



Instituto Politécnico  
de Castelo Branco  
Escola Superior  
Agrária

# EFEITOS DE DIFERENTES TECNOLOGIAS DE ENVELHECIMENTO NO PERFIL SENSORIAL DE AGUARDENTES VÍNICAS

Mestrado em Inovação e Qualidade na Produção Alimentar

Sandra Iloisa Pina Amado

## Orientadores

Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos  
Doutora Ilda Maria Justino Caldeira

Setembro de 2014





# **EFEITOS DE DIFERENTES TECNOLOGIAS DE ENVELHECIMENTO NO PERFIL SENSORIAL DE AGUARDENTES VÍNICAS**

Sandra Iloisa Pina Amado

## **Orientadores:**

Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos

Doutora Ilda Maria Justino Caldeira

Dissertação apresentada à Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco (IPCB) para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Inovação e Qualidade na Produção Alimentar, realizada sob a orientação científica da Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos, da Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco e da Doutora Ilda Maria Justino Caldeira do Instituto Nacional de Investigação Agrária e Veterinária, IP (INIAV).

**Setembro de 2014**

## **Dedicatória**

### **Dedico esta tese**

Aos meus pais Adelino Amado e Nídia Pina pela força, incentivo e apoio incondicional. Sem eles nada disso seria possível.

## Agradecimentos

A elaboração deste trabalho só foi possível graças à colaboração e ao contributo de várias pessoas, às quais gostaria de exprimir o meu agradecimento e profundo reconhecimento.

A Deus por ter dado saúde e força para superar as dificuldades e por me ajudar nos momentos difíceis.

Á minha orientadora interna Doutora Ofélia Anjos, pela orientação e ajuda, pelas correções e incentivos, pela disponibilidade e simpatia demonstrada.

Á minha orientadora externa Doutora Ilda Caldeira, da Estação Vitivinícola Nacional, pelos conhecimentos fornecidos e pelos artigos sugeridos, pela sua disponibilidade, simpatia e boa disposição contagiante.

Á minha família, principalmente os meus pais, pelo estímulo de força, coragem e apoio desde o início, pela paciência e amor que dedicaram, pela confiança depositada e a quebra da barreira imposta pela distância.

Gostaria contudo de salientar a importância dos contributos dos meus colegas e amigos, que, apesar de não citar os nomes, partilharam comigo os seus conhecimentos durante a vida académica.

E a todos que direta e indiretamente fizeram parte da minha trajetória e que contribuíram para a conclusão desta etapa.

**Muito obrigada**

# EFEITOS DE DIFERENTES TECNOLOGIAS DE ENVELHECIMENTO NO PERFIL SENSORIAL DE AGUARDENTES VÍNICAS

Sandra Iloisa Pina Amado

## Resumo

As aguardentes vínicas devem ser envelhecidas por um período mínimo de seis meses, de modo a melhorar a sua qualidade sensorial.

No envelhecimento tradicional da aguardente vínica são utilizadas vasilhas de madeira. No entanto, por ser uma técnica cara e morosa, têm vindo a ser desenvolvidas tecnologias alternativas, com o objetivo de melhorar essa desvantagem.

Uma dessas tecnologias alternativas consiste na aplicação de fragmentos de madeira na bebida, colocada em depósitos de inox.

Este trabalho teve como objetivo, avaliar o efeito da tecnologia alternativa de envelhecimento de aguardente vínica por adição, em simultâneo, de aduelas de madeira de carvalho francês *Limousin* e de castanheiro, nas características sensoriais de aguardente vínica, em comparação com o envelhecimento tradicional em vasilhas. O estudo foi efetuado durante 24 meses de envelhecimento.

Os resultados deste trabalho sugerem a possibilidade de diferenciação organolética das aguardentes, em função do sistema de envelhecimento, ou seja a aguardente melhorou com a utilização de aduelas de madeira em depósitos de inox.

No entanto, verificou-se um efeito significativo do tempo de envelhecimento em vários atributos sensoriais, designadamente dourado, topázio, baunilha, ranço, caramelo, frutos secos, café, aroma adocicado, gosto amargo, corpo e evolução. Na avaliação da qualidade global das aguardentes o tempo de envelhecimento é um fator significativo de variação. A intensidade de muitos atributos positivos (topázio, baunilha, frutos secos, corpo, evolução) aumentou ao longo do tempo, bem como a qualidade global. Por outro lado, para a intensidade de outros atributos, tais como citrino, palha, álcool, frutado, madeira, queimado/torrado, adstringência, cola e borracha, não se observaram efeitos significativos do tempo de envelhecimento e do sistema de envelhecimento.

## Palavras-chave

Aguardente vínica, características sensoriais, envelhecimento, madeira.

# EFFECTS OF DIFFERENT TECHNOLOGIES FOR AGING IN SENSORY PROFILE OF WINE BRANDIES

Sandra Iloisa Pina Amado

## Abstract

The wine brandies must be aged for a minimum period of six months, in order to improve their sensory quality.

In traditional aging of wine brandies are used in wooden barrels. However, is it an expensive and time-consuming technology and consequently it was developed alternative technologies, with the aim of improving these disadvantages.

One of these alternative technologies consists in the application of wood fragments in drink, placed in stainless steel vats.

This work aimed to evaluate the effect of alternative technology for aging of wine brandies by the addition, at the same time, staves of wood oak French *Limousin* and chestnut, on the sensory characteristics of brandy, in comparison with the traditional aging in barrels. The study was done during the 24 months of aging.

The results of this study suggest the possibility of differentiation organoleptic of brandy, according to the system of aging, i.e. the brandy has improved with the use of wood chips in stainless steel vats.

However, there was a significant effect of the aging time on several sensory attributes, i.e. gold, topaz, vanilla, rancid, caramel, dried fruits, coffee, aroma sweet, bitter taste, body and evolution. The tasting panel also assessed the overall quality of spirits, which was also strongly influenced by aging time. The intensity of many positive attributes (topaz, vanilla, dried fruit, body, evolution) increased over time, as well as the overall quality. On the other hand, for the intensity of other attributes, such as citrus fruit, straw, alcohol, fruity, wood, burned/roasted, astringency, glue and rubber, there were no significant effects of time of aging and the aging system.

## Keywords

Wine brandies, sensory characteristics, aging, wood.

# Índice geral

Índice de figuras.....	VII
Lista de tabelas.....	IX
<b>1. Introdução</b> .....	1
<b>2. Aguardente vínica</b> .....	2
2.1 Envelhecimento em madeira.....	3
2.1.1 Alterações das aguardentes durante o envelhecimento.....	4
2.1.2 A madeira utilizada no envelhecimento.....	8
2.1.3 Tecnologias alternativas.....	10
2.2 Análise sensorial.....	12
<b>3. Material e Métodos</b> .....	14
3.1 Delineamento e amostragem.....	14
3.2 Análise sensorial.....	15
3.2.1 Painel de provadores e descritores sensoriais.....	15
3.2.2. Sessões e condições de prova.....	15
3.2.3. Tratamento de resultados.....	16
<b>4. Resultados e discussão</b> .....	17
4.1 Avaliação da consistência dos provadores.....	17
4.2 Efeitos do sistema de envelhecimentos nos atributos sensoriais.....	20
4.2.1 Descritores de cor.....	20
4.2.2 Descritores do aroma.....	22
4.2.3 Descritores do sabor.....	26
4.2.4 Apreciação Global.....	28
<b>5. Conclusão</b> .....	32
<b>6. Referências bibliográficas</b> .....	33
ANEXO I.....	40
ANEXO II.....	42

## Índice de figuras

- Figura 1** - Garrafas das amostras de aguardentes, previamente diluídas, a utilizar na sessão de prova correspondente à amostragem de 24 meses. .... 16
- Figura 2** - Intensidade dos descritores de cor observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados. .... 21
- Figura 3** - Intensidade dos descritores de aroma observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (álcool, frutado, baunilha, madeira, ranço e especiarias)..... 23
- Figura 4** - Intensidade dos descritores de aroma observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (caramelo queimado, frutos secos, fumo café e adocicado)..... 23
- Figura 5** - Projeção dos descritores de aroma no sistema de eixos correspondentes ao facto 1 e facto 2, resultantes da Análise de componentes principais. .... 25
- Figura 6** - Projeção das diferentes amostras estudadas no sistema de eixos resultante da Análise de componentes principais. .... 25
- Figura 7** - Intensidade dos descritores de sabor observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (doce, macio, queimante, adstringência, aspereza e amargo). .... 27
- Figura 8** - Intensidade dos descritores de sabor observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (corpo, untuosidade, evolução, complexidade, aroma de boca e persistência). .... 27
- Figura 9** - Intensidade dos descritores de apreciação global observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados..... 29
- Figura 10** - Projeção dos descritores da apreciação global no sistema de eixos correspondentes ao fator 1 e fator 2, resultantes da Análise de componentes principais. .... 30

**Figura 11** - Projeção das diferentes amostras estudadas no sistema de eixos resultante da Análise de componentes principais.....30

## Lista de tabelas

<b>Tabela 1</b> - Composição química da madeira (Adaptado de Fengel e Wegener (1989) e Haluk e Irmouli (1997)).....	5
<b>Tabela 2</b> - Coeficientes de determinação ( $r$ ), de correlação ( $r^2$ ) e correlação ajustada ( $r^2$ ajustado), calculados com os resultados das amostras repetidas, para cada provador e para cada amostra repetida.....	18
<b>Tabela 3</b> - Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para os descritores de cor que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.....	20
<b>Tabela 4</b> - Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para os descritores de aroma que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.....	22
<b>Tabela 5</b> - Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para os descritores de sabor que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.....	26
<b>Tabela 6</b> - Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para a apreciação global que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.....	29



## 1. Introdução

A aguardente vínica é o produto resultante da destilação do vinho e/ou de destilados do vinho, envelhecido em vasilhas de madeira por um período mínimo de seis meses (Regulamento CE n.º 110/2008) onde passa a ser designada por aguardente vínica velha ou brandy (Decreto-Lei n.º 390/86; Regulamento CE n.º 110/2008).

Em Portugal existem cinco regiões produtoras de aguardentes vínicas envelhecidas com direito a Denominação de Origem (D.O.): Lourinhã, Vinhos Verdes, Ribatejo, Douro e Bairrada. A região da Lourinhã é a única região do país demarcada exclusivamente para a produção de aguardente e é uma das três regiões do espaço Europeu, em posição de igualdade com as de Cognac e de Armagnac. Em 1992, foi publicada a legislação referente à região da Lourinhã (Dec.-Lei n.º 34/1992) tendo posteriormente sido publicados os estatutos da região (Dec.-Lei n.º 323/1994) onde se definem um conjunto de regras relativas a características dos solos, castas autorizadas e recomendadas, práticas de vinificação, título alcoométrico e tempo de estágio.

A madeira é um material natural que tem vindo a ser explorado, desde a pré-história até a atualidade, nas mais variadas formas e indústrias. Os Celtas, no século III a.C., utilizaram a madeira para armazenamento e transporte de vinho, inventando os tonéis e posteriormente, o recurso a tonéis de madeira tornou-se imprescindível para a produção de bebidas de elevada qualidade, tais como, aguardentes, whisky e rum (Johnson, 1985).

O envelhecimento em vasilha de madeira constitui uma etapa fundamental para a produção de aguardente, pois inúmeras reações químicas estão associadas a este processo, designadamente as reações entre os compostos provenientes da destilação, a extração direta de compostos da madeira, a decomposição de algumas macromoléculas da madeira (lenhina, celulose e hemicelulose) e a subsequente incorporação dos compostos na bebida e as reações de compostos da madeira com os compostos do destilado (Nishimura e Matsuyama, 1989; Maia, 1994).

