobre as variações nos teores dos componentes estruturais da madeira em função do tempo de termotratamento podem fornecer *insights* importantes sobre as condições ótimas para maximizar as propriedades desejáveis na cachaça. Além disso, é crucial a avaliação da composição química da madeira sob substâncias que possam ser nocivas à saúde quando ingeridas. A identificação e quantificação de compostos potencialmente tóxicos liberados durante o processo de maturação é fundamental para garantir a segurança e saúde dos consumidores.

### 3.4. Conclusões

As alterações provocadas nos chips das espécies durante o termotratamento melhoraram as propriedades de interesse para o uso na maturação da cachaça. Os chips termotratados a 240 °C resultaram em uma maior degradação dos componentes estruturais, causando um aumento no teor de lignina e nos compostos da via guaiacil e siringil, comportamento observado em todas as espécies. Esses compostos são importantes para o setor de bebidas, pois promovem melhoria no aroma, cor e sabor. Os resultados indicam positivamente o potencial uso dos chips termotratados na maturação, promovendo sustentabilidade ambiental e valorização econômica. Estudos futuros devem continuar a explorar a variável de tempo do termotratamento para otimizar o uso de chips da madeira, assegurando qualidade sensorial e segurança alimentar nos produtos destilados.

### Referências

- Aliaño-González, M.J., Gabaston, J., Ortiz-Somovilla, V., Cantos-Villar, E., 2022. Wood Waste from Fruit Trees: Biomolecules and Their Applications in Agri-Food Industry. *Biomolecules* 12, 238. <https://doi.org/10.3390/BIOM12020238/S1>
- Altgen, M., Uimonen, T., Rautkari, L., 2018. The effect of de- and re-polymerization during heat-treatment on the mechanical behavior of Scots pine sapwood under quasi-static load. *Polym. Degrad. Stab.* 147, 197–205. <https://doi.org/10.1016/J.POLYMDEGRADSTAB.2017.12.007>

- ASTM, 2017. D2395-17 – Standard Test Methods for Density and Specific Gravity (Relative Density) of Wood and Wood-Based Materials. <https://doi.org/10.1520/D2395-17>.
- Aylott, R.I., MacKenzie, W.M., 2012. Analytical Strategies to Confirm the Generic Authenticity of Scotch Whisky. *J. Inst. Brew.* 116, 215–229. <https://doi.org/10.1002/J.2050-0416.2010.TB00424.X>
- Barreiros, R.M., Lisboa, F.D., Gouvea, C.F., Reis, A.M.F., Godinho, E.Z., Dias, K.B., 2023. Comportamento químico e físico da madeira natural e termorretificada de clones de eucalipto. *Ciência Florest.* 33, e67304. <https://doi.org/10.5902/1980509867304>
- Barskov, S., Zappi, M., Buchireddy, P., Dufreche, S., Guillory, J., Gang, D., Hernandez, R., Bajpai, R., Baudier, J., Cooper, R., Sharp, R., 2019. Torrefaction of biomass: A review of production methods for biocoal from cultured and waste lignocellulosic feedstocks. *Renew. Energy* 142, 624–642. <https://doi.org/10.1016/J.RENENE.2019.04.068>
- Belt, T., Altgen, M., Awais, M., Nopens, M., Rautkari, L., 2024. Degradation by brown rot fungi increases the hygroscopicity of heat-treated wood. *Int. Biodeterior. Biodegradation* 186, 105690. <https://doi.org/10.1016/J.IBIOD.2023.105690>
- Bortoletto, A.M., Correa, A.C., Alcarde, A.R., 2016. Aging practices influence chemical and sensory quality of cachaça. *Food Res. Int.* 86, 46–53. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2016.05.003>
- Boukir, A., Fellak, S., Doumenq, P., 2019. Structural characterization of *Argania spinosa* Moroccan wooden artifacts during natural degradation progress using infrared spectroscopy (ATR-FTIR) and X-Ray diffraction (XRD). *Heliyon* 5, e02477. <https://doi.org/10.1016/J.HELİYON.2019.E02477>
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução normativa nº 13, de 29 de junho de 2005. *Diário Oficial da União*. Brasília, 29 de junho de 2005.
- Canas, S., 2017. Phenolic Composition and Related Properties of Aged Wine Spirits: Influence of Barrel Characteristics. A Review. *Beverages* 2017, Vol. 3, Page 55 3, 55. <https://doi.org/10.3390/BEVERAGES3040055>
- Castro, M.C., Bortoletto, A.M., Silvello, G.C., Alcarde, A.R., 2020. Lignin-derived phenolic compounds in cachaça aged in new barrels made from two oak species. *Heliyon* 6, e05586. <https://doi.org/10.1016/J.HELİYON.2020.E05586>

- Cernîșev, S., 2017. Analysis of lignin-derived phenolic compounds and their transformations in aged wine distillates. *Food Control* 73, 281–290. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCONT.2016.08.015>
- Coelho, E., Teixeira, J.A., Tavares, T., Domingues, L., Oliveira, J.M., 2021. Reuse of oak chips for modification of the volatile fraction of alcoholic beverages. *LWT* 135, 110046. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2020.110046>
- Coldea, T.E., Socaciu, C., Mudura, E., Socaci, S.A., Ranga, F., Pop, C.R., Vriesekoop, F., Pasqualone, A., 2020. Volatile and phenolic profiles of traditional Romanian apple brandy after rapid ageing with different wood chips. *Food Chem.* 320, 126643. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2020.126643>
- Costa, M., Miglior, N., Correia, A.C., Ricardo-da-Silva, J.M., Jordão, A.M., 2021. Storage of a Touriga Nacional red wine in contact with *Juglans regia* L. and *Quercus petraea* L. wood chip species: comparative influence on phenolic and sensory characteristics. *Eur. Food Res. Technol.* 247, 3037–3052. <https://doi.org/10.1007/S00217-021-03854-3/FIGURES/3>
- Delgado-González, M.J., García-Moreno, M.V., Sánchez-Guillén, M.M., García-Barroso, C., Guillén-Sánchez, D.A., 2021. Colour evolution kinetics study of spirits in their ageing process in wood casks. *Food Control* 119, 107468. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCONT.2020.107468>
- Esteves, B., Marques, A.V., Domingos, I., Pereira, H., 2013. Chemical changes of heat treated pine and eucalypt wood monitored by FTIR. *Maderas. Cienc. y Tecnol.* 15, 245–258. <https://doi.org/10.4067/S0718-221X2013005000020>
- Fellak, S., Rafik, M., Haidara, H., Boukir, A., Lhassani, A. (2022). Study of natural degradation effect on lignocellulose fibers of archaeological cedar wood: monitoring by Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy. <https://doi.org/10.1051/matecconf/202236000006>
- FOELKEL, C. Elementos de Vaso e celulosas de eucalipto. *Eucalyptus* on line book and newsletter. (en línea) Consultado, v. 13, 2007.
- Gaff, M., Kačík, F., Gašparík, M., 2019. Impact of thermal modification on the chemical changes and impact bending strength of European oak and Norway spruce wood. *Compos. Struct.* 216, 80–88. <https://doi.org/10.1016/J.COMPSTRUCT.2019.02.091>

- Gurleyen, L., Ayata, U., Esteves, B., Gurleyen, T. e Cakicier, N. (2019). “ Efeitos da modificação térmica da madeira de carvalho nas propriedades selecionadas de sistemas de revestimento ”, *BioRes* . 14(1), 1838-1849.
- He, L., Zhang, T., Zhao, Y., Gao, J., Zhang, Y., Yang, Y., He, Z., Yi, S., 2022. Effect of natural tung oil on wood shrinkage during the thermal modification process. *J. Clean. Prod.* 379, 134450. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2022.134450>
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção agrícola no Brasil, IBGE, 2021. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pesquisa/15/11863?tipo=grafico&indicador=11955>. Acesso em: 01 out, 2022.
- Jiang, Z., Yi, J., Li, J., He, T., Hu, C., 2015. Promoting Effect of Sodium Chloride on the Solubilization and Depolymerization of Cellulose from Raw Biomass Materials in Water. *ChemSusChem* 8, 1901–1907. <https://doi.org/10.1002/CSSC.201500158>
- Júnior, E.A.B., Lengowski, E.C., 2018. Colorimetria aplicada À ciência e tecnologia da madeira. *Pesqui. Florest. Bras.* 38. <https://doi.org/10.4336/2018.pfb.38e201601394>
- Kamboj, G., Gašparík, M., Gaff, M., Kačík, F., Sethy, A.K., Corleto, R., Razaei, F., Ditommaso, G., Sikora, A., Kaplan, L., Kubš, J., Das, S., Macků, J., 2020. Surface quality and cutting power requirement after edge milling of thermally modified meranti (*Shorea spp.*) wood. *J. Build. Eng.* 29, 101213. <https://doi.org/10.1016/J.JOBE.2020.101213>
- Laudares, F.A.L., Do Nascimento, A.M., Oliveira, R.N., Dos Santos, R.R., Moura, F.D.G., 2023. Avaliação das propriedades acústicas de mogno africano (*Khaya ivorensis*) submetido a tratamento térmico em estufa e autoclave. *Matéria (Rio Janeiro)* 28, e20230035. <https://doi.org/10.1590/1517-7076-RMAT-2023-0035>
- Li, R., Guo, J., Macchioni, N., Pizzo, B., Xi, G., Tian, X., Chen, J., Sun, J., Jiang, X., Cao, J., Zhang, Z., Yin, Y., 2022. Characterisation of waterlogged archaeological wood from Nanhai No. 1 shipwreck by multidisciplinary diagnostic methods. *J. Cult. Herit.* 56, 25–35. <https://doi.org/10.1016/J.CULHER.2022.05.004>
- Martínez-Gil, A.M., del Alamo-Sanza, M., Nevares, I., Sánchez-Gómez, R., Gallego, L., 2020. Effect of size, seasoning and toasting level of *Quercus pyrenaica* Willd. wood on wine phenolic composition during maturation process with micro-oxygenation. *Food Res. Int.* 128, 108703. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2019.108703>

- Mastouri, A., Azadfallah, M., kamboj, G., Rezaei, F., Tarmian, A., Efhamisisi, D., Mahmoudkia, M., Corcione, C.E., 2023. Kinetic studies on photo-degradation of thermally-treated spruce wood during natural weathering: Surface performance, lignin and cellulose crystallinity. *Constr. Build. Mater.* 392, 131923. <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2023.131923>
- Nie, X., Liu, K., Zhang, Y., Wang, Z., Meng, C., Zhao, Z., Ao, C., 2023. Effects of oak chips on quality and flavor of persimmon brandy: A comprehensive analysis of volatile and non-volatile compounds. *LWT* 183, 114915. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2023.114915>
- Okon, K.E., Lin, F., Chen, Y., Huang, B., 2017. Effect of silicone oil heat treatment on the chemical composition, cellulose crystalline structure and contact angle of Chinese parasol wood. *Carbohydr. Polym.* 164, 179–185. <https://doi.org/10.1016/J.CARBPOL.2017.01.076>
- Pereira Acosta, A., Romer Schulz, H., Antonio Pinto da Silva Júnior, M., Gallio, E., Alberto Gatto, D., citar, C., Júnior, S., (2021). Propriedades termoquímicas e físico-mecânicas de Eucalyptus grandis polimerizado in situ com MMA Thermochemical and physical-mechanical properties of Eucalyptus grandis polymerized in situ with MMA. *Sci. For.* 49, 2021. <https://doi.org/10.18671/scifor.v49n131.05>
- PEREIRA, Bárbara Luísa Corradi et al. Efeito da carbonização da madeira na estrutura anatômica e densidade do carvão vegetal de Eucalyptus. *Ciência Florestal*, v. 26, n. 02, p. 545-557, 2016. <https://doi.org/10.5902/1980509822755>
- Rosu, D., Teaca, C.A., Bodirlau, R., Rosu, L., 2010. FTIR and color change of the modified wood as a result of artificial light irradiation. *J. Photochem. Photobiol. B Biol.* 99, 144–149. <https://doi.org/10.1016/J.JPHOTOBIO.2010.03.010>
- Ruiz-García, V.M., Huerta-Mendez, M.Y., Vázquez-Tinoco, J.C., Alvarado-Flores, J.J., Berrueta-Soriano, V.M., López-Albarrán, P., Maserá, O., Rutiaga-Quiñones, J.G., 2022. Pellets from Lignocellulosic Material Obtained from Pruning Guava Trees: Characterization, Energy Performance and Emissions. *Sustain.* 2022, Vol. 14, Page 1336 14, 1336. <https://doi.org/10.3390/SU14031336>
- Sandberg, D., Kutnar, A., Mantanis, G., 2017. Wood modification technologies - a review. *iForest - Biogeosciences For.* 10, 895. <https://doi.org/10.3832/IFOR2380-010>
- Sousa, T.M. de, Castro, V.G., 2021. Thermo modification of Auxemma onocalyx sapwood and heartwood. *Adv. For. Sci.* 8, 1519–1525. <https://doi.org/10.34062/AFS.V8I3.12698>
- Suhas, E., Shinkaruk, S., Pons, A., 2024. Optimizing the identification of thiols in red wines using new oak-wood accelerated reductive treatment. *Food Chem.* 437, 137859. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2023.137859>

- TAPPI, T. A. O. T. P. A. P. T 222 om-02. [S. I.]: Acid-insoluble lignin in wood and pulp, 2002.
- TAPPI, T. A. of the P. and P. I. T 264 cm-97. [S. I.]: Preparation of wood for chemical analysis, 1997.
- TAPPI, T. A. of the P. and P. I. TAPPI T257 cm-85: Sampling and preparing wood for analysis. Atlanta: Tappi Press, 1985.
- Toscano, G., Maceratesi, V., Leoni, E., Stipa, P., Laudadio, E., Sabbatini, S., 2022. FTIR spectroscopy for determination of the raw materials used in wood pellet production. *Fuel* 313, 123017. <https://doi.org/10.1016/J.FUEL.2021.123017>
- Traoré, M., Kaal, J., Martínez Cortizas, A., 2018. Differentiation between pine woods according to species and growing location using FTIR-ATR. *Wood Sci. Technol.* 52, 487–504. <https://doi.org/10.1007/S00226-017-0967-9/FIGURES/7>
- Wang, Q., Sun, S., Zhang, X., Liu, H., Sun, B., Guo, S., 2021. Influence of air oxidative and non-oxidative torrefaction on the chemical properties of corn stalk. *Bioresour. Technol.* 332, 125120. <https://doi.org/10.1016/J.BIORTECH.2021.125120>
- Zelinka, S.L., Altgen, M., Emmerich, L., Guigo, N., Keplinger, T., Kymäläinen, M., Thybring, E.E., Thygesen, L.G., 2022. Review of Wood Modification and Wood Functionalization Technologies. *For.* 2022, Vol. 13, Page 1004 13, 1004. <https://doi.org/10.3390/F13071004>
- Zheng, S., Chen, M., Wu, J., Xu, J., 2023. Effect of heat treatment on properties and interfacial compatibility of poplar veneer/polyethylene film composite plywood. *Polym. Test.* 122, 108006. <https://doi.org/10.1016/J.POLYMERTESTING.2023.108006>

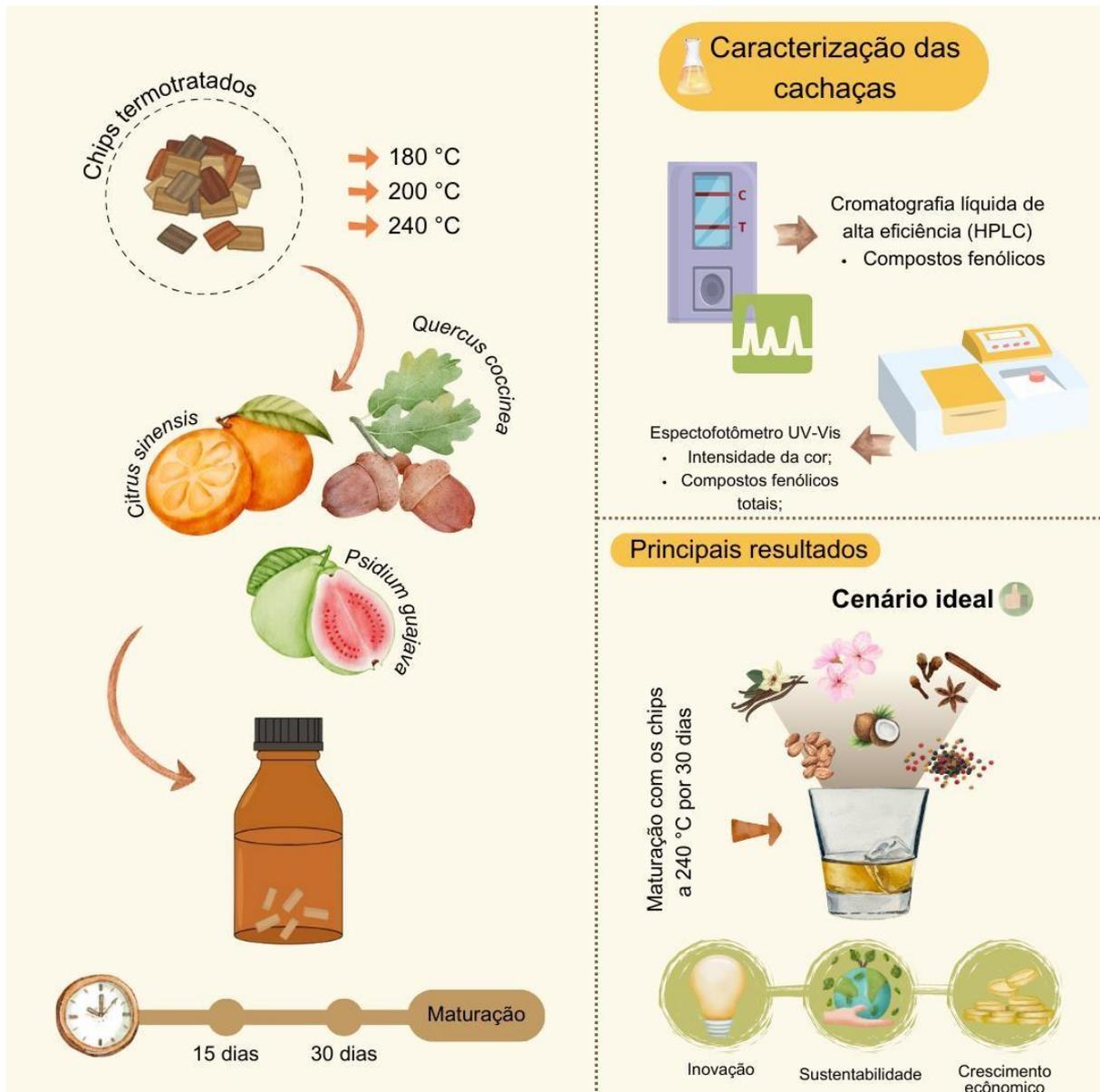
#### 4. INSIGHTS ACERCA DA UTILIZAÇÃO DE CHIPS TERMOTRATADOS DE MADEIRA DE *Citrus sinensis*, *Psidium guajava* E *Quercus coccinea* NA MATURAÇÃO DA CACHAÇA

##### Resumo

O uso de chips de madeira para a maturação de bebidas é uma técnica relativamente recente, com a maioria das pesquisas focadas em chips de *Quercus spp.* O objetivo desta pesquisa é utilizar diferentes espécies de madeira (*Citrus sinensis* e *Psidium guajava*), além do *Quercus coccinea*, para avaliar e comparar a influência do termotratamento e do tempo de maturação no desenvolvimento fenólico da cachaça. A hipótese deste estudo é que variações nas temperaturas de termotratamento causam mudanças específicas nas propriedades físico-químicas dos chips de madeira, afetando sua eficiência na maturação da cachaça. Para isso, chips de cada espécie e termotratamento (180, 200 e 240 °C) foram imersos em amostras puras de cachaça por dois períodos de maturação (15 e 30 dias). As análises dos efeitos dos chips na cachaça foram realizadas através da intensidade de cor (UV/Vis), compostos fenólicos totais (UV/Vis) e quantificação dos compostos fenólicos (ácido gálico, catequina, ácido vanílico, fenol, ácido siríngico, vanilina, siringaldeído, ácido p-cumárico, ácido sinápico, coniferaldeído, cumarina, 4-metilumbeliferona e ácido o-cumárico) por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). A interação com os chips resultou na extração de compostos fenólicos pela cachaça. A intensidade do termotratamento nos chips e o tempo de maturação foram determinantes para a maior extração desses compostos. As cachaças maturadas por 30 dias com chips de *C. sinensis* e *P. guajava* a 240 °C apresentaram maior intensidade de coloração e maior quantidade de compostos fenólicos. As cachaças maturadas com chips de *Q. coccinea* também mostraram comportamento semelhante. Com os resultados obtidos nesta pesquisa, é fundamental que estudos futuros explorem outras variedades de madeira menos comuns para avaliar sua viabilidade na maturação de destilados. A exploração contínua de novas madeiras e tecnologias pode levar a produtos de qualidade que atendem às necessidades dos consumidores.

Palavras-chave: Bebidas destiladas, Cromatografia líquida, Fragmentos de madeira, Resíduos de madeira, Compostos fenólicos

## Resumo gráfico



## Abstract

The use of wood chips for beverage maturation is a relatively recent technique, with most research focusing on *Quercus coccinea* chips. The objective of this research is to use different species of wood (*Citrus sinensis* and *Psidium guajava*), in addition to oak, to evaluate and compare the influence of thermotreatment and maturation time on the phenolic development of cachaça. The hypothesis of this study is that variations in thermotreatment temperatures cause specific changes in the physical-chemical properties of wood chips, affecting their efficiency in the maturation of cachaça. For this, chips of each species and thermotreatment (180, 200 and 240 °C) were immersed in pure cachaça samples for two maturation periods (15 and 30 days). Analyzes of the effects of chips on cachaça were carried out using color intensity (UV/Vis), total phenolic compounds (UV/Vis) and quantification of phenolic compounds (gallic acid, catechin, vanillic acid, phenol, syringic acid, vanillin, syringaldehyde, p-coumaric acid, sinapic acid, coniferaldehyde, coumarin, 4-

methylumbelliferone and o-coumaric acid) by high performance liquid chromatography (HPLC). The interaction with the chips produced in the protection of phenolic compounds by the cachaça. The intensity of the thermotreatment on the chips and the maturation time were decisive for the greater cleaning of these compounds. Cachaças matured for 30 days with *C. sinensis* and *P. guajava* chips at 240 °C showed greater color intensity and greater amounts of phenolic compounds. Cachaças matured with *Q. coccinea* chips also showed similar behavior. With the results obtained in this research, it is essential that future studies explore other less common wood varieties to evaluate their prediction in the maturation of distillates. Continuous exploration of new woods and technologies can lead to quality products that meet consumer needs.

Keywords: Distilled drink, Liquid chromatography, Wood fragments, Wood residues, phenolic compounds

#### **4.1. Introdução**

A cachaça, uma bebida tradicional e exclusiva do Brasil, desempenha papel de destaque na cultura e economia do país. Cachaça é o nome exclusivo e característico para a bebida destilada de cana-de-açúcar produzido no Brasil, com graduação alcoólica que varia de 38 a 48% em volume a 20 °C, resultante da destilação do caldo de cana fermentado (BRASIL, 2005). Esse destilado típico brasileiro, vem sendo alvo de práticas e políticas voltadas para melhoria da qualidade e, conseqüentemente, a expansão para novos mercados (Cardoso, 2013). Bebidas recém destiladas apresentam características sensoriais agressivas como sabor e cheiro alcoólico forte (Da Silva Cruz et al., 2020).