Considerando que o envelhecimento é um processo ativo, fatores como a espécie da madeira, a dimensão e o pré-tratamento das vasilhas, as condições ambientais de envelhecimento e o tempo de envelhecimento irão influenciar nas interações entre a bebida e a madeira. O controlo destes fatores torna-se indispensável para a qualidade do envelhecimento (Nishimura e Matsuyama, 1989; Cantagrel *et al.*, 1992).

Vários trabalhos têm demonstrado o enriquecimento da aguardente em compostos da madeira durante o envelhecimento. A aguardente vínica destilada extrai da madeira diversos compostos, entre os quais compostos voláteis com forte impacto no aroma e designados por odorantes-chaves das aguardentes, verificando-se a ocorrência de uma relação entre teores de alguns desses compostos e os descritores de aroma das aguardentes (Caldeira *et al.*, 2008).

O envelhecimento da aguardente em vasilha de madeira proporciona uma efetiva melhoria das características sensoriais, na medida em que promove uma diminuição significativa do título alcoométrico e, assim, da agressividade da bebida, tornando-a mais macia e com um aumento simultâneo da doçura, do aroma e do sabor. Segundo Karvela *et al.* (2008), o envelhecimento em madeira é um processo lento, que transforma o destilado novo numa bebida com características físico-químicas e perfil aromático superiores. Alguns trabalhos mostram que o tipo de madeira utilizada no envelhecimento bem como a intensidade do tratamento térmico da vasilha são fatores que influenciam o perfil sensorial das aguardentes envelhecidas e conseqüentemente a sua qualidade global (Caldeira *et al.*, 2002; Caldeira *et al.* 2006b).

O envelhecimento tradicional em vasilhas é uma técnica dispendiosa e morosa, pelo que têm sido desenvolvidas técnicas alternativas de modo a otimizar o processo de envelhecimento, nomeadamente a introdução de pedaços de madeira (aparas ou tábuas) na bebida a envelhecer condicionada em vasilhas de inox (Faria *et al.*, 2003). Estudos efetuados demonstram que esta técnica permite obter aguardentes com características sensoriais, por vezes melhores do que as tradicionais e por vezes com menos tempo de envelhecimento. A grande vantagem destas técnicas reside no facto de a madeira utilizada no processo poder ter menores dimensões e conseqüentemente haver menos desperdício deste material.

Assim o presente trabalho insere-se no projeto “Envelhecimento de aguardente vínica à escala industrial em sistema alternativo, em comparação com o envelhecimento tradicional “ que está a decorrer em parceria entre as instituições: INIAV-Dois Portos (líder); Adega Cooperativa de Lourinhã; Tanoaria J.M. Gonçalves; IPCB/ESA. Neste projeto pretende-se estudar uma tecnologia alternativa para o envelhecimento de aguardente vínica, recorrendo à adição de aduelas de madeiras de carvalho francês *Limousin* e de castanheiro, em simultâneo, a uma aguardente Lourinhã em conservação em depósitos de aço inoxidável de 3000 L. Ao longo do período de envelhecimento foi avaliado o efeito da tecnologia referida nas características físico-químicas e organolépticas da aguardente, em comparação com o envelhecimento tradicional em vasilhas de madeira de 650 L. O presente trabalho está centrado no estudo da evolução das características sensoriais das aguardentes, amostradas ao longo do período de envelhecimento (6,12,18 e 24 meses).

## **2. Aguardente vínica**

A aguardente vínica é uma bebida espirituosa, obtida exclusivamente por destilação de vinho e/ou por redestilação de destilados de vinho a menos de 86 % volume, com um teor de substâncias voláteis igual ou superior a 125 g/hL de álcool a 100 % volume. Não pode ser objeto de adição de álcool e nem aromatizada, o que não exclui métodos de produção tradicionais (Decreto-Lei nº 390/86, Regulamento (CE) nº 110/2008).

Em Portugal e noutros países, existe aguardente vínica e a aguardente bagaceira, que são obtidas, respetivamente, a partir da destilação de vinhos e de bagaços previamente fermentados (Reg. CE. 110/2008). Após o processo de destilação, o destilado obtido terá que obrigatoriamente envelhecer em vasilhas de madeira, que constitui a sua única fonte de compostos fenólicos, no caso das aguardentes vínicas, enquanto as aguardentes bagaceiras poderão ser comercializadas sem sofrer qualquer processo de envelhecimento. Este trabalho irá apenas abordar o estudo das características sensoriais de aguardentes vínicas.

A aguardente vínica obtida após a destilação apresenta uma transparência e limpidez características, um sabor agressivo e levemente amargo, apresentando como compostos maioritários a água e o etanol em elevado teor e uma grande riqueza em compostos voláteis, designadamente ésteres, ácidos alifáticos, álcoois superiores, acetais e furfural (Nikanen, 1986; Caldeira *et al.*, 2010). Estas aguardentes, também se caracterizam pela ausência de compostos fenólicos (Léauté, 1990; Leclair *et al.*, 1999; Canas, 2003). Portanto, o seu aroma é devido à presença de aldeídos, de ácidos gordos, de ésteres e de álcoois superiores (Léauté, 1990).

## 2.1 Envelhecimento em madeira

Um destilado não envelhecido apresenta, normalmente um sabor mais seco, ardente, incolor e um aroma não muito agradável, do que uma aguardente (do mesmo tipo) depois de sofrer um processo de envelhecimento (Boza e Oetterer, 1999; Cardello e Faria, 1998).

Neste contexto o processo de envelhecimento é extremamente indispensável para aguardentes de teor alcoólico mais elevado e para incrementar a qualidade de aguardentes em geral (Caldeira *et al.*, 2006b; Paterson e Piggott, 1989).

De acordo com a legislação (Reg. CE 110/2008), o envelhecimento é a “operação que consiste em deixar que se desenvolvam naturalmente, em recipientes adequados, certas reações que conferem a uma bebida espirituosa, qualidades organoléticas que esta não possuía anteriormente”. É o principal fator para a qualidade organolética da bebida destilada, pois aproximadamente 60% dos compostos aromáticos presentes na bebida são oriundos da madeira ou da interação da madeira com o destilado, sendo o restante procedente da matéria-prima e da fermentação (Conner; Reid; Jack, 2003)

O processo de envelhecimento envolve um conjunto de fenómenos de natureza diversa como a extração dos constituintes da madeira, reações entre os compostos extraídos da madeira e entre os compostos da madeira e do destilado, concentração de compostos não voláteis e evaporação dos compostos mais voláteis da aguardente e formação de agregados estáveis entre a água e o etanol (Baldwin *et al.*, 1967; Puech *et al.*, 1985; Nishimura *et al.*, 1983; Singleton, 1995).

As características sensoriais desejáveis na bebida resultam de reações que ocorrem naturalmente no produto, mas também por influência do material (o tipo de madeira e

o tratamento térmico da madeira) utilizado no envelhecimento que transfere compostos para a aguardente bem como a temperatura e a humidade relativa do ambiente de envelhecimento, fomentando alterações físico-químicas e sensoriais no produto armazenado e como consequência, um produto final com características organoléticas (cor, aroma e sabor) muito distintas das da aguardente recém-destilada (Caldeira *et al.* 2002; 2006b; 2010). Durante o processo de envelhecimento são extraídos da madeira diversos compostos orgânicos designadamente compostos furânicos, ácidos carboxílicos, fenóis voláteis, aldeídos fenólicos, latonas, açúcares, ácidos fenólicos, cumarinas, lenhanas e taninos (Canas, 2003; Caldeira, 2004; Puech *et al.*, 1994; Canas *et al.* 2013; Belchior e Carneiro, 1972).

Os trabalhos realizados têm confirmado o papel determinante da madeira utilizada, nas características sensoriais das bebidas envelhecidas (Piggott e Jardine, 1979; Canaway, 1983; Cardello e Faria, 1998; Caldeira *et al.*, 2002, Caldeira *et al.* 2006b; Caldeira *et al.*, 2013). Tem também sido evidenciado que a enorme variabilidade anatómica, estrutural e química das madeiras, devido em grande parte a inúmeros fatores, como a espécie botânica e origem geográfica, assim como as operações de tanoaria (secagem e tratamentos térmicos), têm um peso significativo nas características físico-químicas da madeira (Canas *et al.*, 1998; Canas *et al.*, 2000b,c, Caldeira *et al.*, 2006a; Anjos *et al.*, 2013) com repercussões na composição das aguardentes envelhecidas e na sua qualidade (Belchior *et al.*, 1998; Canas *et al.*, 1999; Canas *et al.*, 2000a; Caldeira, 2004; Caldeira *et al.*, 2002; Canas, 2003; Canas *et al.* 2010; Caldeira *et al.*, 2006b; Caldeira *et al.*, 2013).

A investigação científica, no domínio da Enologia, foi inicialmente centrada no estudo das espécies de carvalho provenientes de França (*Quercus robur* Lineu. e *Quercus Sessiliflora* Salibs) e dos Estados-Unidos (*Quercus Alba* Linnaeus). Posteriormente, carvalhos de outras proveniências, designadamente dos países de leste tem vindo a merecer a atenção dos investigadores. Relativamente às aguardentes os trabalhos desenvolvidos no INIAV em Dois Portos mostraram as potencialidades do carvalho português (*Quercus pyrenaica*) bem como o interesse da utilização da madeira de castanheiro (*Castanea. sativa* Mill.) para o envelhecimento de aguardentes (Anjos *et al.*, 2013; Caldeira, 2004).

A qualidade da aguardente depende também das condições ambientais onde é envelhecida, uma vez que a taxa de variação dos compostos na bebida é influenciada pela temperatura do local. O local de envelhecimento deve apresentar as seguintes condições: baixa luminosidade, ausência de ventilação, humidade relativa alta e constante, temperatura do ambiente constante em torno de 22°C, para evitar grandes perdas por evaporação (Reazin, 1981).

### **2.1.1 Alterações das aguardentes durante o envelhecimento**

Vários estudos indicam que durante o envelhecimento de aguardentes ocorre alteração de algumas propriedades físico-químicas e sensoriais, nomeadamente, acidez volátil, extrato seco, aumento do teor dos álcoois superiores, ésteres, aldeídos,

furfural, compostos fenólicos, alteração da cor, sabor e aroma (Belchior *et al.*, 2005; Miranda *et al.*, 2008 e Parazzi *et al.*, 2008).

Caldeira *et al.* (2006b) estudaram o perfil sensorial da aguardente de Lourinhã em diferentes vasilhas de madeira com diferentes intensidades de queima envelhecidas durante cinco anos. As amostras foram avaliadas a cada ano de envelhecimento por um painel de provadores previamente selecionados e treinados. Os resultados obtidos mostraram um efeito significativo do tempo de envelhecimento nos vários atributos sensoriais (álcool, frutado, baunilha, queimado/torrado, frutos secos, fumo, caudas, cola, borracha, queima, adstringência, gosto amargo e corpo, complexidade de sabor, aroma retronasal e persistência do sabor), bem como na qualidade global da aguardente. Por outro lado, a intensidade de outros atributos, tais como álcool, adstringência, frutado, cola, sabor amargo e queimante, diminuiu ao longo do tempo. A intensidade da queima das diferentes vasilhas utilizadas no envelhecimento das aguardentes também influenciou perfil sensorial das aguardentes.