Com a finalidade de reverter essa situação e melhorar os aspectos sensoriais da bebida, o envelhecimento em madeira é comumente utilizado como estratégia para modificar e melhorar a composição das bebidas alcoólicas (Coelho et al., 2021), tornando-as mais suaves e com novos sabores. A União Europeia em 2006 regulamentou o uso de fragmentos de madeira durante o processo de envelhecimento de bebidas intensificou os estudos com essa prática, principalmente com o vinho (Arapitsas et al., 2004; García-Alcaraz et al., 2020; Pérez-Magariño et al., 2009; Rubio-Bretón et al., 2018). Como essa técnica, do uso de chips de madeira em bebidas, só foi concedido no Brasil em 2021, existem poucos trabalhos que investigam essa prática na cachaça (Bortoletto, 2013; Bortoletto e Alcarde, 2015). De forma geral, os estudos publicados analisaram, em sua grande maioria, somente espécies de carvalho (Arapitsas et al., 2004; Costa et al., 2021; De Coninck et al., 2006; Gordillo et al., 2013; Rubio-Bretón et al., 2018; Suhas et al., 2024). No entanto, alguns estudos têm utilizado

espécies brasileiras, como *Mycrocarpus frondosus*, *Amburana cearensis*, *Tabebuia heptaphylla*, *Cariniana estrellensis*, *Platycyamus regnelli* e *Cordia goeldiana*, porém somente para o envelhecimento em barris (Alcarde et al., 2010; De Sousa Fernandes et al., 2019; Simioni et al., 2018). Alguns outros estudos têm relatado o potencial do uso de outras espécies, como *P. avium*, e *Robinia pseudoacacia* na maturação de vinho com o uso de chips (Costa et al., 2020; Tavares et al., 2017).

Nos últimos anos, o interesse por diferentes espécies de madeira para maturação de bebidas tem sido renovado (Castro, 2020). A utilização de chips de madeira abre possibilidade de utilização de outras espécies de madeira, que por algum motivo não são úteis para a produção de barris, mas que tem potencial para utilização em chips devido suas características organolépticas (Bargalló-Guinjoan et al., 2023). Outro ponto importante da utilização de novas espécies de madeira é devido ao uso excessivo de espécies de carvalho, tanto para barris como chips, apresentando restrições ambientais em resposta a colheita intensiva dessa espécie (Martínez-Gil et al., 2018). Nesse contexto surge a possibilidade da utilização de resíduos madeireiros de frutíferas para a produção dos chips. O Brasil lidera a produção global de *Citrus sinensis* (laranjeira) (FAO, 2022) com uma extensão de mais de 550 mil ha de plantação (IBGE, 2022). Contudo, a produção gera grandes resíduos, principalmente no fim do ciclo produtivo. Em um estudo realizado na Europa, foi observado que uma espécie de *C. sinensis* pode gerar cerca de 4,7 toneladas de biomassa seca por hectare anualmente (Aliaño-González et al., 2022). Outra frutífera de grande importância econômica para o Brasil é a *Psidium guajava* (goiabeira) em que o país lidera o ranking mundial da produção de goiaba vermelha (IBGE, 2022). No México, terceiro maior produtor de goiaba do mundo, a poda de *Psidium spp.* gera em torno de 12 kg de biomassa residual por árvore (Ruiz-García et al., 2022). O processo de maturação em bebida modifica a composição química do destilado através do contato da bebida com a madeira (Martínez-Gil et al., 2020). A bebida extraí os compostos da madeira e um buquê aromático mais intenso e completo é formado com o passar do tempo (Conner et al., 2003) e intensificado com a aplicação de termotratamento na madeira (Călugăr et al., 2020).

A utilização de diferentes espécies de madeira para envelhecer ou aromatizar bebidas, abre um leque de oportunidades, abrangendo o mapa aromático existente no mercado e aumentando a complexidade da bebida. Além disso, a bebida se torna mais representativa da região, assim aumentando a diferenciação e exclusividade com as demais

bebidas de outras regiões (Bargalló-Guinjoan et al., 2023) e sem deixar de proporcionar uma bebida de qualidade, seguindo os padrões de identidade e qualidade estabelecido pelo MAPA (Brasil, 2005). Nesse contexto, esta pesquisa teve como objetivo investigar e comparar a influência da temperatura do tratamento térmico sobre as diferentes espécies de madeira e o desenvolvimento fenólico das cachaças resultantes da interação com os chips, bem como o impacto do tempo de maturação.

## 4.2. Material e Métodos

### 4.2.1. Preparação e termotratamento dos chips

Os resíduos de madeiras de *Citrus sinensis* (laranjeira) e *Psidium guajava* (goiabeira), foram coletados em pomares do Sítio Alegreatto, localizado na cidade de Jerônimo Monteiro, no estado do Espírito Santo - ES, Brasil. Três árvores de cada espécie foram selecionadas com base no critério de não apresentarem mais frutificação e então cortadas de acordo com essa seleção. A madeira de *Quercus coccínea* (carvalho americano), espécie tradicionalmente utilizada no processo de envelhecimento e maturação de bebidas, foi obtida de amostras comerciais. As madeiras de *C. sinensis* e *P. guajava* foram cortadas em discos, descascados e logo em seguida foram transformadas em chips com medidas aproximadamente de 2,5 cm x 0,5 cm x 0,5 (comprimento x largura x espessura). O mesmo ocorreu com as amostras comerciais de *Quercus coccínea* para garantir a uniformidade das dimensões em ambas as espécies.

Inicialmente os chips foram secos em estufa até massa constante para que a umidade não interferisse no processo térmico. O processo de termotratamento foi realizado em um sistema desenvolvido com aquecimento, circulação de ar, painel de controle, data logger, e termopares. Os chips foram então acomodados nas gavetas e posteriormente inseridos em um reator metálico. Foram utilizados três termopares, em pontos estratégicos (gavetas e estufa), para aferição e controle da temperatura em tempo real. As temperaturas dos tratamentos utilizados foram de 180, 200 e 240 °C. A programação da rampa de aquecimento utilizada na estufa se deu da seguinte forma: Com uma taxa de 2,0 °C.min<sup>-1</sup>, o processo iniciou em temperatura ambiente ( $\pm 30$  °C) e em seguida, ocorreu o aumento da temperatura até 100 °C, que permaneceu por 120 minutos. Após isso, foi submetido um novo aumento até a temperatura desejada (180, 200 e 240 °C), em que o tempo de residência foi de 150 minutos

(Tabela 1). Para cada temperatura do tratamento térmico, era utilizado apenas uma espécie, não havendo a mistura de duas ou mais espécies.

**Tabela 1.** Parâmetros da rampa de aquecimento do termotratamento.

Espécie	Temperatura (°C)	Tempo de residência (min)	Tempo total do Termotratamento (min)
<i>Citrus sinensis</i>	180	150	341
	200	150	350
	240	150	369
<i>Psidium guajava</i>	180	150	341
	200	150	350
	240	150	369
<i>Quercus coccinea</i>	180	150	341
	200	150	350
	240	150	369

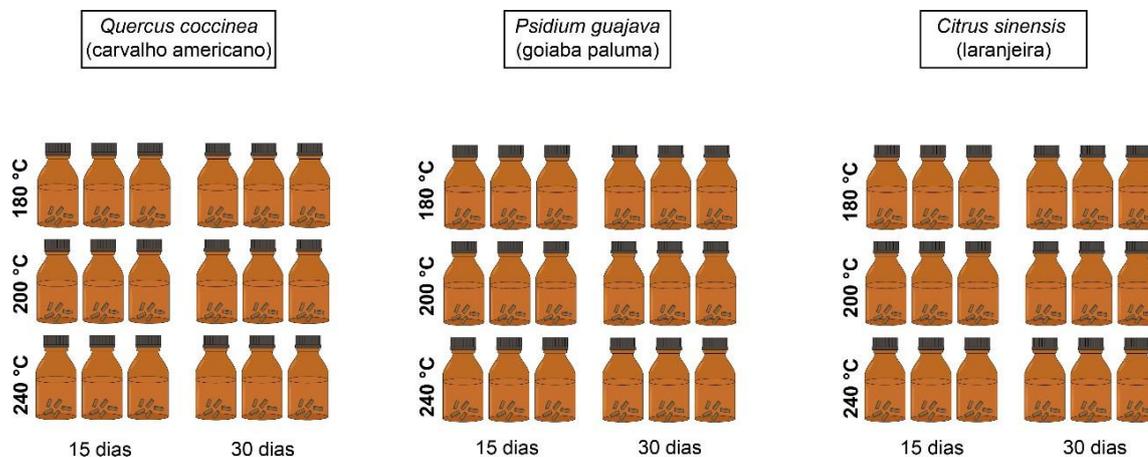
Os chips produzidos foram rotulados como *Citrus sinensis* (CS), *Psidium guajava* (PG) e *Quercus coccinea* (QC), e os termotratamentos de 180 °C, 200 °C e 240 °C foram designados como T1, T2 e T3, respectivamente.

#### 4.2.2. Procedimento experimental

Nesta pesquisa, foi utilizada a cachaça comercial não envelhecida da marca 51 ®, com teor alcoólico de 39% (v/v). Os chips termotratados, foram imersos em um recipiente de vidro âmbar contendo 100 mL de cachaça, na proporção de 10 g/L. Cuidou-se para que cada repetição não apenas tivesse o mesmo peso, mas também, em média, a mesma quantidade unitária de chips. Isso foi feito porque a maior área de contato da madeira com a bebida resulta em uma maior extração de compostos.

Os chips ficaram nos recipientes por dois períodos (15 e 30 dias) em temperatura ambiente. Cada espécie estudada, com três repetições, e após cada período de maturação, os

chips foram retirados, ficando somente a cachaça com os compostos extraídos da madeira, conforme a Figura 1.



**Figura 1.** Esquema experimental da maturação da cachaça.

#### 4.2.3. Intensidade da cor

Para avaliar a intensidade da cor das cachaças, foi realizado leituras em espectrofotômetro UV/Vis, com 420 nm de absorvância para um percurso óptico de  $1 > 0,001$  nm (Chatonet, 1995), utilizando cubetas de quartzo em um espectrofotômetro modelo BEL UV-M51. Não houve preparação das amostras para a realização das leituras, sendo, portanto, efetuada as leituras diretas da bebida. A cachaça sem maturação com os chips, foi considerada como o branco na realização das leituras.

#### 4.2.4. Compostos fenólicos totais

A análise de compostos fenólicos totais será realizada em espectrômetro digital em 765nm após reação com reagentes de Folin-Ciocalteau (Amerine & Ough, 1980).

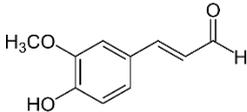
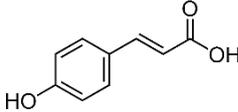
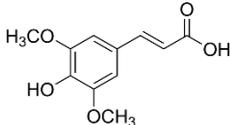
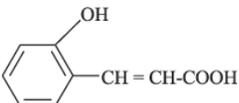
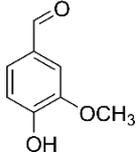
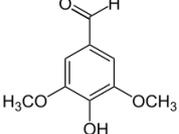
À amostra de 1 mL foi adicionado 1 mL de etanol a 40% e 5 mL de água destilada. Após agitar, adicionaram-se 0,5 mL da solução de Folin-Ciocalteu a 50% e, após 5 minutos, 1 mL de solução de carbonato de sódio a 5% foi incorporado à mistura. Após esse tempo, realizaram-se leituras espectrofotométricas a 725 nm (Shimadzu UV-1601 PC). As concentrações foram determinadas por meio de uma curva analítica com diferentes

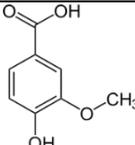
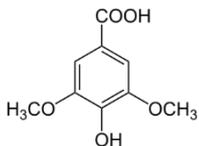
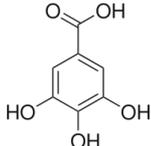
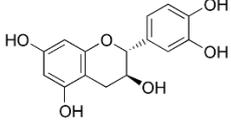
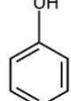
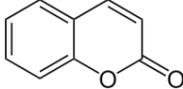
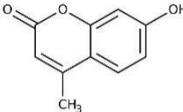
concentrações de ácido gálico em etanol 40% (10-200 mg/L). A concentração de polifenóis totais foi expressa em mg equivalentes de ácido gálico por litro.

#### 4.2.5. Compostos fenólicos por cromatografia líquida (HPLC)

As análises dos compostos fenólicos foram realizadas por cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC), seguindo metodologia descrita por Santiago et al., (2017). Em um HPLC Shimadzu, equipado com duas bombas de alta pressão modelo SPD-M20A, degaseificador modelo DGU-20A3, interface modelo CBM-20A, injetor automático modelo SIL-10AF e detector de arranjo de diodos (PDA). A coluna empregada foi uma Agilent – Zorbax Eclipse XDB-C18 (4,6 x 250 mm, 5 $\mu$ m) conectada a uma pré-coluna Agilent – Zorbax Eclipse XDB-C18 4-Pack (4,6 x 12,5 mm, 5 $\mu$ m). Os compostos fenólicos analisados e a concentração dos padrões utilizados, estão apresentados na Tabela 2.

**Tabela 2.** Compostos fenólicos e concentração dos padrões.

Compostos fenólicos	Estrutura molecular	Concentração dos padrões (mg. L <sup>-1</sup> )
Coniferaldeído		7,29
Ácido p-cumárico		6,56
Ácido sinápico		8,97
Ácido o-cumárico		6,56
Vanilina		6,08
Siringaldeído		7,29

Ácido vanílico		6,73
Ácido siríngico		7,93
Ácido gálico		6,80
Catequina		7,58
Fenol		3,76
Cumarina		5,85
4-metillumbeliferona		7,05

Os solventes utilizados para a fase móvel foram de grau analítico para HPLC: metanol (Merck), ácido acético glacial e água tipo I obtida de um sistema Milli-Q. Como fase móvel para a eluição dos compostos analisados foi utilizado a solução de ácido acético a 2% em água (Solvente A) e metanol: água: ácido acético (70: 28: 2% v/v) (Solvente B). Os padrões e amostras foram eluídos seguindo o gradiente de 0 a 25 min (00-40% B); 25-40 min (40-55% B); 40-50 min (55-100% B); 50-60 min (100-00% B). O comprimento de onda utilizado foi de 280 nm, com fluxo de 0,8 mL min<sup>-1</sup> e volume de injeção de 20 µL. Os padrões e amostras foram filtrados em membrana de polietileno de 0,45 µm e injetados diretamente no sistema cromatográfico. A identidade dos analitos foi confirmada pelo tempo de retenção, e o perfil dos picos da amostra, comparados aos dos padrões.

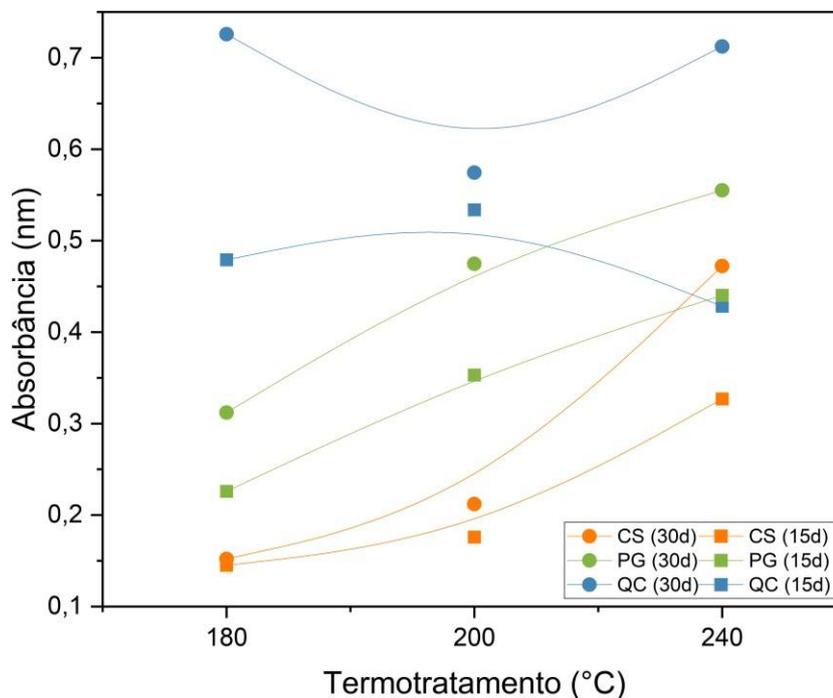
#### 4.2.6. Delineamento experimental e análise de dados

Foi utilizado o delineamento inteiramente casualizado, em esquema fatorial do tipo 3x3x2 (termotratoamento, espécie e período de maturação), com três repetições. Os dados obtidos foram avaliados por estatística descritiva, por meio de média, desvio padrão e coeficiente de variação. Os testes foram realizados com o auxílio do software R Core Team (R Core Team & Computing, 2022).

### 4.3. Resultados e Discussão

#### 4.3.1. Intensidade da cor

A Figura 2 apresenta a influência do termotratoamento e período de maturação na intensidade da cor das cachaças. Notavelmente, as cachaças maturadas com os chips de *Q. coccinea* apresentaram uma maior intensidade de cor em comparação com aquelas maturadas com *C. sinensis* e *P. guajava*.



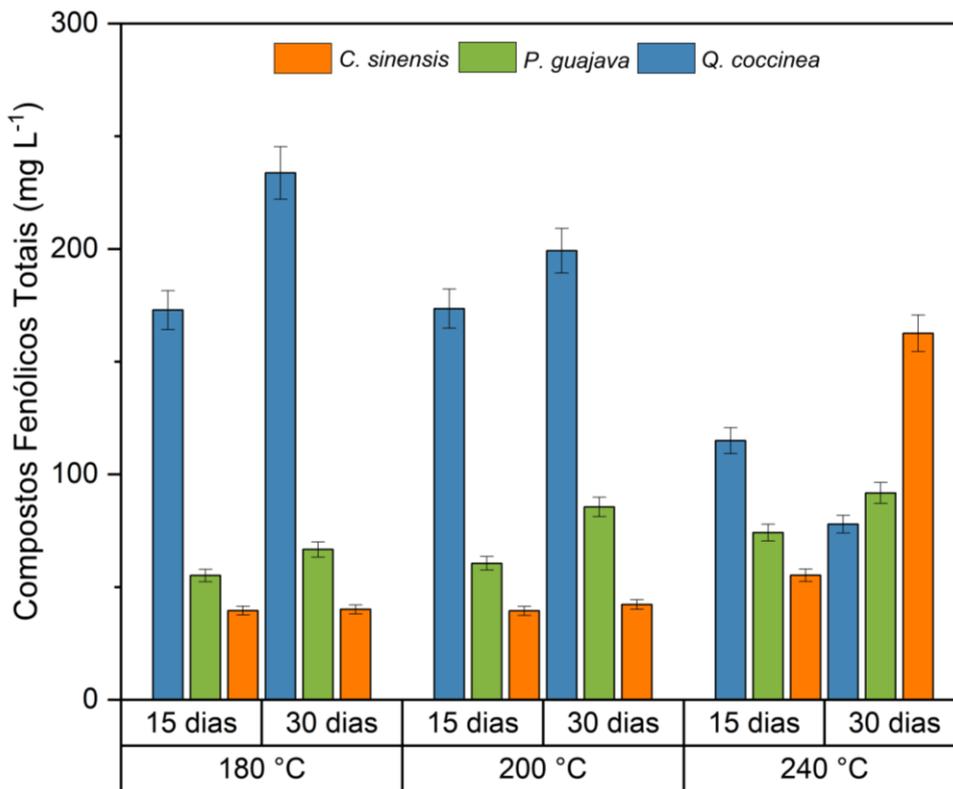
**Figura 2.** Influência do termotratoamento e período de maturação na intensidade da cor das cachaças. Onde, CS = *Citrus sinensis*; PG = *Psidium guajava*; QC = *Quercus coccinea*; 15d = 15 dias de maturação e 30d = 30 dias de maturação.

As cachaças maturadas com chips de *Q. coccinea* mostraram diferença estatística entre os termotratamentos e períodos de maturação (Tabela F, Apêndices). Em 15 dias, os chips tratados à 200 °C apresentaram a maior absorvância, enquanto os chips à 180 °C tiveram a maior absorvância após 30 dias de maturação. As cachaças maturadas com chips de *P. guajava* por 15 dias não mostraram diferenças significativas entre os tratamentos. No entanto, após 30 dias, os chips tratados a 240 °C apresentaram a melhor média de 5,55 nm (Tabela F Apêndices). Para as cachaças maturadas com chips de *C. sinensis*, o aumento foi observado, atingindo um pico nos chips termotratados a 240 °C, seguidos de 200 °C e 180 °C em ambos os períodos de maturação (Figura 2; Tabela F Apêndices).

Os resultados apresentados indicam que tanto a espécie da madeira quanto a temperatura do termotratamento e o tempo de maturação têm impacto na intensidade da cor da cachaça. Apesar da maior intensidade ter sido observada para o *Q. coccinea* a 240 °C após 30 dias, as cachaças maturadas com *C. sinensis* e *P. guajava* nas mesmas variáveis de temperatura e tempo de maturação, também apresentaram os seus maiores valores de absorvância. Com isso, podemos concluir que o termotratamento a 240 °C e o período de maturação de 30 dias promovem uma maior intensidade de coloração nas cachaças. Com esses resultados podemos perceber que a combinação adequada de tempo e temperatura podem ser escolhidas a fim de otimizar o processo e produzir uma cachaça com as características desejadas. Bebidas destiladas com coloração amarelo escuro são mais apreciadas por pessoas com faixa etária alta (+40 anos de idade), pois apreciam a bebida “pura”. Já os jovens preferem bebidas com coloração amarelo claro, pois costumam utilizá-las para fazer drinks (Tamayo-Sánchez et al., 2023).

#### **4.3.2. Compostos fenólicos totais**

A Figura 3 apresenta a influência do termotratamento e período de maturação nos compostos fenólicos totais das cachaças. Os resultados revelam que o conteúdo de compostos fenólicos totais varia conforme a espécie da madeira, a temperatura do termotratamento e o período de maturação. De forma geral, podemos observar que o aumento da temperatura e o tempo de maturação resultam em maiores concentrações de compostos fenólicos, com algumas variações específicas entre as espécies.



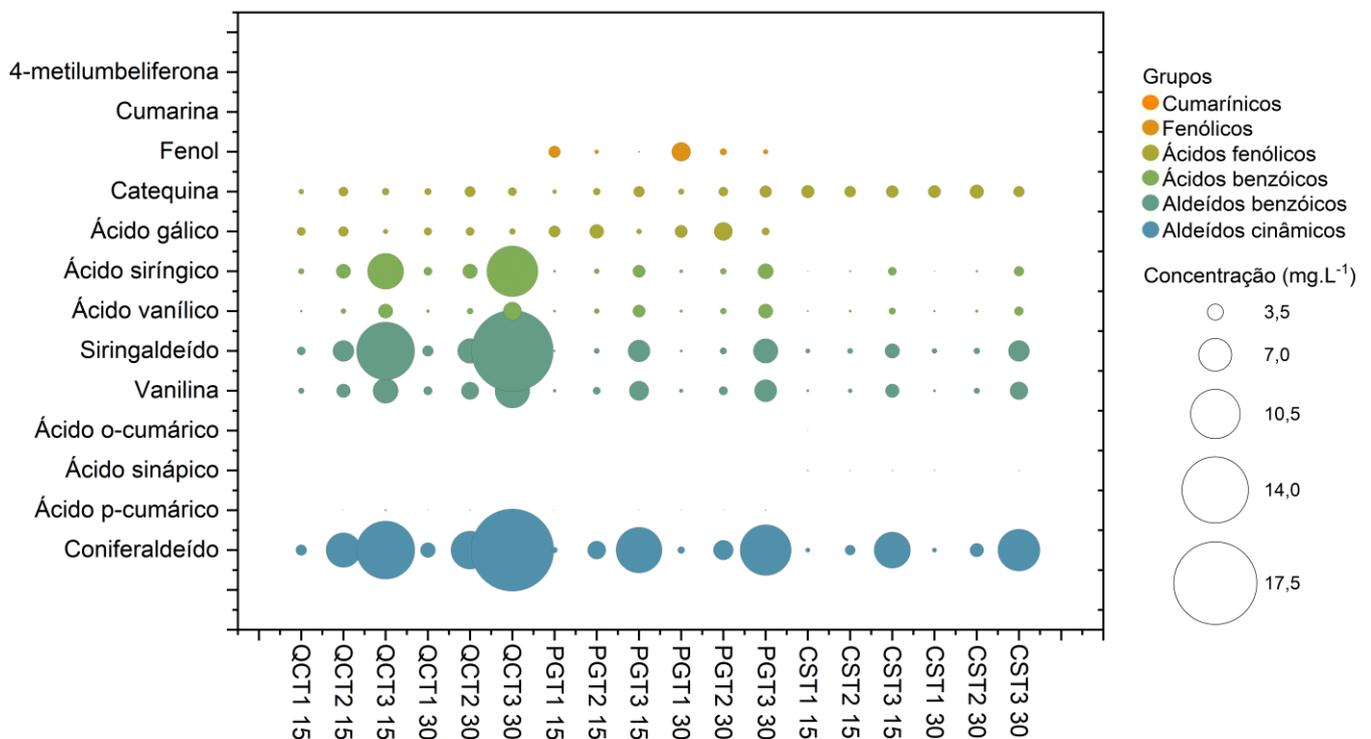
**Figura 3.** Influência do termotratamento e período de maturação nos compostos fenólicos totais das cachaças.