Recentemente avaliaram modificações sensoriais e químicas em aguardentes envelhecidas na presença de dois tipos de fragmentos de madeira, carvalho *Limousin* e madeira de castanheiro Português, comparadas com aguardentes envelhecidas em vasilha de madeira. Os resultados revelaram que a espécie botânica da madeira teve um efeito mais significativo nos atributos sensoriais do que o sistema de envelhecimento. As aguardentes envelhecidas com fragmentos de madeira apresentaram maior intensidade de cor topázio e cor esverdeada, de aroma torrado e café, enquanto as aguardentes envelhecidas em vasilhas de madeira apresentaram maior intensidade de cor dourada, de aroma a álcool, sabor amargo e maiores teores de vários ésteres etílicos, ácidos, aldeídos furânicos e os mais baixos teores de fenóis voláteis. No entanto a qualidade global das aguardentes foi semelhante (Caldeira *et al.*, 2010).

Durante o processo de envelhecimento ocorre a evaporação dos compostos através das barricas o que se traduz na perda de volume de aguardente ao longo do período de envelhecimento através dos poros da madeira das barricas (Canas, 2003). A redução do volume depende da natureza da madeira (composição e porosidade) e das condições ambientais (temperatura, estado higrométrico do ar, condições de ventilação, existência de abrigo ou não para os recipientes e eventual exposição ao sol). Essa perda de volume incide sobretudo na mistura hidroalcoólica (o etanol e a água) e as mudanças destas interações estão relacionadas ao desenvolvimento de um sabor mais suave. Quando o ambiente é pouco húmida ocorre sobretudo a evaporação da água e conseqüente aumento do teor alcoólico da aguardente envelhecida ao longo do tempo, enquanto em ambientes húmidos ocorre preferencialmente a evaporação do etanol e a diminuição do teor alcoólico (Guymon e Crowell, 1970).

Com o envelhecimento, a aguardente adquire um sabor característico, diferente do destilado inicial, enriquecido em compostos aromáticos, a cor torna-se mais estável e o sabor é melhorado. O teor de sólidos totais constituídos pelo material não volátil e

compostos inorgânicos, as concentrações de taninos, esteréis, aldeídos e a acidez total, formada pela soma da acidez fixa e volátil, também sofrem aumentos com o tempo, porém com intensidades diferentes para cada um destes parâmetros (Leauté *et al.*, 1998, Nishimura e Matsuyama, 1989). Essas alterações que ocorrem durante o envelhecimento são explicadas mais detalhadamente a seguir.

### ***Modificações da cor***

Os destilados mudam de cor quando armazenados em contato com a madeira, tornando-se mais estável já que as madeiras são ricas em compostos extraíveis que são solubilizados pela aguardente. Canas (2003) observou que as aguardentes tornam-se menos luminosas, mais saturadas e com tendência a evoluir de uma tonalidade palha ou dourado para uma tonalidade topázio, resultante da predominância das componentes amarela - vermelha com reflexos esverdeados.

Os taninos, um dos constituintes menores da madeira, são responsáveis pelo progressivo escurecimento ou intensificação da cor (amarelo-alaranjado) do destilado em envelhecimento (Singleton, 1995).

### ***Derivados furânicos***

Os derivados furânicos podem resultar da degradação térmica dos açúcares residuais do vinho, durante o processo de destilação e da degradação das hemiceluloses da madeira durante o processo de fabrico da vasilha. Na aguardente vínica recém-destilada apenas foi identificado o furfural e o 5-metilfurfural (Onishi *et al.*, 1977; Cantagrel *et al.*, 1992). O envelhecimento tende a aumentar a concentração de furfural, devido à extração e modificações dos componentes da madeira (Singleton, 1995; Lima, 1992; Canas, 2003).

### ***Acidez***

As aguardentes envelhecidas apresentam um aumento natural da acidez devido à extração de ácidos da madeira e do aumento da acidez volátil ao longo do processo, em decorrência do aumento do teor de ácido acético, formado pela oxidação do etanol e do acetaldeído (Nishimura *et al.*, 1983; Reazin *et al.*, 1976). O ácido acético é o maior componente entre os ácidos presentes na bebida envelhecida (Reazin, 1976).

### ***Ésteres***

A aguardente adquire um teor mais elevado destes compostos com o envelhecimento e como consequência um aroma mais agradável, já que estes compostos são considerados os principais responsáveis pelo desenvolvimento do aroma da aguardente. Mas alguns destes compostos diminuem com o envelhecimento como é o caso do acetato de isoamilo, acetato de hexilo e acetato de 2-feniletilo (Puech *et al.*, 1984).

O aumento do teor total de ésteres durante o envelhecimento é devido principalmente ao acetato de etilo, que é produzido a partir do ácido acético formado no processo de envelhecimento (Piggott *et al.*, 1989).

### ***Aldeídos fenólicos***

Os aldeídos fenólicos não existem na aguardente vínica jovem e aumentam durante o envelhecimento. Existem 4 aldeídos fenólicos nas aguardentes envelhecidas em madeira: coniferaldeído, sinapaldeído, vanilina e siringaldeído, sendo os dois últimos mais abundantes nas aguardentes (30 a 50%) (Puech *et al.*, 1984; Guymon e Crowell, 1968; Belchior e Carneiro, 1972).

Embora não seja ainda possível determinar, com exatidão o tempo de envelhecimento de uma bebida, a presença de compostos fenólicos de baixo peso molecular pode ser utilizada como um indicativo de envelhecimento, uma vez que estes compostos não são encontrados em aguardentes não envelhecidas (Aquino *et al.*, 2006).

### ***Álcoois***

Os álcoois formados durante a fermentação contribuem largamente para o aroma e sabor da aguardente. Em grande quantidade diminuem a qualidade da aguardente e o seu valor comercial, e mais lenta é a extração de taninos, de ácidos voláteis e de açúcares, pois a degradação hidrolítica da madeira requer água (Chaves, 1998, Reazin, 1981).

### ***Fenóis voláteis***

Alguns fenóis voláteis poderão estar presente na aguardente vínica jovem, mas o seu teor aumenta fundamentalmente durante o envelhecimento devido aos constituintes da madeira (tratamento térmico sofrido), já que a madeira queimada apresenta na sua composição vários fenóis voláteis (guaiacol, 4-metil-guaiacol e eugenol) (Artajona, 1991; Caldeira, 2004). Também existe a possibilidade da formação de fenóis voláteis a partir da degradação dos aldeídos fenólicos, para além da sua origem a partir do vinho e da madeira (Chatonnet, 1995).

De acordo com os resultados de Kadim e Mannheim (1999) a transferência de compostos fenólicos para o líquido depende mais da penetração de líquido na madeira do que da sua difusão, a qual é influenciada pelo nível de queima, assim como pelo tipo de madeira utilizada (Canas *et al.*, 2002).

### ***Outros compostos***

Vários outros compostos, não voláteis, são extraídos da madeira para a aguardente designadamente açúcares, ácidos fenólicos, cumarinas, lenhanas e taninos (Belchior e Carneiro, 1972; Marché *et al.*, 1975; Cantagrel *et al.*, 1992; Guymon, 1970; Puech *et al.*, 1984).

Durante o envelhecimento, a madeira sofre degradação pela ação do álcool e da água. Ocorre hidrólise da hemicelulose e da lenhina e os produtos resultantes dessa hidrólise passam para o destilado. A hemicelulose, que é constituída de xilose e outros açúcares, é

ligeiramente degradada em pentoses e hexoses, resultando no aumento da concentração de açúcares na bebida envelhecida (Piggott e Patterson, 1989).

A lenhina, que é constituída por monómeros aromáticos, tem estreita relação com o desenvolvimento de aroma e sabor nos destilados envelhecidos porque liberta para a bebida aldeídos aromáticos durante o período de envelhecimento. Porém, apenas uma pequena fração da lenhina é solúvel (3 a 5%) e, conseqüentemente, extraída durante o período de maturação (Piggott e Patterson., 1989; Puech *et al.*, 1985).

### 2.1.2 A madeira utilizada no envelhecimento

A madeira é, seguramente um dos mais antigos materiais utilizados nas artes da embalagem para mais variados fins (Carvalho, 1998) e cedo foi aproveitada na indústria de tanoaria. A vasilha de madeira é assim um recipiente há muito destinado á vinificação, estágio, conservação e transporte de vinhos (Taransaud, 1976), sendo a madeira de carvalho a mais utilizada no envelhecimento de aguardentes e vinhos.

Em termos genéricos, os compostos químicos da madeira dividem-se em dois grandes grupos: compostos de massa molecular elevada, como os polissacáridos (celuloses e hemiceluloses), lenhinas, proteínas e pectinas e, também, compostos de massa molecular baixa. Estes últimos apresentam teores variáveis consoante a espécie botânica da madeira, dividindo-se em compostos orgânicos ou extraíveis, como os compostos fenólicos, e em compostos inorgânicos ou cinzas (Fengel e Wegener, 1989).

Na Tabela 1 apresenta-se a composição química para a madeira de carvalho e castanheiro de acordo com os dois grandes grupos referidos anteriormente, realizada por diversos autores e sintetizada por Fengel e Wegener (1989) e por Haluk e Irmouli (1997).

**Tabela 1** - Composição química da madeira (em %) (adaptado de Fengel e Wegener (1989) e Haluk e Irmouli (1997)).

Espécies	Celulose	Hemiceluloses	Lenhina (Klason)	Extrativos		Cinzas
				Etanol-benzeno	Água quente	
<i>Quercus robur L.</i>	41,1	22,2	29,6	0,4	12,2	0,3
<i>Quercus sp.</i>						
Cerne	37,6	28,6	24,5	4,4	---	0,3
Borne	39,9	27,6	24,9	2,4	---	0,5
<i>Quercus alba</i>	50	22	32	---	5-10	n.d.
<i>Castanea sativa</i>						
Mill.	47,3	16,7	31,8	4,7	---	0,4

n.d. – não determinado

Relativamente à madeira a utilizar no envelhecimento, Portugal rege-se pela legislação europeia, que especifica a obrigatoriedade da utilização da madeira de carvalho no envelhecimento de aguardentes. Segundo Cantagrel (2008) e Garreau (2008), para o Cognac e para o Armagnac, é obrigatório o estágio da aguardente em madeira de carvalho *Limousin*.

A utilização preferencial da madeira de carvalho em tanoaria é atribuída às suas propriedades físicas, designadamente a impermeabilidade aos líquidos e a ligeira permeabilidade aos gases através dos microporos da madeira, promovendo a oxigenação (micro-oxigenação) da aguardente durante o processo de envelhecimento (Masson *et al.*, 1996), a sua resistência, estanquicidade e durabilidade (Keller, 1987; Feuillat *et al.*, 1998). Por outro lado, a madeira de carvalho apresenta uma composição química que a torna particularmente apta para este fim, por ser rica em compostos orgânicos extraíveis, o que origina aguardentes envelhecidas com características organoléticas bastante apreciadas. A proporção destes compostos varia de acordo com o tipo de solvente utilizado (Anjos *et al.*, 2013) e a sua classificação nem sempre é fácil devido à diversidade de compostos presentes.

Os carvalhos pertencem ao género *Quercus*, constituído por mais de 250 espécies (Keller, 1987) e as que apresentam interesse económico para a tanoaria são divididas em dois grupos (Feuillat *et al.*, 1998): os carvalhos brancos da América do Norte e os carvalhos europeus *Q. robur* (região de *Limousin*) e *Q. petraea*.