Pelos resultados obtidos, é possível perceber que as cachaças maturadas com chips de *Q. coccinea* apresentaram maiores concentrações de compostos fenólicos em comparação com as maturadas com as outras espécies. No entanto, houve uma diminuição na concentração desses compostos fenólicos à medida a temperatura do termotratamento aumentou, o que pode ser um comportamento específico desta espécie em resposta ao termotratamento. (Figura 3; Tabela G Apêndices). Os chips de *P. guajava* promoveram a extração de compostos fenólicos de forma gradativa, aumentando conforme a intensidade do termotratamento e período de maturação. Houve diferença estatística tanto nos termotratamentos quanto nos períodos de maturação, com os maiores valores observados a 240 °C, seguidos de 200 °C e 180 °C, em 30 e 15 dias, respectivamente (Tabela G Apêndices). Já os chips de *C. sinensis* apresentaram as menores quantidades de compostos fenólicos, mas houve um aumento significativo nas cachaças maturadas com os chips termotratados a 240 °C por 30 dias (Figura 3). Os compostos fenólicos agregam diferentes sabores, aromas e cores as bebidas (Barbosa et al., 2022) e aumentam significativamente com a intensidade do termotratamento das madeiras (Bortoletto e Alcarde, 2015) e com o tempo de maturação (Santiago et al., 2017).

#### 4.3.3. Compostos fenólicos por cromatografia líquida (HPLC)

A qualidade das bebidas é influenciada por diversos fatores. Um deles é a presença de compostos fenólicos na bebida, que são extraídos da madeira. Para identificar e quantificar esses compostos, foi realizada a cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). Ao todo, foram quantificados 13 compostos fenólicos: ácido gálico, catequina, ácido vanílico, fenol, ácido siríntrico, vanilina, siringaldeído, ácido p-cumárico, ácido sinápico, coniferaldeído, cumarina, 4-metilumbeliferona e ácido o-cumárico. O cromatograma das soluções padrão pode ser observado na Figura K Apêndices.

A interação dos chips promoveu a extração de compostos fenólicos em todas as variáveis analisadas (espécie, termotratamento e período de maturação). Os resultados obtidos da quantificação dos 13 compostos fenólicos das cachaças maturadas por interação de chips termotratados de *C. sinensis*, *P. guajava* e *Q. coccinea*, estão apresentados na Figura 4, enquanto as tabelas com os valores de cada composto em cada variável estão apresentadas das Tabelas H, I e J Apêndices.

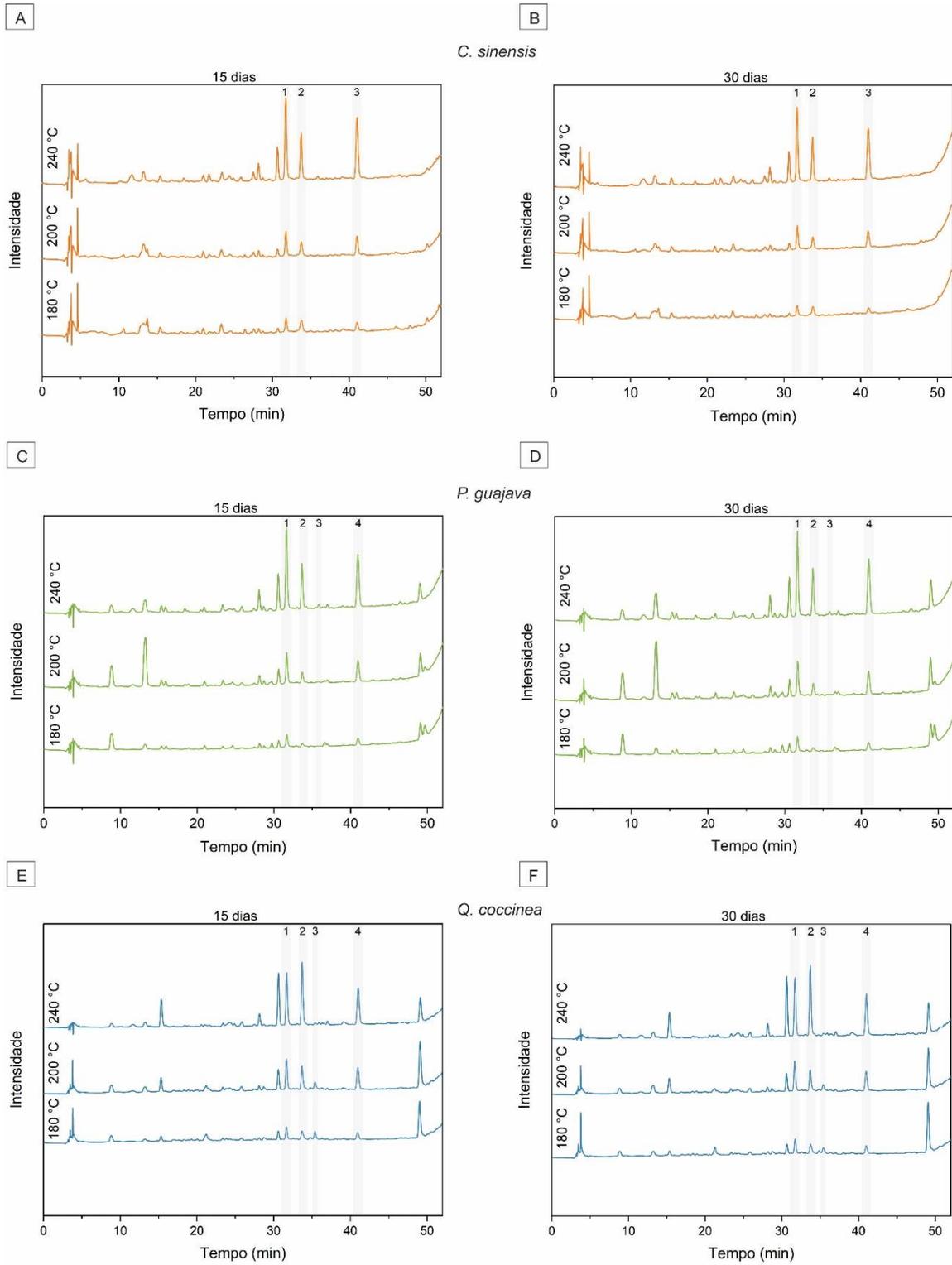


**Figura 4.** Influência do termotratamento e período de maturação nos compostos fenólicos totais das cachaças.

Observando os resultados apresentados nas tabelas, percebemos que tanto o termotratamento dos chips quanto o tempo de maturação resultaram em diferenças na

quantificação dos compostos fenólicos das espécies estudadas. Nas amostras de cachaças com chips de *Q. coccinea*, as quantidades de ácido gálico e catequina reduziram com a intensificação do termotratamento, em ambos os períodos de maturação (Figura 4). Esse comportamento indica que temperaturas mais elevadas provocam a degradação desses compostos fenólicos (Sahoo, et al., 2021). As amostras de cachaças com os chips de *P. guajava*, apresentaram resultados similares aos de *Q. coccinea*, em relação a redução do ácido gálico e catequina (Figura 4). Apresentaram também diminuição nos níveis de fenol e ácido p-cumárico com o aumento do termotratamento, comportamento já relatado por outros pesquisadores (García-Moreno et al., 2021). Nas cachaças maturadas com os chips de *C. sinensis*, ao contrário do *Q. coccinea* e *P. guajava*, a catequina manteve concentrações constantes (Figura 4). Notavelmente, o aumento da temperatura do termotratamento nos chips resultou em maiores concentrações de compostos fenólicos advindos da degradação da lignina. A lignina é o componente estrutural mais importante da madeira na maturação de bebidas, pois sua degradação gera compostos relevantes para o setor, incluindo aldeídos cinâmicos (coniferaldeído e sinapaldeído), aldeídos benzoicos (vanilina e siringaldeído) e ácidos benzoicos (ácido vanílico e ácido sirínico). Todos esses compostos fenólicos foram detectados em cachaças maturadas com os chips de todas as espécies e foram intensificados pelo termotratamento.

Além da Figura 4, o comportamento e as diferenças nos perfis fenólicos podem ser observados nos cromatogramas apresentados na Figura 5. Observando os cromatogramas, é possível perceber que o termotratamento altera significativamente o perfil dos compostos fenólicos das cachaças. Além disso, o tempo de maturação também contribui para o aumento da extração desses compostos.



**Figura 5.** Cromatogramas das cachaças maturadas com os chips. A = *C. sinensis* 15 dias; B = *C. sinensis* 30 dias; C = *P. guajava* 15 dias; D = *P. guajava* 30 dias; E = *Q. coccinea* 15 dias e F = *Q. coccinea* 30 dias.

A Figura 5 revela que em temperaturas mais elevadas, a degradação da lignina promoveu a produção de novos compostos, como a vanilina (1) e o siringaldeído (2). A vanilina, por exemplo, é responsável pelo sabor da bebida, trazendo notas de “baunilha”, “coco” e “intensidade do aroma” (Costa et al., 2021; Qiu et al., 2022). O siringaldeído, outro aldeído benzoico, promove notas sensoriais associados a “pimentas”, “especiarias”, “floral” e “amêndoas” (Cernîșev, 2017). Esses resultados são essenciais para a escolha da temperatura e período de maturação para chegar em um perfil fenólico desejado. Outras pesquisas corroboram com esses resultados encontrados nesta pesquisa, onde o termotratamento da madeira resulta em maiores quantidades de aldeídos fenólicos (Coelho et al., 2021; Coldea et al., 2020; Nonier et al., 2006).

O ácido p-cumárico (3) é normalmente detectado em bebidas destiladas com mais de 25 anos (Castro, 2020). No entanto, a adição de chips de *Q. coccinea* e *P. guajava* à cachaça promoveu a produção desse composto fenólico, mesmo que em baixas quantidades. Com esse resultado, podemos evidenciar a capacidade do uso dos chips termotratados na produção de compostos fenólicos, similar ao observado em bebidas destiladas envelhecidas. De modo geral, os resultados demonstraram que a utilização de madeiras reaproveitadas como *C. sinensis* e *P. guajava*, melhoradas termicamente, podem ser usadas na maturação da cachaça, uma vez que oferecem perfis fenólicos similares aos obtidos com chips de *Q. coccinea*.

O coniferaldeído (4) foi quantificado nas cachaças de todas as espécies estudadas e apresentou aumento com a intensidade do termotratamento (Figura 5). No entanto, outras pesquisas quantificaram esse composto apenas em cachaças maturadas com madeiras de *Quercus spp.* (Coldea et al., 2020; Rodríguez-Solana et al., 2017). O coniferaldeído possui notas aromáticas associadas a “fumaça”, “especiarias” e “fenólico” (Chatonnet e Dubourdiou, 1998). Esses resultados indicam que o uso de chips termotratados podem intensificar a liberação de coniferaldeído, mesmo utilizando madeiras não convencionais como o *Quercus spp.*, assim expandindo as possibilidades e viabilidade de usar madeiras reaproveitadas como uma alternativa sustentável.

Os resultados obtidos na análise de cromatografia mostraram que as cachaças maturadas com chips termotratados de diferentes espécies possuem perfis fenólicos distintos, mas igualmente ricos. A capacidade dos chips de *C. sinensis* e *P. guajava* de produzir compostos fenólicos cruciais para o setor de bebidas, evidencia o potencial como alternativa sustentáveis ao *Q. coccinea*, mas sem comprometer a qualidade da maturação. Os resultados

mostram também que a aplicação do termotratoamento é essencial para se obter maiores quantidades de fenólicos, além do tempo de maturação que embora o aumento foi pouco, mas ainda relevante. A compreensão desses efeitos permite a personalização dos processos de maturação para obter perfis sensoriais específicos. É importante ressaltar que a utilização de chips de madeiras tem como objetivo principal a aromatização e o melhoramento do perfil sensorial das cachaças por meio da maturação em curtos períodos. Este processo não deve ser confundido com o envelhecimento tradicional em barris, que envolve diferentes reações químicas entre a bebida e a madeira ao longo do tempo.

#### **4.3.4. Aplicações práticas e futuras pesquisas**

Os resultados obtidos nesta pesquisa proporcionam um entendimento aprofundado de como a definição da espécie da madeira, intensidade do termotratoamento e o período de maturação podem ser escolhidos para produzir cachaças com perfis sensoriais específicos, atendendo a diferentes padrões de consumidores. A utilização de chips de madeiras reaproveitadas, como a *C. sinensis* e *P. guajava*, destaca a prática sustentável e ambientalmente benéfica. O reaproveitamento não só diminui o desperdício de madeira, mas também reduz a pressão sobre espécies mais tradicionais, como o *Q. coccinea*, que são amplamente utilizadas. O emprego do termotratoamento para melhorar as propriedades dessas madeiras reaproveitadas intensifica ainda mais sua utilidade, oferecendo perfis fenólicos similares aos do *Quercus spp.* em certas condições, sendo benéfico economicamente e ambientalmente.

Na parte econômica, essa prática pode resultar em custos mais baixos de produção para os produtores de cachaça. A madeira reaproveitada pode ser mais acessível do que a madeira de *Q. coccinea*, assim reduzindo os custos de matéria-prima. Além disso, a utilização de processos de termotratoamento eficientes pode ser mais econômico a longo prazo, aumentando a competitividade dos produtos no mercado. Essas práticas podem estimular o crescimento da indústria de cachaça, criando empregos e promovendo o desenvolvimento econômico nas regiões produtoras.

No contexto de pesquisas futuras, é essencial investigar outras espécies de madeiras não convencionais para avaliar seu potencial na maturação de destilados. A biodiversidade oferece uma variedade de opções que podem conferir boas características sensoriais às

bebidas. Estudos focados em madeiras regionais podem revelar novos compostos fenólicos benéficos e perfis sensoriais diferenciados, contribuindo para a diversificação e inovação no setor de bebidas destiladas.

#### 4.4. Conclusões

Houve um aumento progressivo dos compostos fenólicos na cachaça com o aumento de temperatura do termotratamento nos chips e o período de maturação. Os compostos majoritariamente quantificados foram: ácido vanílico, ácido sirínico, vanilina, siringaldeído e coniferaldeído. Os resultados indicam que as cachaças maturadas por 30 dias com chips de madeira reaproveitada de *C. sinensis* e *P. guajava* a 240 °C apresentaram maior intensidade de coloração e maior quantidade de compostos fenólicos. As cachaças maturadas com chips de *Q. coccinea* também mostraram comportamento semelhante. Esses resultados não apenas informam práticas eficientes para a produção de cachaça maturadas com o uso de chips, mas também indicam um futuro promissor de inovação, sustentabilidade e crescimento econômico no setor de bebidas destiladas. A exploração contínua de novas madeiras e tecnologias pode levar a produtos de qualidade que atendem às necessidades dos consumidores.

#### Referências

- Alcarde, A.R., de Souza, P.A., Belluco, A.E. de S., 2010. Aspectos da composição química e aceitação sensorial da aguardente de cana-de-açúcar envelhecida em tonéis de diferentes madeiras. *Food Sci. Technol.* 30, 226–232. <https://doi.org/10.1590/S0101-20612010000500035>
- Aliaño-González, M.J., Gabaston, J., Ortiz-Somovilla, V., Cantos-Villar, E., 2022. Wood Waste from Fruit Trees: Biomolecules and Their Applications in Agri-Food Industry. *Biomolecules* 12, 238. <https://doi.org/10.3390/BIOM12020238/S1>
- Arapitsas, P., Antonopoulos, A., Stefanou, E., Dourtoglou, V.G., 2004. Artificial aging of wines using oak chips. *Food Chem.* 86, 563–570. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2003.10.003>

- Barbosa, R.B., Santiago, W.D., Alvarenga, G.F., da Silva Oliveira, R.E., Ferreira, V.R.F., Nelson, D.L., das Graças Cardoso, M., 2022. 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 Technol.* 15, 1977–1987. <https://doi.org/10.1007/S11947-022-02853-W/TABLES/3>
- Bargalló-Guinjoan, C., Matias-Guiu, P., Rodríguez-Bencomo, J.J., López, F., 2023. First approach to the use of wood from Mediterranean species for the accelerated aging of alcoholic beverages. *Wood Sci. Technol.* 57, 307–323. <https://doi.org/10.1007/S00226-022-01435-5/FIGURES/2>
- Bortoletto, A.M., 2013. Composição química de cachaça maturada com lascas tostadas de madeira de carvalho proveniente de diferentes florestas francesas. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, Piracicaba. <https://doi.org/10.11606/D.11.2013.TDE-19022013-134416>
- Bortoletto, A.M., Alcarde, A.R., 2015. Aging marker profile in cachaça is influenced by toasted oak chips. *J. Inst. Brew.* 121, 70–77. <https://doi.org/10.1002/JIB.202>
- BORTOLETTO, Aline Marques. Influência da madeira na qualidade química e sensorial da aguardente de cana envelhecida. 2016. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2016. doi:10.11606/T.11.2016.tde-19042016-122917. Acesso em: 2024-05-28. Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução normativa nº 13, de 29 de junho de 2005. Diário Oficial da União. Brasília, 29 de junho de 2005.
- Călugăr, A., Coldea, T.E., Pop, C.R., Pop, T.I., Babeş, A.C., Bunea, C.I., Manolache, M., Gal, E., 2020. Evaluation of Volatile Compounds during Ageing with Oak Chips and Oak Barrel of Muscat Ottonel Wine. *Process.* 2020, Vol. 8, Page 1000 8, 1000. <https://doi.org/10.3390/PR8081000>
- Castro, M.C. de, 2020. Caracterização química e sensorial do grau de maturação de cachaça envelhecida em tonéis novos de carvalho: avaliação dos compostos fenólicos marcadores de envelhecimento. Biblioteca Digital de Teses e Dissertações da Universidade de São Paulo, Piracicaba. <https://doi.org/10.11606/D.11.2020.TDE-05052020-113620>
- Cernîşev, S., 2017. Analysis of lignin-derived phenolic compounds and their transformations in aged wine distillates. *Food Control* 73, 281–290. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCONT.2016.08.015>

- Chatonnet, P., Dubourdieu, D., 1998. Comparative Study of the Characteristics of American White Oak (*Quercus alba*) and European Oak (*Quercus petraea* and *Q. robur*) for Production of Barrels Used in Barrel Aging of Wines. *Am. J. Enol. Vitic.* 49, 79–85. <https://doi.org/10.5344/AJEV.1998.49.1.79>
- Coelho, E., Teixeira, J.A., Tavares, T., Domingues, L., Oliveira, J.M., 2021. Reuse of oak chips for modification of the volatile fraction of alcoholic beverages. *LWT* 135, 110046. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2020.110046>
- Coldea, T.E., Socaciu, C., Mudura, E., Socaci, S.A., Ranga, F., Pop, C.R., Vriesekoop, F., Pasqualone, A., 2020. Volatile and phenolic profiles of traditional Romanian apple brandy after rapid ageing with different wood chips. *Food Chem.* 320, 126643. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2020.126643>
- Conner, J., Reid, K., Jack, F., 2003. Maturation and blending. *Whisky Technol. Prod. Mark.* 209–240. <https://doi.org/10.1016/B978-012669202-0.50024-5>
- Costa, M., Fontes, L., Correia, A.C., Miljić, U., Jordao, A.M., 2020. Impact of oak (*Q. pyrenaica* and *Q. pubescens*) and cherry (*P. avium*) wood chip contact on phenolic composition and sensory profile evolution of red wines during bottle storage. *Oeno One* 54, 1159–1181. <https://doi.org/10.20870/OENO-ONE.2020.54.4.4026>
- Costa, M., Miglior, N., Correia, A.C., Ricardo-da-Silva, J.M., Jordão, A.M., 2021. Storage of a Touriga Nacional red wine in contact with *Juglans regia* L. and *Quercus petraea* L. wood chip species: comparative influence on phenolic and sensory characteristics. *Eur. Food Res. Technol.* 247, 3037–3052. <https://doi.org/10.1007/S00217-021-03854-3/FIGURES/3>
- Da Silva Cruz, E.B., Baqueta, M.R., Neto, R.M., Vicente Plata Oviedo, M.S., da Silva Castilhos de Melo, A., Março, P.H., Valderrama, P., Driscoll, S., Wentzell, P.D., 2020. Kurtosis-based projection pursuit analysis to extract information from sensory attributes of cachaça. *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 203, 104075. <https://doi.org/10.1016/J.CHEMOLAB.2020.104075>
- De Coninck, G., Jordão, A.M., Ricardo-Da-Silva, J.M., Laureano, O., 2006. Evolution of phenolic composition and sensory properties in red wine aged in contact with Portuguese and French oak wood chips. *OENO One* 40, 25–34. <https://doi.org/10.20870/OENO-ONE.2006.40.1.881>

- De Sousa Fernandes, D.D., de Almeida, V.E., Fontes, M.M., de Araújo, M.C.U., Vêras, G., Diniz, P.H.G.D., 2019. Simultaneous identification of the wood types in aged cachaças and their adulterations with wood extracts using digital images and SPA-LDA. *Food Chem.* 273, 77–84. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2018.02.035>
- García-Alcaraz, J.L., Flor Montalvo, F.J., Martínez Cámara, E., Pérez de la Parte, M.M., Jiménez-Macías, E., Blanco-Fernández, J., 2020. Economic-environmental impact analysis of alternative systems for red wine ageing in re-used barrels. *J. Clean. Prod.* 244, 118783. <https://doi.org/10.1016/J.JCLEPRO.2019.118783>
- García-Moreno, M.V., Sánchez-Guillén, M.M., Delgado-González, M.J., Durán-Guerrero, E., Rodríguez-Dodero, M.C., García-Barroso, C., Guillén-Sánchez, D.A., 2021. Chemical content and sensory changes of Oloroso Sherry wine when aged with four different wood types. *LWT* 140, 110706. <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2020.110706>
- Gordillo, B., Cejudo-Bastante, M.J., Rodríguez-Pulido, F.J., Lourdes González-Miret, M., Heredia, F.J., 2013. Application of the differential colorimetry and polyphenolic profile to the evaluation of the chromatic quality of Tempranillo red wines elaborated in warm climate. Influence of the presence of oak wood chips during fermentation. *Food Chem.* 141, 2184–2190. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2013.05.014>
- IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção agrícola no Brasil, IBGE, 2021. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/pesquisa/15/11863?tipo=grafico&indicador=11955>. Acesso em: 01 out, 2022.
- Martínez-Gil, A., del Alamo-Sanza, M., Sánchez-Gómez, R., Nevares, I., 2020. Alternative Woods in Enology: Characterization of Tannin and Low Molecular Weight Phenol Compounds with Respect to Traditional Oak Woods. A Review. *Mol.* 2020, Vol. 25, Page 1474 25, 1474. <https://doi.org/10.3390/MOLECULES25061474>
- Martínez-Gil, A., Del Alamo-Sanza, M., Sánchez-Gómez, R., Nevares, I., 2018. Different Woods in Cooperage for Oenology: A Review. *Beverages* 2018, Vol. 4, Page 94 4, 94. <https://doi.org/10.3390/BEVERAGES4040094>
- Nonier, M.F., Vivas, N., Vivas De Gaulejac, N., Absalon, C., Soulié, P., Fouquet, E., 2006. Pyrolysis–gas chromatography/mass spectrometry of *Quercus* sp. wood: Application to structural elucidation of macromolecules and aromatic profiles of different species. *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 75, 181–193. <https://doi.org/10.1016/J.JAAP.2005.05.006>