Para a construção de vasilhas de madeira são escolhidas árvores do género *Quercus* sobretudo *Q. alba*, existente na América do norte e *Q. robur* (região de *Limousin*) e *Q. petraea* (região de *Allier*) na Europa (França). As diferentes espécies de madeira americana *versus* europeia diferem nas quantidades de compostos extraídos (Pinho *et al.*, 2004).

A madeira de castanheiro, também muito utilizada em Portugal, tem revelado uma elevada aptidão para o envelhecimento de aguardentes. Permite obter aguardentes envelhecidas com elevada qualidade e num menor período de tempo (Canas *et al.*, 1999; Canas *et al.*, 2000a; Belchior *et al.*, 2001; Caldeira, 2004; Caldeira *et al.*, 2006b) ou seja acelera o processo de envelhecimento, devido fundamentalmente às suas características químicas.

Entre os compostos extraíveis frequentemente identificados na madeira de carvalho e castanheiro encontram-se compostos fenólicos, nomeadamente as cumarinas, os ácidos fenólicos, os taninos e entre outros (Canas, 2003).

Vários trabalhos têm demonstrado que existe uma forte correlação entre a composição química da madeira e a aguardente nela envelhecida (Canas, 2003; Caldeira, 2004; Caldeira *et al.*, 2006b; Casanova, 2007).

Belchior *et al.*, 2001; Canas, 2003 observaram que as aguardentes envelhecidas em madeira de castanheiro e de carvalho português exibiam uma cor mais intensa, uma luminosidade baixa e uma tonalidade de topázio mais marcada. Verificaram que a

madeira de castanheiro é consideravelmente mais rica em compostos extraíveis (vanilina, sinapaldeído e ácidos gálicos, siríngico e vanílico) relativamente às madeiras de carvalho português, de *Limousin*, de *Allier* e, por último de carvalho americano (Canas, 2003). Caldeira (2004) também verificou que as madeiras de carvalho português e castanheiro potenciam o envelhecimento de aguardentes vínicas, pois aumentam a intensidade dos aromas “baunilha”, “madeira” e a intensidade do descritor “corpo”, relativamente às aguardentes envelhecidas em madeiras de carvalhos franceses (*Limousin* e *Allier*) e americano.

Segundo Belchior *et al.* (2005) as aguardentes envelhecidas durante 3 anos em madeira de castanheiro extraem uma maior quantidade de compostos da madeira comparadas com as envelhecidas em madeira de carvalho.

A queima da superfície interna é um tratamento térmico efetuado no fabrico das vasilhas que influencia significativamente as características físico-químicas da madeira. Este processo consiste em queimar ligeiramente a superfície interna da madeira a qual ficará em contacto com a aguardente, facilitando a extração de alguns compostos (Piggott *et al.*, 1993; Chatonnet e Boidron, 1990; Canas *et al.*, 1999). A intensidade da queima pode ser classificada em três níveis: ligeira (115 -125°C), média (200 – 215 °C) e forte (220 -230°C) (Leauté *et al.*, 1998). Este tratamento térmico apresenta algumas vantagens como: a degradação da lenhina da madeira e os componentes como a vanilina e outros compostos orgânicos são mais facilmente extraídos e transferidos para a aguardente; a camada de carbono ativada pela queima, no caso das vasilhas para whisky, pode remover alguns compostos que produzem sabor e aroma indesejáveis durante o envelhecimento; a cor e fenóis são aumentados ao longo do envelhecimento e novos compostos do aroma são produzidos por um conjunto de reações oxidativas (Piggott *et al.*, 1993).

Nishimura *et al.* (1983) verificaram que a madeira queimada na superfície favorece o aparecimento de vanilina, propiovanilina, siringaldeído, acetosiringona, coniferaldeído, ácido vanílico e sinapaldeído no destilado, enquanto vasilhas de madeira não queimadas praticamente não incorporam nenhum ou muito pouco destes compostos, indicando que tais compostos aromáticos originados da lenhina são resultados da queima da madeira.

### 2.1.3 Tecnologias alternativas

A tecnologia de envelhecimento é dispendiosa e morosa, devido à necessidade de se recorrer à indústria de tanoaria (custo das vasilhas) e ao tempo de envelhecimento das aguardentes. Com o objetivo de resolver essas desvantagens foram desenvolvidas novas técnicas para acelerar o processo de envelhecimento e uma delas consiste na adição de fragmentos de madeira (diferem em tamanho, forma, intensidade de queima e tipo de madeira) na aguardente a envelhecer condicionada em depósitos de inox.

Têm sido realizados muitos estudos em vinhos, mas em aguardentes os estudos são mais recentes (Almeida *et al.*, 2002, 2003; Canas *et al.*, 2009a; Caldeira *et al.*, 2009; Caldeira *et al.*, 2010; Canas *et al.*, 2010).

Esta tecnologia origina aguardentes com uma composição química muito diferente ao sistema tradicional, em que a bebida é colocada em vasilha de madeira (Canas *et al.*, 2009a; Caldeira *et al.*, 2009; Caldeira *et al.*, 2010; Canas *et al.*, 2010). No entanto, a adição de fragmentos às aguardentes ainda não é uma prática autorizada e nem regulamentada porque existem poucos estudos, enquanto para o envelhecimento de vinhos já é uma prática autorizada.

A utilização de outras madeiras para o envelhecimento de aguardentes, para além de atribuir valores como aroma, cor e sabor ao produto e suprir a deficiência de madeiras nobres para a confeção de vasilhas, permite que o produto seja comercializado num período de tempo inferior ao processo tradicional (Faria *et al.*, 2003).

Caldeira *et al.*, (2009) estudaram o envelhecimento acelerado de aguardentes vínicas na presença de fragmentos de madeira (castanheiro e carvalho), determinando a sua influência nos compostos odorantes. Os resultados mostraram que a quantidade dos compostos varia em função da forma da madeira, o que proporciona a possibilidade de diferenciação química das aguardentes, em função da tecnologia de envelhecimento. No caso dos compostos odorantes derivados da lenhina da madeira (fenóis voláteis e vanilina), foram encontrados os teores mais elevados nas aguardentes envelhecidas na presença de fragmentos (dominós ou tábuas), enquanto para os compostos odorantes derivados das hemiceluloses da madeira (ácido acético e aldeídos furânicos) os teores mais elevados foram encontrados nas aguardentes envelhecidas em vasilha de madeira.

Os resultados obtidos pelos mesmos autores demonstram, também, que a composição química e a evolução da cor das aguardentes vínicas envelhecidas são fortemente condicionadas pelo sistema de envelhecimento.

Os resultados obtidos por Anjos *et al.* (2013) revelam que a espécie botânica e o tipo de fragmentos utilizados no envelhecimento têm influência significativa no teor de extrativos e no teor de lenhina Klason e lenhina total final encontrados nas madeiras.

Canas *et al.* (2010) verificaram que a composição química e a evolução da cor das aguardentes vínicas envelhecidas são fortemente influenciadas pelo sistema de envelhecimento. O efeito do oxigénio no índice de polifenóis totais e nos compostos de massa molecular baixa das aguardentes envelhecidas nos sistemas tradicional e alternativos é consideravelmente diferente, contrariamente ao que tem sido observado no envelhecimento de vinhos.

Estudos realizados por Borragini (2009), com aguardente de cana, revelaram que as aguardentes submetidas ao processo de envelhecimento forçado com oxigenação, apresentaram menor extração dos componentes da madeira, menor teor de acidez e

tendência de melhor aceitação em relação aos atributos cor, aroma, sabor, impressão global, sabor adocicado e amadeirado e agressividade, quando comparado com o envelhecimento tradicional. Assim verifica-se que o envelhecimento com auxílio de oxigenação pode influenciar positivamente algumas características físico-químicas e sensoriais das amostras.

Segundo Pires *et al.* (2013) e Miranda *et al.* (2006) o processo de irradiação também pode ser utilizado como uma técnica alternativa de envelhecimento de aguardente de cana. Este processo consiste em emitir uma onda de radiação constante sobre o produto, de modo a modificar o aroma, sabor e aparência, bem como diminuição da concentração de aldeídos acelerando o processo de envelhecimento da aguardente.

## 2.2 Análise sensorial

De acordo com Muñoz *et al.* (1992), os testes sensoriais são capazes de identificar a presença ou ausência de diferenças perceptíveis, de avaliar a aceitação do produto, definir características sensoriais importantes de um produto, além de detectar particularidades, dificilmente detetadas por outros procedimentos analíticos.

A análise sensorial tornou-se uma técnica indispensável na avaliação da qualidade de qualquer produto destinado ao consumo, pois um consumidor pode facilmente perceber que duas bebidas são distintas, simplesmente provando-as e embora a descrição das sensações percebidas não seja uma tarefa fácil (Magnani, 2009).

Geralmente a percepção sensorial de um produto segue a seguinte ordem: sensação visual, sensação causada pelo aroma, sensação gustativa, sensação da consistência ou textura e por último, a sensação causada pelo aroma durante a gustação (Moraes, 1988).

Os métodos descritivos, tais como perfil de sabor, perfil de textura e análise descritiva quantitativa são cada vez mais utilizados na solução de diversos problemas associados ao controlo e melhoria da qualidade de bebidas e alimentos (Stone e Sidel, 1985).

Um dos métodos de grande aplicação na caracterização sensorial dos alimentos é análise descritiva quantitativa (ADQ). É uma técnica desenvolvida desde 1970 e é muito aplicada na caracterização sensorial de diferentes bebidas e alimentos, utilizando um grupo de provadores previamente treinados, que geram um número mínimo de descritores, os quais permitem analisar e medir a intensidade da sensação percebida, a partir de qual é definido o perfil do produto através da análise estatística dos dados (Barthelemy, 1990; Stone *et al.*, 1974).

Este método possui inúmeras utilizações, como o desenvolvimento de novos produtos, comparação entre produtos concorrentes, controle da qualidade de alimentos, a verificação da resposta do mercado potencial em relação ao produto elaborado, testes de armazenamento para verificar possíveis alterações no decorrer do

tempo, determinações químicas *versus* respostas sensoriais, além de ser possível realizar relação entre testes sensoriais e instrumentais (Delahunty e Baxter, 2001; Behrens e Silva, 2000).

O principal objetivo da ADQ é obter a caracterização da qualidade sensorial do produto em função dos seus atributos (o aroma, a aparência, o sabor e a textura), que inicialmente baseia na escolha livre de descritores da lista pré-estabelecida ou gerada pelo grupo de prova e seguidamente a elaboração da ficha de prova a partir da lista estabelecida (Damásio e Costell, 1991; Barthelemy, 1990; Williams e Arnold, 1985). Atualmente pode ser considerado um dos métodos mais sofisticados para a avaliação de produtos utilizando um grupo de provadores que desenvolve descritores e emprega escalas para medida de intensidades, caracterizando sensorialmente as amostras (Stone *et al.*, 1974).

Em 1995, Furtado realizou análise descritiva quantitativa de aguardente de cana-de-açúcar recém-destilada. Os atributos obtidos para o aroma foram: álcool, madeira, erva, frutas, compostos orgânicos e perfume, e para o sabor foram: álcool, amargo, gosto doce, madeira, erva, adstringente e corpo. Em 1999, Caldeira *et al.* apresenta a ficha de prova descritiva para aguardentes vínicas envelhecidas.