- Pérez-Magariño, S., Ortega-Heras, M., Cano-Mozo, E., González-Sanjosé, M.L., 2009. The influence of oak wood chips, micro-oxygenation treatment, and grape variety on colour, and anthocyanin and phenolic composition of red wines. *J. Food Compos. Anal.* 22, 204–211. <https://doi.org/10.1016/J.JFCA.2008.09.006>
- Qiu, D., Wang, M., Zhou, C., Zhao, J., Zhang, G., 2022. De novo biosynthesis of vanillin in engineered *Saccharomyces cerevisiae*. *Chem. Eng. Sci.* 263, 118049. <https://doi.org/10.1016/J.CES.2022.118049>
- Rodríguez-Solana, R., Rodríguez-Freigedo, S., Salgado, J.M., Domínguez, J.M., Cortés-Diéguez, S., 2017. Optimisation of accelerated ageing of grape marc distillate on a micro-scale process using a Box–Behnken design: influence of oak origin, fragment size and toast level on the composition of the final product. *Aust. J. Grape Wine Res.* 23, 5–14. <https://doi.org/10.1111/AJGW.12249>
- Rubio-Bretón, P., Garde-Cerdán, T., Martínez, J., 2018. Use of Oak Fragments during the Aging of Red Wines. Effect on the Phenolic, Aromatic, and Sensory Composition of Wines as a Function of the Contact Time with the Wood. *Beverages* 2018, Vol. 4, Page 102 4, 102. <https://doi.org/10.3390/BEVERAGES4040102>
- Ruiz-García, V.M., Huerta-Mendez, M.Y., Vázquez-Tinoco, J.C., Alvarado-Flores, J.J., Berrueta-Soriano, V.M., López-Albarrán, P., Masera, O., Rutiaga-Quiñones, J.G., 2022. Pellets from Lignocellulosic Material Obtained from Pruning Guava Trees: Characterization, Energy Performance and Emissions. *Sustain.* 2022, Vol. 14, Page 1336 14, 1336. <https://doi.org/10.3390/SU14031336>
- Santiago, W.D., Cardoso, M. das G., Nelson, D.L., 2017. Cachaça stored in casks newly constructed of oak (*Quercus* sp.), amburana (*Amburana cearensis*), jatoba (*Hymenaea caribouril*), balsam (*Myroxylon peruiferum*) and peroba (*Paratecoma peroba*): alcohol content, phenol composition, colour intensity and dry extract. *J. Inst. Brew.* 123, 232–241. <https://doi.org/10.1002/JIB.414>
- SAHOO, Swapna Sagarika et al. Production and characterization of biochar produced from slow pyrolysis of pigeon pea stalk and bamboo. *Cleaner engineering and technology*, v. 3, p. 100101, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100101>
- Simioni, S.C.C., Tovar, D.M., Rodrigues, J.F., de Souza, V.R., Nunes, C.A., Vietoris, V., Pinheiro, A.C.M., 2018. Temporal dominance of sensations and preferences of Brazilians and Slovaks: A cross-cultural study of cachaças stored with woods from the Amazon rainforest. *J. Sci. Food Agric.* 98, 4058–4064. <https://doi.org/10.1002/JSFA.8922>

- Suhas, E., Shinkaruk, S., Pons, A., 2024. Optimizing the identification of thiols in red wines using new oak-wood accelerated reductive treatment. *Food Chem.* 437, 137859. <https://doi.org/10.1016/J.FOODCHEM.2023.137859>
- Tamayo-Sánchez, J.C., Meza-González, D.A., Warren-Vega, W.M., Zárate-Guzmán, A.I., Romero-Cano, L.A., 2023. Advances in the development of tailor-made color alcoholic beverages based on an accelerated maturation process. *Food Res. Int.* 169, 112859. <https://doi.org/10.1016/J.FOODRES.2023.112859>
- Tavares, M., Jordão, A.M., Ricardo-Da-Silva, J.M., 2017. Impact of cherry, acacia and oak chips on red wine phenolic parameters and sensory profile. *OENO One* 51, 329–329. <https://doi.org/10.20870/OENO-ONE.2017.51.4.1832>



## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

No Capítulo 1, os resultados obtidos demonstram que o termotratoamento é capaz de aprimorar as características químicas das madeiras. A padronização do processo de termotratoamento e o entendimento das propriedades específicas que cada tipo de madeira adquire em diferentes temperaturas otimizam o uso dos chips na maturação de destilados.

No Capítulo 2, constatamos que a utilização de chips de novas espécies de madeira na maturação de cachaça mostrou-se favorável, oferecendo perfis diferenciados, mas ainda similares aos de *Q. coccinea*. Além disso, as cachaças maturadas com chips termotratoados e submetidas a períodos mais longos de maturação apresentaram maiores teores de compostos fenólicos.

Estudos futuros devem investigar como a variável "tempo" no processo de termotratoamento afeta a composição química das madeiras, visando maximizar as propriedades favoráveis para a maturação de bebidas destiladas, como a cachaça. Além disso, é crucial avaliar a presença de possíveis compostos tóxicos nas madeiras que possam ser nocivos à saúde humana se ingeridos. Também é importante explorar novas espécies de madeira para uso como chips, ampliando as oportunidades e diversificando as opções disponíveis para essa finalidade.



## APÊNDICES

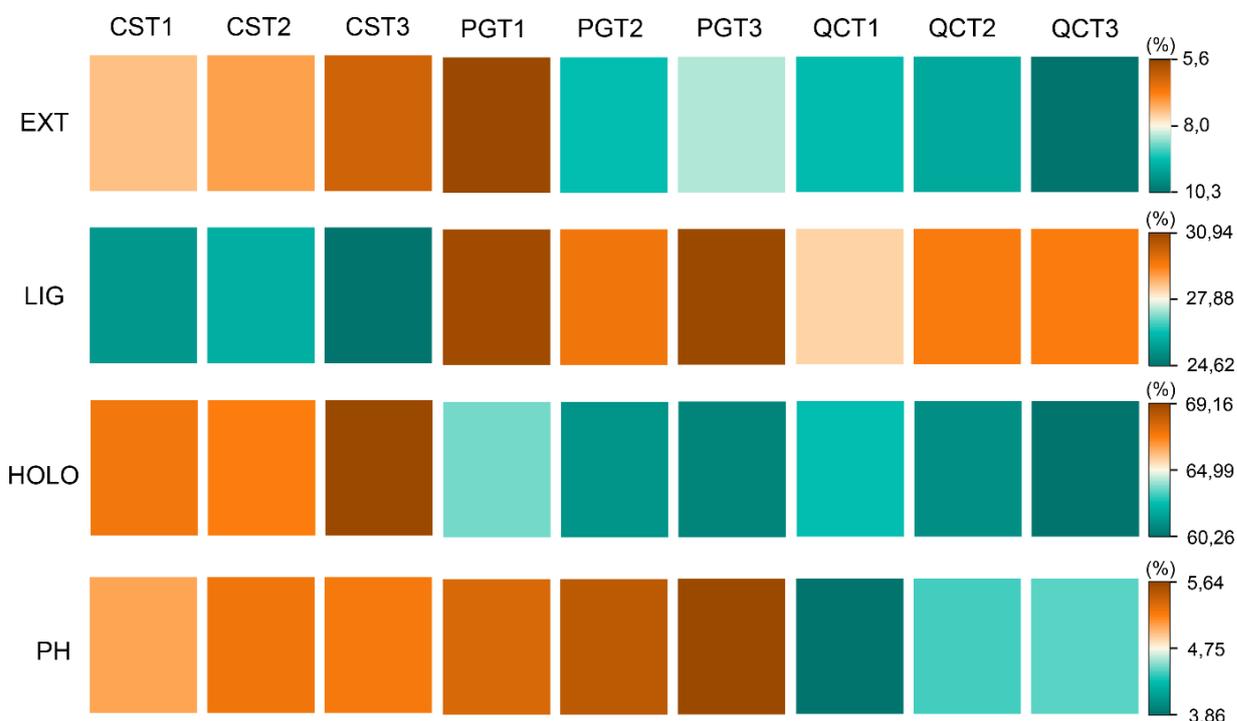
**APÊNDICE A.** Valores médios de pH das madeiras em função do termotratamento. Médias seguidas de mesma letra entre as espécies, para o mesmo nível de temperatura, não diferem entre si pelo teste de Tukey. “\*” indicam diferença significativa entre as médias e o tratamento *in natura*, enquanto “ns” indica diferença não significativa entre a média e o tratamento *in natura*, dentro da mesma espécie, pelo teste Dunnett.

Espécie	Tratamentos			
	<i>In natura</i>	180 °C	200 °C	240 °C
<i>Q. coccinea</i>	3,90	3,85 <sup>c(ns)</sup>	4,42 <sup>c*</sup>	4,64 <sup>c*</sup>
<i>P. guajava</i>	5,97	5,36 <sup>a(ns)</sup>	5,54 <sup>a*</sup>	5,63 <sup>a*</sup>
<i>C. sinensis</i>	5,97	5,09 <sup>b(ns)</sup>	5,25 <sup>b*</sup>	5,23 <sup>b*</sup>

**APÊNDICE B.** Valores médios da composição química das madeiras em função do termotratamento. Médias seguidas de mesma letra entre as espécies, para o mesmo nível de temperatura, não diferem entre si pelo teste de Tukey. “ns” indica que a média entre as espécies, para o mesmo nível de temperatura, são estatisticamente iguais. “\*” indicam diferença significativa entre as médias e o tratamento *in natura* dentro da mesma espécie.

Espécies	Componentes Químicos											
	Extrativos				Lignina				Holocelulose			
	<i>In natura</i>	180 °C	200 °C	240 °C	<i>In natura</i>	180 °C	200 °C	240 °C	<i>In natura</i>	180 °C	200 °C	240 °C
<i>Q. coccinea</i>	10,25	9,19 <sup>a*</sup>	9,50 <sup>a*</sup>	10,33 <sup>a(ns)</sup>	27,70	28,27 <sup>b(ns)</sup>	29,42 <sup>a*</sup>	29,39 <sup>b*</sup>	62,02	62,51 <sup>c(ns)</sup>	61,06 <sup>b(ns)</sup>	60,25 <sup>b*</sup>
<i>P. guajava</i>	6,12	5,62 <sup>c*</sup>	9,16 <sup>a*</sup>	8,33 <sup>b*</sup>	28,29	30,86 <sup>a*</sup>	29,55 <sup>a*</sup>	30,93 <sup>a*</sup>	65,56	63,51 <sup>b*</sup>	61,26 <sup>b*</sup>	60,72 <sup>b*</sup>
<i>C. sinensis</i>	8,52	7,43 <sup>b*</sup>	7,14 <sup>b*</sup>	6,21 <sup>c*</sup>	23	25,39 <sup>c*</sup>	25,87 <sup>b*</sup>	24,61 <sup>c*</sup>	68,46	67,16 <sup>a*</sup>	66,96 <sup>a*</sup>	69,15 <sup>a(ns)</sup>

**APÊNDICE C.** Propriedades dos chips termotratados, onde EXT = extrativos (%); LIG = lignina (%); HOLO = holocelulose (%) e PH = pH (%).



**APÊNDICE D.** Valores médios do parâmetro “a” das madeiras em função do termotratamento. Médias seguidas de mesma letra entre as espécies, para o mesmo nível de temperatura, não diferem entre si pelo teste de Tukey. “ns” indica que a média entre as espécies, para o mesmo nível de temperatura, são estatisticamente iguais. “\*” indicam diferença significativa entre as médias e o tratamento *in natura* dentro da mesma espécie.

Espécie	Tratamentos			
	<i>In natura</i>	180 °C	200 °C	240 °C
<i>Q. coccinea</i>	9,72	10,03 <sup>a</sup>	7,16 <sup>ns</sup>	7,79 <sup>ns</sup>
<i>P. guajava</i>	6,58	9,38 <sup>a</sup>	7,89 <sup>ns</sup>	8,63 <sup>ns</sup>
<i>C. sinensis</i>	1,57	5,06 <sup>b</sup>	6,30 <sup>ns</sup>	9,69 <sup>ns</sup>

**APÊNDICE E.** Valores médios do parâmetro “b” das madeiras em função do termotratamento. Médias seguidas de mesma letra entre as espécies, para o mesmo nível de temperatura, não diferem entre si pelo teste de Tukey. “ns” indica que a média entre as espécies, para o mesmo nível de temperatura, são estatisticamente iguais. “\*” indicam diferença significativa entre as médias e o tratamento *in natura* dentro da mesma espécie.

Espécie	Tratamentos			
	<i>In natura</i>	180 °C	200 °C	240 °C
<i>Q. coccinea</i>	24,56	23,00 <sup>ns</sup>	23,68 <sup>a</sup>	26,42 <sup>a</sup>
<i>P. guajava</i>	14,82	18,10 <sup>ns</sup>	18,64 <sup>a</sup>	19,89 <sup>b</sup>
<i>C. sinensis</i>	17,70	24,45 <sup>ns</sup>	11,46 <sup>b</sup>	10,01 <sup>c</sup>

**APÊNDICE F.** Valores médios da intensidade da cor das cachaças maturadas com os chips termotratados. Médias seguidas de mesma letra entre os tratamentos, não diferem entre si pelo teste de Tukey. “ns” indica que a média entre o termotratamento, para a mesma espécie, são estatisticamente iguais.

Tratamentos	15 dias (Maturação)			30 dias (Maturação)		
	<i>C. sinensis</i>	<i>P. guajava</i>	<i>Q. coccinea</i>	<i>C. sinensis</i>	<i>P. guajava</i>	<i>Q. coccinea</i>
180 °C	0,15 <sup>C(ns)</sup>	0,23 <sup>(ns)b</sup>	0,48 <sup>Bb</sup>	0,15 <sup>C(ns)</sup>	0,31 <sup>Ca</sup>	0,73 <sup>Aa</sup>
200 °C	0,18 <sup>Bb</sup>	0,35 <sup>(ns)b</sup>	0,53 <sup>Ab</sup>	0,21 <sup>Ba</sup>	0,47 <sup>Ba</sup>	0,57 <sup>Ca</sup>
240 °C	0,33 <sup>Ab</sup>	0,44 <sup>(ns)b</sup>	0,43 <sup>Cc</sup>	0,47 <sup>Aa</sup>	0,56 <sup>Aa</sup>	0,71 <sup>Ba</sup>

**APÊNDICE G.** Valores médios dos compostos fenólicos totais das cachaças maturadas com os chips termotratados. Médias seguidas de mesma letra entre os tratamentos, não diferem entre si pelo teste de Tukey. “ns” indica que a média entre o termotratamento, para a mesma espécie, são estatisticamente iguais.

Tratamentos	15 dias (Maturação)			30 dias (Maturação)		
	<i>C. sinensis</i>	<i>P. guajava</i>	<i>Q. coccinea</i>	<i>C. sinensis</i>	<i>P. guajava</i>	<i>Q. coccinea</i>
180 °C	39,53 <sup>B(ns)</sup>	41,53 <sup>Cb</sup>	172,87 <sup>Ab</sup>	40,09 <sup>B(ns)</sup>	66,64 <sup>Ca</sup>	233,70 <sup>Aa</sup>
200 °C	39,42 <sup>B(ns)</sup>	60,53 <sup>Bb</sup>	173,53 <sup>Ab</sup>	42,26 <sup>B(ns)</sup>	85,53 <sup>Bb</sup>	199,20 <sup>Ba</sup>
240 °C	55,20 <sup>Ab</sup>	74,14 <sup>Ab</sup>	114,92 <sup>Bb</sup>	162,59 <sup>Aa</sup>	91,76 <sup>Aa</sup>	77,87 <sup>Ca</sup>

**APÊNDICE H.** Concentração dos dos 13 compostos fenólicos (mg. L-1) nas cachaças maturadas com chips de *Q. coccinea* termotratarados por 15 e 30 dias.

Compostos	Termotrataramento	Período de Maturação	
		15 dias	30 dias
Ácido gálico	180 °C	1,705 ± 0,013	1,619 ± 0,012
	200 °C	2,047 ± 0,015	1,729 ± 0,010
	240 °C	0,975 ± 0,015	1,259 ± 0,012
Catequina	180 °C	1,079 ± 0,060	1,387 ± 0,040
	200 °C	1,913 ± 0,028	2,193 ± 0,020
	240 °C	1,484 ± 0,043	1,722 ± 0,050
Ácido vanílico	180 °C	0,472 ± 0,023	0,661 ± 0,003
	200 °C	1,045 ± 0,012	1,246 ± 0,015
	240 °C	2,987 ± 0,143	3,810 ± 0,187
Fenol	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
Ácido siríngico	180 °C	1,219 ± 0,012	1,700 ± 0,116
	200 °C	2,975 ± 0,125	3,081 ± 0,019
	240 °C	7,538 ± 0,153	10,671 ± 0,083
Vanilina	180 °C	1,220 ± 0,008	1,803 ± 0,061
	200 °C	2,894 ± 0,066	3,682 ± 0,054
	240 °C	5,241 ± 0,044	7,269 ± 0,047
Siringaldeído	180 °C	1,726 ± 0,012	2,293 ± 0,152
	200 °C	4,405 ± 0,188	5,222 ± 0,151
	240 °C	12,152 ± 0,094	17,089 ± 0,229
Ácido p-cumárico	180 °C	<LQ	0,113 ± 0,005
	200 °C	0,111 ± 0,005	0,173 ± 0,008
	240 °C	0,304 ± 0,009	0,380 ± 0,005
Ácido sinápico	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
Coniferaldeído	180 °C	2,249 ± 0,017	3,116 ± 0,265
	200 °C	7,255 ± 0,265	8,033 ± 0,106
	240 °C	12,216 ± 0,277	17,296 ± 0,228
Cumarina	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
4-metilumbeliferona	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
Ácido o-cumárico	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND

**APÊNDICE I.** Concentração dos dos 13 compostos fenólicos (mg. L<sup>-1</sup>) nas cachaças maturadas com chips de *P. guajava* termotratados por 15 e 30 dias.

Compostos	Termotratamento	Período de Maturação	
		15 dias	30 dias
Ácido gálico	180 °C	2,410 ± 0,011	2,609 ± 0,240
	200 °C	2,910 ± 0,114	3,769 ± 0,146
	240 °C	1,089 ± 0,012	1,554 ± 0,027
Catequina	180 °C	0,866 ± 0,002	1,217 ± 0,065
	200 °C	1,467 ± 0,060	1,935 ± 0,034
	240 °C	2,276 ± 0,098	2,448 ± 0,042
Ácido vanílico	180 °C	0,545 ± 0,013	0,622 ± 0,028
	200 °C	1,081 ± 0,005	1,250 ± 0,040
	240 °C	2,627 ± 0,128	3,000 ± 0,161
Fenol	180 °C	2,452 ± 0,063	3,938 ± 0,050
	200 °C	0,847 ± 0,009	1,432 ± 0,078
	240 °C	0,346 ± 0,011	0,979 ± 0,007
Ácido siríngico	180 °C	0,513 ± 0,006	0,704 ± 0,008
	200 °C	1,095 ± 0,031	1,292 ± 0,015
	240 °C	2,612 ± 0,068	3,182 ± 0,015
Vanilina	180 °C	0,641 ± 0,009	0,771 ± 0,013
	200 °C	1,510 ± 0,050	1,817 ± 0,040
	240 °C	4,097 ± 0,051	4,695 ± 0,098
Siringaldeído	180 °C	0,378 ± 0,016	0,506 ± 0,003
	200 °C	1,147 ± 0,010	1,401 ± 0,011
	240 °C	4,584 ± 0,177	5,125 ± 0,059
Ácido p-cumárico	180 °C	0,134 ± 0,003	0,131 ± 0,002
	200 °C	0,049 ± 0,001	0,101 ± 0,005
	240 °C	0,150 ± 0,005	0,184 ± 0,007
Ácido sinápico	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
Coniferaldeído	180 °C	1,207 ± 0,007	1,444 ± 0,045
	200 °C	3,815 ± 0,049	4,147 ± 0,094
	240 °C	9,581 ± 0,041	10,651 ± 0,181
Cumarina	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
4-metilumbeliferona	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
Ácido o-cumárico	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND

**APÊNDICE J.** Concentração dos dos 13 compostos fenólicos (mg. L<sup>-1</sup>) nas cachaças maturadas com chips de *C. sinensis* termotratados por 15 e 30 dias.

Compostos	Termotratamento	Período de Maturação	
		15 dias	30 dias
Ácido gálico	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
Catequina	180 °C	2,699 ± 0,052	2,633 ± 0,043
	200 °C	2,342 ± 0,045	2,899 ± 0,057
	240 °C	2,552 ± 0,071	2,299 ± 0,068
Ácido vanílico	180 °C	0,329 ± 0,014	0,370 ± 0,000
	200 °C	0,517 ± 0,014	0,584 ± 0,000
	240 °C	1,406 ± 0,026	1,844 ± 0,004
Fenol	180 °C	ND	ND
	200 °C	ND	ND
	240 °C	ND	ND
Ácido siríngico	180 °C	0,199 ± 0,006	0,182 ± 0,013
	200 °C	0,385 ± 0,006	0,478 ± 0,001
	240 °C	1,714 ± 0,074	2,059 ± 0,101
Vanilina	180 °C	0,502 ± 0,003	0,550 ± 0,006
	200 °C	0,864 ± 0,007	1,209 ± 0,009
	240 °C	2,896 ± 0,054	3,739 ± 0,062
Siringaldeído	180 °C	0,942 ± 0,021	1,082 ± 0,002
	200 °C	1,108 ± 0,032	1,285 ± 0,012
	240 °C	3,091 ± 0,213	4,396 ± 0,001
Ácido p-cumárico	180 °C	<LQ	<LQ
	200 °C	<LQ	<LQ
	240 °C	<LQ	<LQ
Ácido sinápico	180 °C	0,283 ± 0,002	0,202 ± 0,001
	200 °C	0,181 ± 0,001	0,092 ± 0,002
	240 °C	0,197 ± 0,004	0,204 ± 0,006
Coniferaldeído	180 °C	0,930 ± 0,014	0,958 ± 0,018
	200 °C	2,118 ± 0,026	2,863 ± 0,089
	240 °C	7,620 ± 0,004	8,824 ± 0,361
Cumarina	180 °C	<LQ	<LQ
	200 °C	<LQ	<LQ
	240 °C	<LQ	<LQ
4-metilumbeliferona	180 °C	<LQ	<LQ
	200 °C	<LQ	<LQ
	240 °C	<LQ	<LQ
Ácido o-cumárico	180 °C	0,110 ± 0,002	<LQ
	200 °C	<LQ	<LQ
	240 °C	<LQ	<LQ

**APÊNDICE K.** Cromatograma da solução-padrão de compostos fenólicos, onde 1 = ácido gálico; 2 = catequina; 3 = ácido vanílico; 4 = fenol; 5 = ácido siríngico; 6 = vanilina; 7 = siringaldeído; 8 = ácido p-cumárico; 9 = ácido sinápicp; 10 = coniferaldeído; 11 = cumarina; 12 = 4-metilumberifrona e 13 = ácido o-cumárico.