A análise descritiva envolve várias etapas de acordo com Stone e Sidel, 1993:

- Pré seleção dos provadores: os candidatos são submetidos a uma série de testes (teste triangular (ISO 4120) é o mais recomendado, teste de gosto elementar, teste de intensidade ou ordenação, teste de reconhecimento de odores), com o objetivo de verificar a capacidade de percepção sensorial das aguardentes. Os provadores devem preencher vários critérios como: interesse, disponibilidade de tempo, saúde, não ter aversão ao produto e facilidade de trabalhar em grupo;

- Treino e seleção dos provadores: os provadores pré-selecionados são submetidos à etapa de seleção, que baseia na familiarização do indivíduo com o procedimento de teste, verificando a habilidade para reconhecer e identificar os atributos sensoriais e permitindo obter medidas precisas, consistentes e padronizadas. A norma ISO 8586:2012 fornece orientações gerais para a seleção e treino de provadores (Faria e Yotsuyanagi, 2002; Caldeira, 1995);

- Seleção dos atributos ou descritores: os provadores são reunidos e geram um conjunto de descritores e em seguida, eliminam-se termos com relação mútua e agrupam-se os termos com significados similares. Após várias sessões, é elaborada a ficha de avaliação e a definição de cada termo descrito, obtido por consenso do grupo de prova, com o objetivo de treinar e familiarizar os provadores com cada termo descritivo (Minin *et al.*, 2000);

- Avaliação das amostras: um número mínimo de três amostras diferentes e codificadas são avaliadas individualmente por cada provador, com um mínimo de 3 repetições de modo a avaliar e monitorizar a fiabilidade dos resultados (Faria e Yotsuyanagi, 2002; Caldeira *et al.*, 2002);

• Análise de resultados: os resultados são avaliados estatisticamente por análise de variância, teste de médias e análise de Componentes principais (Stone e Sidel, 1993). Para avaliar o poder de discriminação e a repetibilidade de cada provador tem sido utilizado o cálculo dos coeficientes de correlação de cada provador ou pelo erro-padrão determinado a partir da análise de variância de dois fatores (amostras repetidas), para cada provador (Faria e Yotsuyanagi, 2002; Caldeira *et al.*, 2002; Vannier *et al.*, 1999; ISO 8586).

### 3. Material e Métodos

#### 3.1 Delineamento e amostragem

Neste trabalho procedeu-se à avaliação sensorial das aguardentes (amostras) referentes ao projeto “Envelhecimento de aguardente vínica à escala industrial em sistema alternativo, em comparação com o envelhecimento tradicional”, que tem como objetivo avaliar o efeito de diferentes tecnologias nas características físico-químicas e organoléticas de uma aguardente Lourinhã, em comparação com o envelhecimento tradicional em vasilhas de madeira de 650 L, visando a maximização da qualidade e a aceleração do envelhecimento.

O ensaio foi implementado de acordo com um fatorial simples – forma da madeira (com 2 níveis) e tempo de envelhecimento com 4 níveis (6, 12, 18 e 24 meses de envelhecimento) com duas repetições. Assim, a forma da madeira foi avaliada em vasilhas elaboradas a partir de 2 tipos de madeira diferentes, Castanheiro e Carvalho francês de *Limousin* e em aduelas das mesmas madeiras e com a mesma queima aplicadas em depósitos de 3000 L de forma a simular o efeito de envelhecimento da aguardente em vasilhas.

As vasilhas de madeira e as aduelas a colocar nos depósitos de aço inoxidável foram produzidas pela J.M. Gonçalves – Tanoaria, Lda (JMG) com aduelas de madeira de castanheiro e de carvalho francês *Limousin*, em igual proporção.

A quantidade de aduelas (91 cm x 5 cm x 1,8 cm) a colocar em cada depósito foi calculada de modo a reproduzir a relação superfície/volume de uma vasilha de 650 L. Todas as aduelas e vasilhas de madeira foram sujeitas a queima média +.

Os dois depósitos de aço inoxidável de 3000 L e as vasilhas novas de madeira de 650 L foram colocados na cave da Adega Cooperativa da Lourinhã, nas mesmas condições de envelhecimento, e foram cheios, em 2011, com a mesma aguardente vínica (77,7% v/v), produzida pela Adega Cooperativa da Lourinhã.

Das quatro unidades experimentais (duas vasilhas e dois depósitos com aduelas) foram recolhidas amostras de aguardente ao longo do período de envelhecimento (aos 6, 12, 18 e 24 meses).

O envelhecimento foi iniciado em Agosto de 2011, e as amostras foram sendo retiradas em períodos correspondentes a 6, 12, 18 e 24 meses, e colocadas em garrafas de vidro verde rolhadas e fechadas até o momento da prova organolética (normalmente cerca de 15 dias após a amostragem).

As amostras foram codificadas da seguinte forma: D para as aguardentes envelhecidas em depósito e V para as amostras envelhecidas em vasilha de madeira, indicando-se associado a cada sistema de envelhecimento o número de meses de envelhecimento. Ex<sup>o</sup> 12D indica que é uma aguardente com 12 meses de envelhecimento em depósito de inox.

## 3.2 Análise sensorial

### 3.2.1 Painel de provadores e descritores sensoriais

O painel de provadores foi composto por um grupo de provadores selecionados e treinados, de acordo com o procedimento descrito em Caldeira *et al.* (1999), com idades compreendidas entre 29 e 72 anos, e cada provador será referenciado neste trabalho pelo código de identificação que lhe foi atribuído (Tabela A1, Anexo I).

Os descritores sensoriais foram gerados pelo grupo de prova em estudos anteriores, originando a ficha de prova utilizada na avaliação das aguardentes e previamente publicada (Caldeira *et al.*, 1999) (Tabela A2, Anexo II). Segundo o mesmo autor, foram identificados um conjunto de 16 descritores de aroma e 12 descritores de sabor, assim como 5 descritores para a cor. Os provadores pontuaram cada descritor, de acordo com uma escala estruturada (0 - sem percepção até 5 - percepção mais elevada). Para além disso, foi pedido ainda aos provadores que pontuassem a apreciação geral, a apreciação de aroma e a apreciação de sabor, numa escala estruturada de 1 até 20.

Os descritores que foram colocados na ficha de prova estavam agrupados da seguinte maneira:

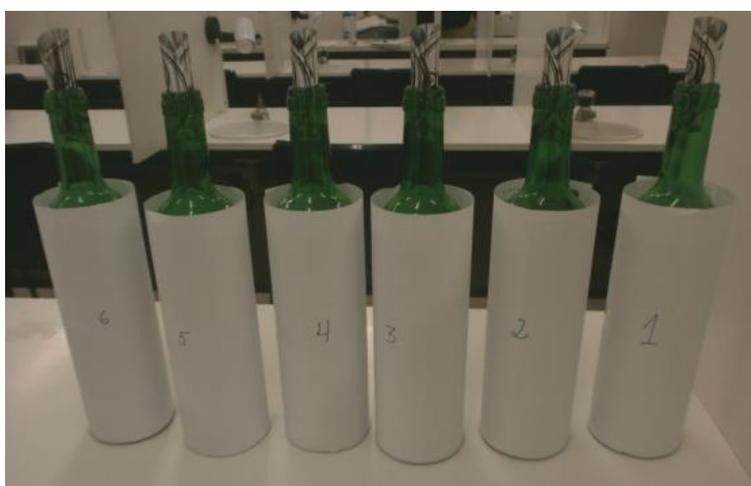
1. Descritores de cor: citrino; palha; dourado; topázio; esverdeado;
2. Descritores de aroma: álcool; frutado; vanilina/baunilha; madeira; ranço (bom); especiarias; caramelo; queimado/torrado; frutos secos; fumo/cinza; café; adocicado; herbáceo; caudas; acetato etilo/cola/verniz; borracha;
3. Descritores de sabor: doce; macio; queimante; adstringência; aspereza; amargo; corpo; untuosidade; evolução; complexidade; aroma de boca; persistência;
4. Descritores de apreciação global: aroma; sabor e apreciação geral.

### 3.2.2. Sessões e condições de prova

O painel de prova avaliou, em cada amostragem, as quatro amostras recolhidas. Cerca de 15 dias antes da sessão de prova, as amostras foram diluídas com água, para um teor alcoólico de 40% v/v, para reduzir o efeito trigeminal resultante das elevadas concentrações de etanol. Em cada sessão foram apresentadas 5 ou 6 amostras (Figura 1), distribuídas de acordo com um delineamento, descrito por Williams (1949), de modo a eliminar o efeito da ordem e da posição de prova. As amostras foram provadas,

na sala de provas da EVN (Estação Vitivinícola Nacional), em copos de prova para vinhos (ISO 3591), num volume aproximado de 30 cm<sup>3</sup>, à temperatura ambiente e sob luz natural. Entre a prova de cada amostra o provador teve à sua disposição água, para neutralização do sabor e limpeza do palato. Para controlo do grupo de prova foi introduzida uma ou duas amostras repetidas em cada sessão. Com as amostras repetidas foram calculados os coeficientes de correlação, entre os pares de amostras repetidas de acordo com o procedimento de Brien *et al.*, 1987 e Lima *et al.* 1988, já aplicado na análise sensorial de aguardentes por Caldeira *et al.* (2002). Procedeu-se também à avaliação da consistência do grupo de prova no que se refere à utilização dos descritores, conforme procedimento descrito em Caldeira *et al.* (2002).

De forma a limitar os eventuais efeitos do estado de saciedade e da adaptação no olfato, as provas foram realizadas de manhã (cerca das 10 h 30 min).



**Figura 1** - Garrafas das amostras de aguardentes, previamente diluídas, a utilizar na sessão de prova correspondente à amostragem de 24 meses.

### 3.2.3. Tratamento de resultados

Para o estudo das correlações entre os resultados de provas repetidas, no sentido de avaliar a consistência dos provadores, foi determinado o coeficiente de correlação de Pearson ( $r^2$ ), o  $r^2_{ajustado}$  e o valor de significância  $p$  para a correlação obtida. Os cálculos foram efetuados em Excel.

Para estudar a influência do tipo de sistema (vasilha, aduelas) e do tempo de envelhecimento (6, 12, 18 e 24 meses) foi efetuada uma Análise de variância a dois fatores para cada variável (descriptor sensorial e apreciação geral). Foi ainda efetuada a análise multivariada, análise em componentes principais (ACP) de modo a perceber as correlações conjuntas entre diferentes variáveis bem como entre os diferentes ensaios.

Para a análise de variância foi calculado a percentagem de variação para cada fator considerado significativo. Os níveis de significância considerados foram:

1. Não significativo (ns) para valores de  $p > 0,05$ ;
2. Significativo (\*) para valores de  $0,05 > p > 0,01$ ;
3. Muito significativo (\*\*) para valores de  $0,01 > p > 0,001$ ;
4. Altamente significativo (\*\*\*) para valores de  $p < 0,001$ .

Para a análise estatística referida acima utilizou-se o valor da mediana de cada amostra, a partir dos valores dos vários provadores em cada sessão de prova.

Os cálculos de análise de variância e análise multivariada foram efetuados com recurso ao *software* estatístico Statistic da Statsoft e módulo de análise de dados do Excel.

## **4. Resultados e discussão**

### **4.1 Avaliação da consistência dos provadores**

Numa primeira fase, e de acordo com a parte experimental, procedeu-se à avaliação da consistência dos provadores.

Os valores atribuídos, por cada provador, para as várias amostras de aguardentes repetidas, foram submetidos ao cálculo dos coeficientes de correlação. Os valores dos coeficientes de correlação, obtidos em cada seis meses para as repetições na mesma sessão, são apresentados na Tabela 2.

**Tabela 2** - Coeficientes de determinação ( $r$ ), de correlação ( $r^2$ ) e correlação ajustada ( $r^2_{ajustado}$ ), calculados com os resultados das amostras repetidas, para cada provador e para cada amostra repetida.

<b>Provador</b>	<b>Amostragem</b>	<b>R</b>	<b><math>r^2</math></b>	<b><math>r^2_{ajustado}</math></b>	<b>F</b>	<b>P</b>
E	6	0,9923	0,9848	0,9843	2325	0,0000
	12	0,9849	0,9701	0,9692	1166	0,0000
	18	0,9952	0,9905	0,9902	3740	0,0000
	24	0,9706	0,9421	0,9405	586	0,0000
		0,9873	0,9748	0,9741	1394	0,0000
G	6	0,9783	0,9572	0,9560	804	0,0000
	12	0,9567	0,9152	0,9128	388	0,0000
	18	0,9835	0,9672	0,9663	1061	0,0000
	24	0,9477	0,8981	0,8953	317	0,0000
		0,9344	0,8731	0,8696	248	0,0000
J	18	0,9798	0,9600	0,9589	863	0,0000
	24	0,9887	0,9774	0,9768	1559	0,0000
		0,9842	0,9686	0,9677	1111	0,0000
Q	6	0,9969	0,9939	0,9937	5826	0,0000
	12	0,9933	0,9866	0,9862	2649	0,0000
	18	0,9787	0,9579	0,9568	820	0,0000
	24	0,9820	0,9643	0,9633	973	0,0000
		0,9985	0,9970	0,9970	12149	0,0000
R	6	0,9898	0,9797	0,9791	1734	0,0000
	12	0,9813	0,9630	0,9620	937	0,0000
	18	0,9894	0,9789	0,9783	1671	0,0000
	24	0,9928	0,9856	0,9852	2461	0,0000
		0,9963	0,9927	0,9925	4899	0,0000
W	6	0,9686	0,9382	0,9365	546	0,0000
	12	0,9691	0,9392	0,9375	556	0,0000
	18	0,9715	0,9438	0,9423	605	0,0000
	24	0,9916	0,9832	0,9828	2112	0,0000
		0,9789	0,9582	0,9570	825	0,0000
Y	6	0,9848	0,9698	0,9690	1156	0,0000
	12	0,9684	0,9378	0,9361	543	0,0000
	18	0,9831	0,9665	0,9655	1037	0,0000
	24	0,9837	0,9677	0,9668	1079	0,0000
		0,9887	0,9775	0,9769	1567	0,0000

**Tabela 2** - Coeficientes de determinação ( $r$ ), de correlação ( $r^2$ ) e correlação ajustada ( $r^2_{ajustado}$ ), calculados com os resultados das amostras repetidas, para cada provador e para cada amostra repetida.

. Continuação.

Provador	Amostragem	R	$r^2$	$r^2_{ajustado}$	F	P	
AA	6	0,9370	0,8781	0,8747	259	0,0000	
	12	0,9443	0,8918	0,8888	296	0,0000	
	18	0,9718	0,9445	0,9429	612	0,0000	
	24	0,9683	0,9376	0,9358	541	0,0000	
			0,9529	0,9081	0,9055	356	0,0000
AB	6	0,9752	0,9510	0,9496	698	0,0000	
	18	0,9469	0,8967	0,8938	312	0,0000	
	24	0,9518	0,9059	0,9033	346	0,0000	
			0,9338	0,8720	0,8684	245	0,0000
AC	6	0,9808	0,9619	0,9609	910	0,0000	
	18	0,9655	0,9321	0,9303	348	0,0000	
	24	0,9925	0,9850	0,9846	2366	0,0000	
			0,9888	0,9778	0,9771	1582	0,0000
AD	6	0,9448	0,8927	0,8897	299	0,0000	
AE	6	0,9714	0,9437	0,9421	603	0,0000	
	12	0,9677	0,9364	0,9346	530	0,0000	
	18	0,9484	0,8995	0,8467	322	0,0000	
	24	0,9805	0,9614	0,9604	897	0,0000	
			0,9412	0,8858	0,8826	279	0,0000
AF	6	0,9596	0,9209	0,9187	419	0,0000	
	18	0,9687	0,9383	0,9366	548	0,0000	
AG	6	0,9439	0,8910	0,8879	294	0,0000	
	12	0,9750	0,9506	0,9492	693	0,0000	
AH	12	0,9734	0,9474	0,9460	649	0,0000	
	18	0,9767	0,9539	0,9526	745	0,0000	
	24	0,9643	0,9299	0,9280	478	0,0000	
			0,9654	0,9321	0,9302	494	0,0000
AI	12	0,9446	0,8922	0,8882	298	0,0000	
	18	0,9795	0,9595	0,9584	853	0,0000	
AJ	12	0,9643	0,9299	0,9279	477	0,0000	
	18	0,9650	0,9312	0,9293	487	0,0000	
AL	24	0,9718	0,9443	0,9428	610	0,0000	
			0,9823	0,9648	0,9639	988	0,0000
	18	0,9570	0,9159	0,9135	392	0,0000	
AM	24	0,9713	0,9434	0,9419	600	0,0000	
			0,9896	0,9794	0,9788	1711	0,0000
	24	0,9925	0,9850	0,9846	2366	0,0000	
AN			0,9888	0,9778	0,9771	1582	0,0000

Os cálculos foram efetuados, com todos os descritores e os resultados permitiram encontrar coeficientes de correlação significativos e elevados para todos os provadores, ou seja há consistência entre os provadores para as amostras repetidas. Neste contexto não foram rejeitados os resultados de nenhum provador.

## 4.2 Efeitos do sistema de envelhecimentos nos atributos sensoriais

### 4.2.1 Descritores de cor

Os provadores descreveram a cor recorrendo a 5 diferentes atributos, conforme se referiu no capítulo de materiais e métodos.

Em relação aos dados de prova, verificou-se que para o descritor citrino e palha não foram detetados nem na maioria das amostras, nem pela maioria dos provadores, sendo que apresentam um valor nulo de mediana e conseqüentemente não serão apresentados nas Tabelas e Figuras seguintes. Para o descritor esverdeado apenas para as amostras envelhecidas durante 12 e 24 meses em depósito com aduelas se registou um valor de mediana de 0,5.

Na Tabela 3 estão registados o resumo da Análise de variância para as amostras de aguardente em função do tempo de envelhecimento e do tipo de sistema (vasilha de madeira ou depósito com aduelas de madeira), bem como o valor da percentagem de variação encontrado para cada um dos fatores.

**Tabela 3-** Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para os descritores de cor que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.

<b>Descritor</b>	<b>Fator</b>	<b>GL</b>	<b>Sig</b>	<b>Var (%)</b>
Dourado	Tempo (T)	3	0,002 (**)	59,7
	Sistema (S)	1	0,020 (*)	19,4
	T x S	3	0,110 ns	0,0
	Resíduo			20,9
Topázio	Tempo (T)	3	0,001 (**)	64,0
	Sistema (S)	1	0,011 (*)	20,0
	T x S	3	0,110 ns	0,0
	Resíduo			16,0

GL – graus de liberdade; ns – não significativo; \*-significativo; \*\*-muito significativo; \*\*\* altamente significativo.

Na Figura 2 estão representados os valores da mediana observados para cada sistema e amostra.

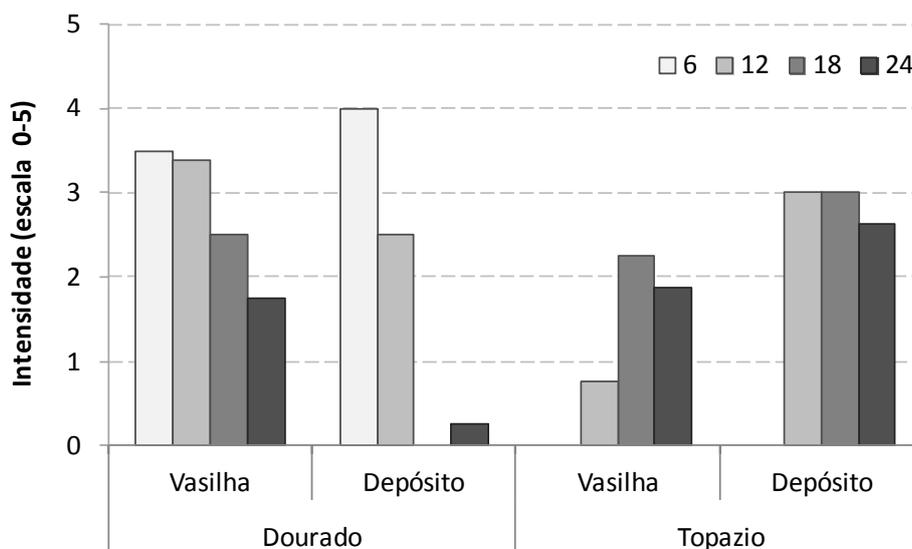


Figura 2 - Intensidade dos descritores de cor observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados.

Pela Tabela 3 e Figura 2 pode verificar-se que as aguardentes evoluíram no que se refere aos descritores Dourado e Topázio, sendo que o fator tempo explica 60 e 64 % da variação observada, respetivamente para cada um dos descritores. O tempo de envelhecimento é um fator com mais peso no resultado final da cor do que o fator sistema de envelhecimento. O aumento da intensidade da cor topázio das aguardentes vínicas com o tempo de envelhecimento em vasilha de madeira já tinha sido verificado em trabalhos anteriores (Canas *et al.*, 2000). De facto durante o envelhecimento de bebidas destiladas ocorrem modificações na sua composição química (Belchior *et al.*, 2005; Miranda *et al.*, 2008; Parazzi *et al.*, 2008; Caldeira, 2004), e consequentemente, na cor da aguardente. Relativamente às características cromáticas da aguardente vínica, Canas (2003) observou que, em virtude do enriquecimento em compostos extraíveis ao longo do tempo de envelhecimento, as aguardentes tornam-se menos luminosas, mais saturadas e com tendência a evoluir de uma tonalidade palha ou dourado para uma tonalidade topázio, resultante da predominância das componentes amarela - vermelha com reflexos esverdeados.

A intensidade da cor dourada diminuiu gradualmente e significativamente nos dois sistemas mas essa diminuição foi mais acentuada nos depósitos de inox com aduelas de madeira. Há no entanto, a considerar os valores da variabilidade observada, devido a pequenas variações na avaliação dos provadores, ao facto de as duas repetições não serem exatamente iguais pois a madeira é um material muito variável e consequentemente amostras semelhantes podem originar diferente comportamento nas extrações e à própria variabilidade inerente ao ensaio.

Os resultados obtidos mostram que as aguardentes envelhecidas em depósitos de inox com aduelas apresentam uma cor mais evoluída do que as aguardentes envelhecidas em vasilhas de madeira. Estes resultados são concordantes com resultados anteriores obtidos em escala piloto (Caldeira *et al.*, 2013).

#### 4.2.2 Descritores do aroma

Para os atributos de aroma não se observaram efeitos significativos do tempo de envelhecimento e do sistema de envelhecimento nos valores da mediana dos seguintes descritores: álcool; frutado; madeira; especiarias; queimado/torrado; fumo/cinza; herbáceo; caudas; ácido etílico/cola/verniz; borracha.

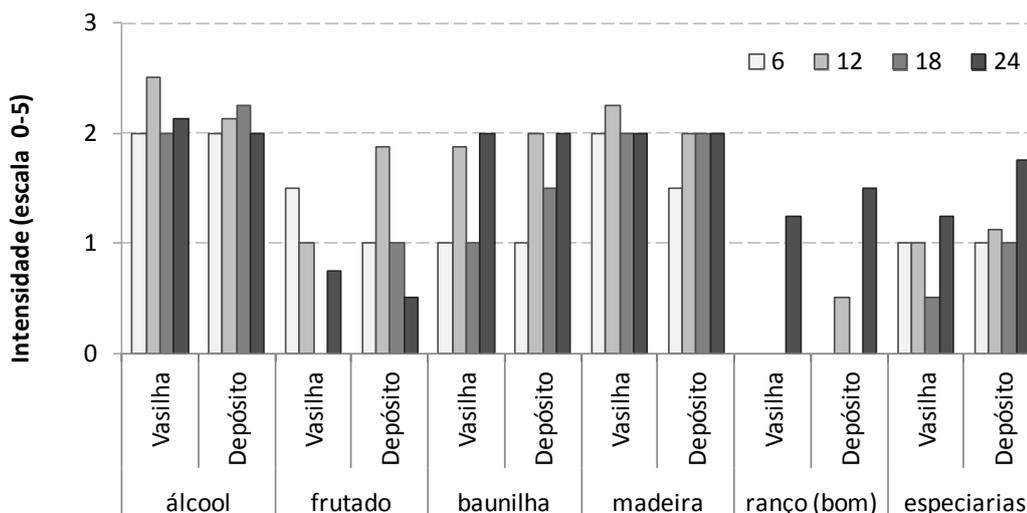
Os descritores herbáceos, caudas, ácido etílico/cola/verniz e borracha apresentaram mediana nula pelo que não foram introduzidos na Tabela 4.

Apenas se detetou efeito significativo do sistema de envelhecimento nos descritores caramelo e café (Tabela 4).

**Tabela 4** - Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para os descritores de aroma que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.

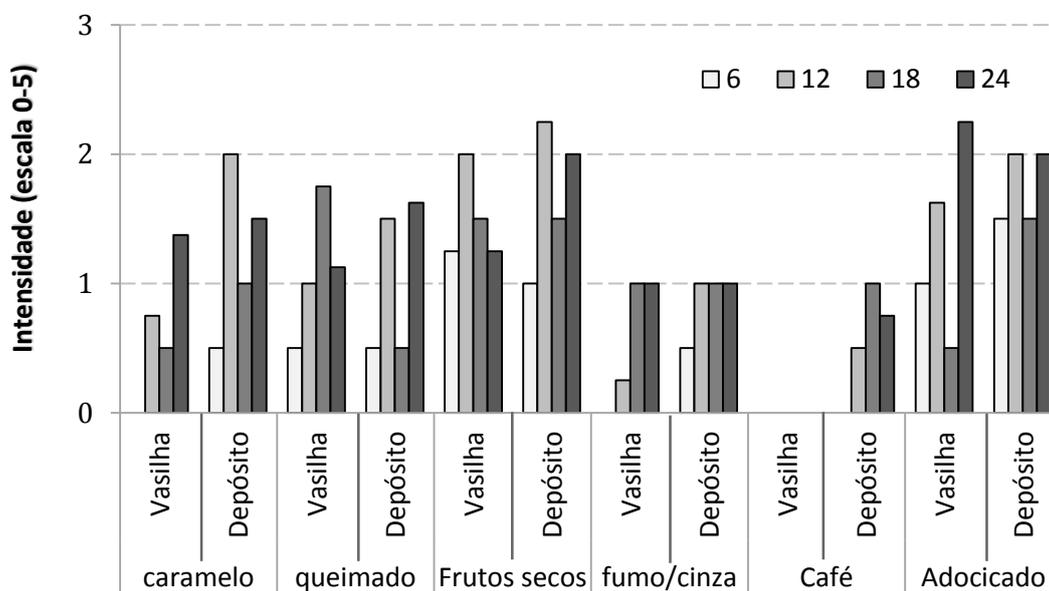
Descritor	Fator	GL	Sig	Var (%)
Baunilha	Tempo (T)	3	0,0096(**)	62,6
	Sistema (S)	1	0,4094(ns)	0,0
	T x S	3	0,7344(ns)	0,0
	Resíduo			37,4
Ranço (bom)	Tempo (T)	3	0,0003(***)	84,0
	Sistema (S)	1	0,2165(ns)	0,0
	T x S	3	0,5607(ns)	0,0
	Resíduo			16,0
Caramelo	Tempo (T)	3	0,0263(*)	40,0
	Sistema (S)	1	0,0410(*)	22,8
	T x S	3	0,4677(ns)	0,0
	Resíduo		0,0263(*)	37,2
Frutos secos	Tempo (T)	3	0,0424(*)	45,7
	Sistema (S)	1	0,3706(ns)	0,0
	T x S	3	0,3809(ns)	0,0
	Resíduo			54,3
Café	Tempo (T)	3	0,0027(**)	14,0
	Sistema (S)	1	0,0000(***)	52,6
	T x S	3	0,0027(**)	28,1
	Resíduo			5,3
Adocicado	Tempo (T)	3	0,0291(*)	6,8
	Sistema (S)	1	0,1120(ns)	0,0
	T x S	3	0,3463(ns)	0,0
	Resíduo			93,2

GL – graus de liberdade; ns – não significativo; \*-significativo; \*\*-muito significativo; \*\*\* altamente significativo.



**Figura 3** - Intensidade dos descritores de aroma observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (álcool, frutado, baunilha, madeira, ranço e especiarias).

Os resultados obtidos mostram que o tempo de envelhecimento foi um fator muito mais discriminante do que o sistema de envelhecimento, em concordância com resultados obtidos anteriormente (Caldeira *et al.*, 2013).



**Figura 4** - Intensidade dos descritores de aroma observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (caramelo queimado, frutos secos, fumo café e adocicado).

Pela Tabela 4 e Figura 3 e 4 pode verificar-se que as aguardentes evoluíram no que se refere aos descritores baunilha e ranço, sendo que o fator tempo explica 63 e 84 % da variação observada respetivamente para cada um dos descritores. Para o descritor café o fator sistema explica 53% da variação observada, sendo que as aguardentes

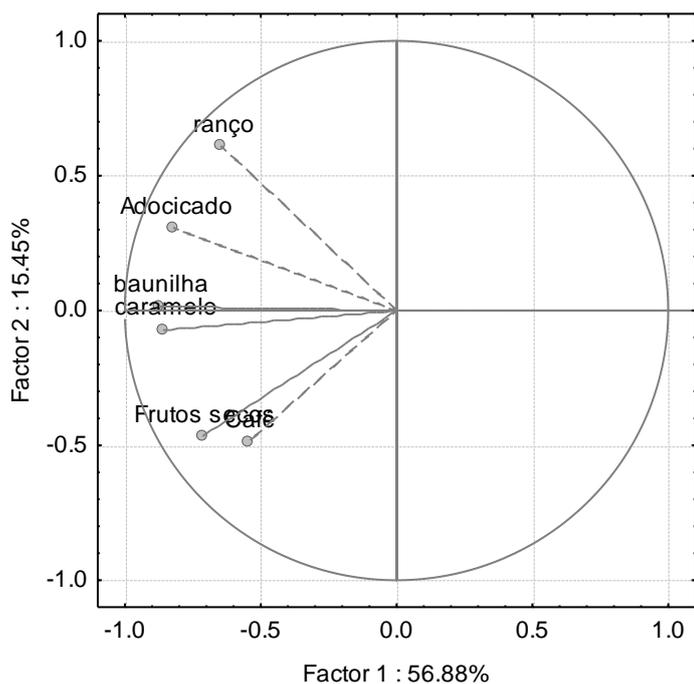
envelhecidas em depósitos de inox apresentam um aroma mais acentuado do que as aguardentes envelhecidas em vasilhas de madeira que é praticamente nulo. Resultados similares tinham sido verificados com 6 meses de envelhecimento realizado numa escala piloto (Caldeira *et al.*, 2010).

Para o descritor frutos secos verifica-se que o tempo de envelhecimento explica 46% da variação observada não se detetando efeito dos diferentes sistemas utilizados no estudo. É de notar no entanto, que as aguardentes com 6 meses de envelhecimento apresentam um valor menos acentuado deste descritor e a amostra com maior intensidade é a de 12 meses.

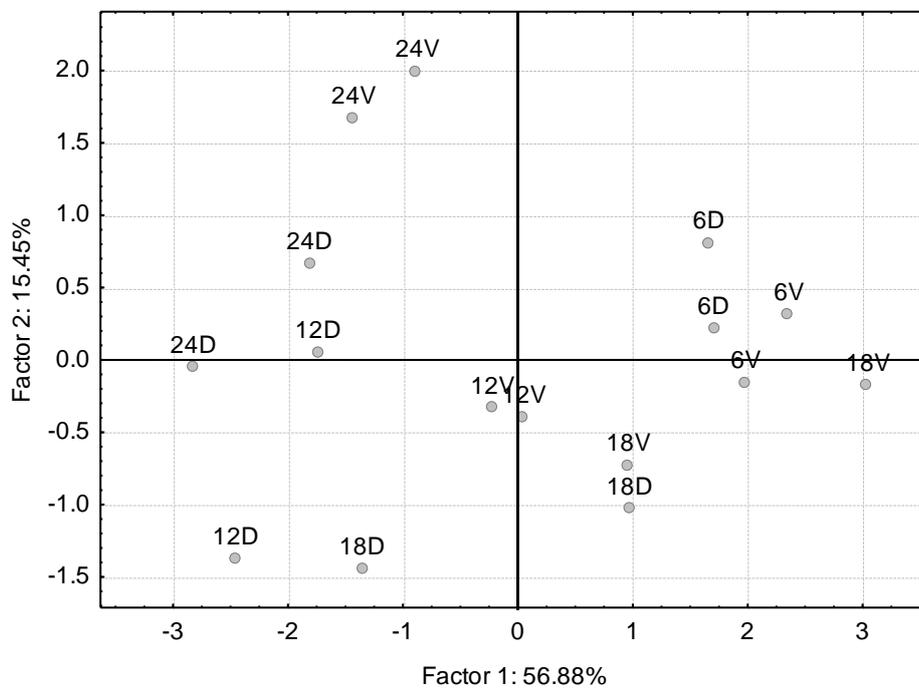
O descritor café presente nas aguardentes depende fortemente quer do tempo de envelhecimento, quer do sistema utilizado (vasilha ou depósito inox com madeira em imersão). Neste caso, 14 % da variação total é explicada pelo tempo de envelhecimento e 53 % pelo tipo de sistema. Este descritor embora fortemente influenciado pelos dois fatores não é muito intenso, no caso da vasilha é praticamente nulo e no caso do depósito aumenta com o tempo de envelhecimento.

Verifica-se que o aroma adocicado aumenta com o tempo de envelhecimento, no entanto apresenta uma grande variabilidade nas diferentes amostras.

Efetuuou-se a análise de componentes principais para os descritores de aroma (Figura 5) verificando-se que os dois primeiros componentes explicam 72% da variação total observada. A primeira componente principal (Fator 1) foi responsável por 57% da variação total, discriminando os descritores quanto aos aspetos qualitativos ligados a uma maior intensidade de aromas a baunilha, caramelo, adocicado, frutos secos e café. A segunda componente principal (Fator 2) explica 16% da variação total, diferenciando o descritor ranço dos restantes descritores.



**Figura 5** - Projecção dos descritores de aroma no sistema de eixos correspondentes ao facto 1 e facto 2, resultantes da Análise de componentes principais.



**Figura 6** - Projecção das diferentes amostras estudadas no sistema de eixos resultante da Análise de componentes principais.

Na Figura 6 foi efetuada a projeção das diferentes amostras no mesmo sistema de eixos. Verifica-se uma evolução das características da aguardente em função do tempo de envelhecimento. Verifica-se no entanto, que as amostras com 18 meses de envelhecimento apresentam características sensoriais intermédias entre 6 meses e 12 meses de envelhecimento. É de referir no entanto, que um período superior de envelhecimento poderá contribuir para uma evolução e constância das características sensoriais.

Verifica-se também uma diferença entre os sistemas de envelhecimento, vasilha e aduelas, tal como já tinha sido observado na Análise de variância, para tempos de envelhecimento superiores.

#### 4.2.3 Descritores do sabor

Para os descritores de sabor doce, macio, queimante, adstringência, aspereza, untuosidade, complexidade, aroma de boca e persistência não se observaram diferenças significativas, com base na análise de variância efetuada, para os fatores tempo e sistema, por isso não serão apresentadas na Tabela 5. Embora em alguns casos se note uma evolução com o tempo de envelhecimento (Figura 7 e 8), essa diferença não foi significativa. Esta pequena variação pode ser devida ao facto de o tempo de envelhecimento em que decorreu o trabalho ser ainda pequeno para tirar mais conclusões sobre a evolução de alguns descritores de sabor.

**Tabela 5** - Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para os descritores de sabor que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.

Descritor	Fator	GL	Sig	Var (%)
Amargo	Tempo (T)	3	0,0148 (**)	58,3
	Sistema (S)	1	0,6666(ns)	0,0
	T x S	3	0,3493(ns)	0,0
	Resíduo			41,7
Corpo	Tempo (T)	3	0,0008(***)	80,0
	Sistema (S)	1	0,3466(ns)	0,0
	T x S	3	0,4411(ns)	0,0
	Resíduo			20,0
Evolução	Tempo (T)	3	0,0005(***)	82,4
	Sistema (S)	1	0,2731(ns)	0,0
	T x S	3	0,2452(ns)	0,0
	Resíduo			17,6

GL – graus de liberdade; ns – não significativo; \*-significativo; \*\*-muito significativo; \*\*\* altamente significativo.

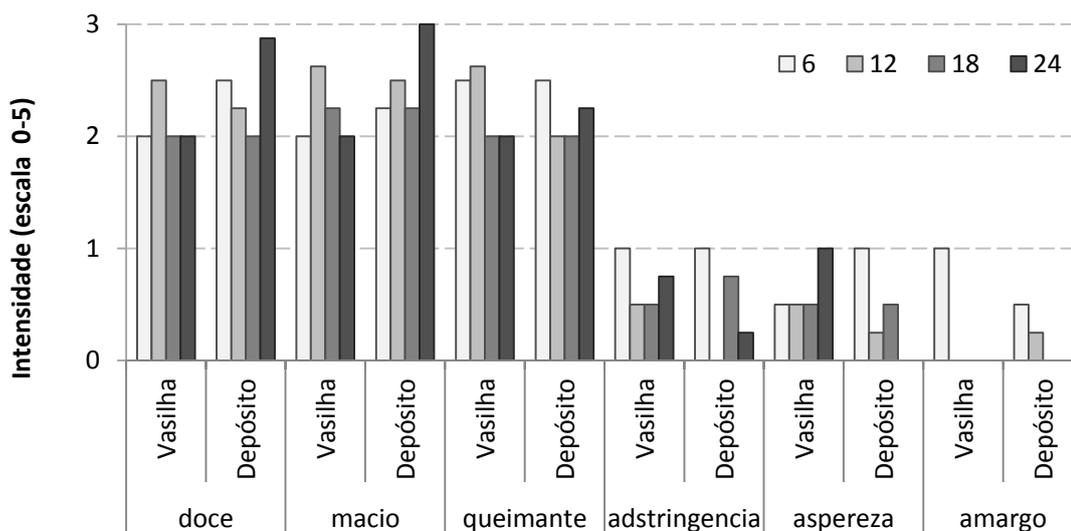


Figura 7 - Intensidade dos descritores de sabor observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (doce, macio, queimante, adstringência, aspereza e amargo).

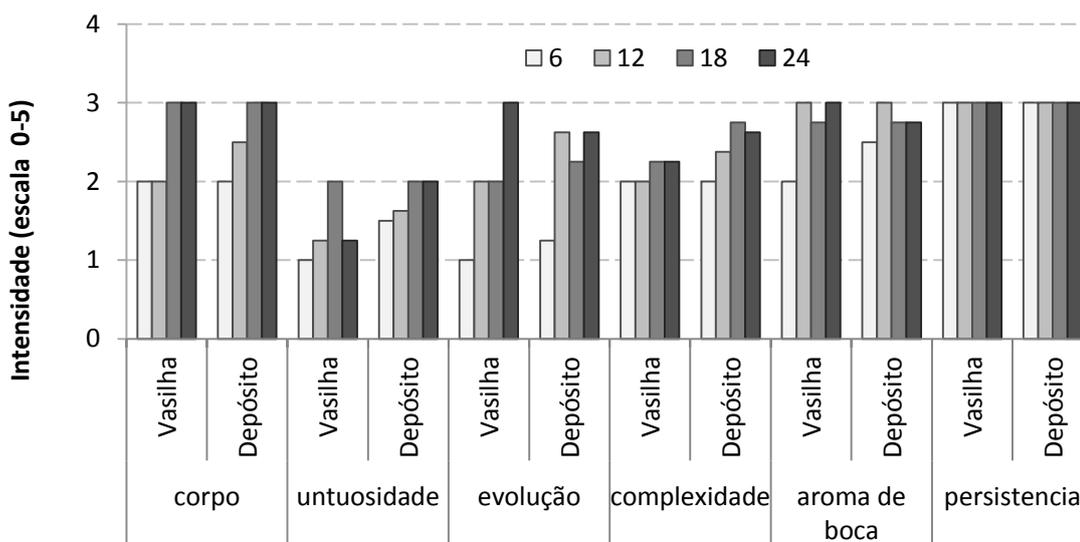


Figura 8 - Intensidade dos descritores de sabor observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados (corpo, untuosidade, evolução, complexidade, aroma de boca e persistência).

O gosto amargo da aguardente vínica diminui com o período de envelhecimento da aguardente conforme observado por Caldeira *et al.* (2006). O descritor corpo evolui com o tempo de envelhecimento, sendo este fator altamente significativo, explicando 80 % da variação observada, em concordância com resultados obtidos em trabalhos anteriores (Caldeira *et al.*, 2006; Caldeira *et al.*, 2013). A variação observada é semelhante para os dois tipos de sistemas estudados. Este resultado está em concordância com o observado para o descritor evolução em que o tempo de envelhecimento explica 82 % da variação e o sistema não apresenta diferenças significativas. De facto o descritor evolução aumenta de intensidade com o tempo de

envelhecimento (Caldeira *et al.*, 2013).

Neste caso dado que apenas 3 descritores apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores, não se efetuou a análise em componentes principais.

#### 4.2.4 Apreciação Global

Os resultados da análise à apreciação global da aguardente são apresentados na Tabela 6 e Figura 9. A apreciação geral do aroma e sabor apresentam resultados contrários. Por um lado, de um modo geral o painel de provadores não identifica diferenças significativas para o aroma no que se refere ao tempo de envelhecimento e ao facto de a aguardente ter envelhecido em vasilhas de madeira ou em depósitos com aduelas de madeira, o que poderia ser uma vantagem tecnológica. Esta vantagem deve-se ao facto de a seleção de madeira para a produção de vasilha ser mais rigoroso do que para a produção das aduelas para introdução no depósito no que se refere às dimensões. No entanto, para a apreciação global do sabor, quer para o tempo de envelhecimento, quer para o sistema, foram detetadas diferenças significativas, constatando-se que o tempo de envelhecimento explica 56 % da variação observada.

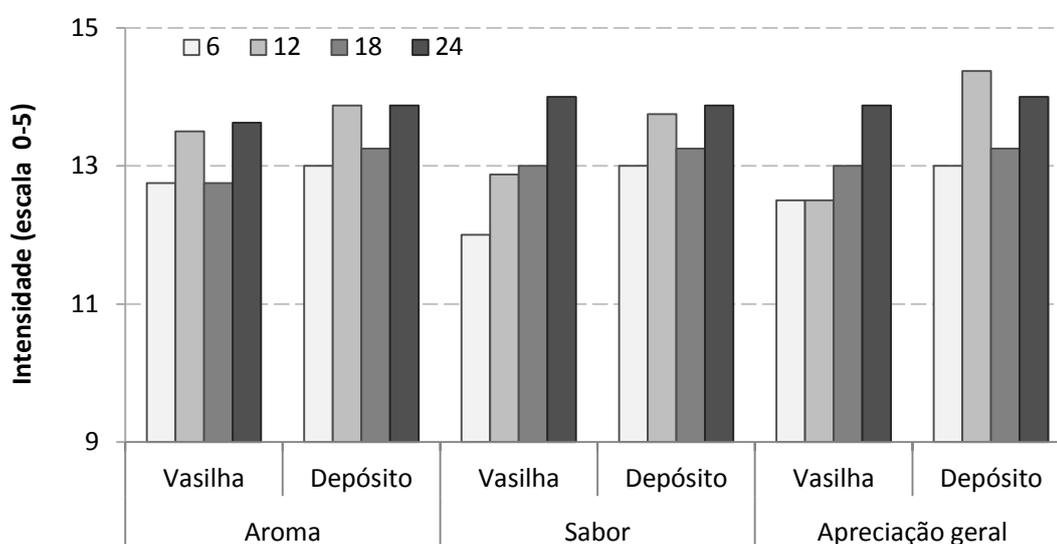
Em termos de apreciação global esta foi fortemente influenciada pelo sabor, verificando-se diferenças significativas em função do tempo de envelhecimento (28% da variação total observada) e do sistema de envelhecimento (28% da variação total observada). No entanto, a evolução da apreciação geral com o tempo de envelhecimento foi mais homogênea para a vasilha do que para o depósito. É de notar, para este descritor, que a interação é muito significativa, explicando 33 % da variação observada o que se deve ao facto de a aguardente ao 12 meses com envelhecimento em depósito ter obtido uma pontuação mais elevada.

De um modo geral a aguardente adquiriu melhores características sensoriais quando envelheceu em depósito de inox com aduelas de madeira no seu interior. Esta tendência tinha sido verificada em trabalhos anteriores embora não tenha sido significativa (Caldeira *et al.*, 2013). Efetivamente para este sistema, embora a superfície de contacto madeira aguardente seja equivalente, as aduelas estão mais uniformemente distribuídas em todo o volume do que na vasilha. No meio da vasilha a aguardente nunca fica em contacto com a madeira, como no sistema alternativo, sendo a difusão dos diferentes compostos resultantes do envelhecimento mais lentos. Por outro lado, a camada de aguardente em contacto com as paredes da vasilha vai adquirindo os compostos importantes para o aroma final da aguardente envelhecida, mas fica saturada mais rapidamente e conseqüentemente mais lentamente devolve parte desses compostos às camadas adjacente no interior da vasilha.

**Tabela 6** - Resumo da análise de variância das aguardentes em estudo para a apreciação global que apresentaram diferenças significativas em pelo menos 1 dos fatores.

Descritor	Fator	GL	Sig	Var (%)
Apreciação sabor	Tempo (T)	3	0,0001(***)	56,4
	Sistema (S)	1	0,0010(**)	19,9
	T x S	3	0,0116(*)	10,0
	Resíduo			13,6
Apreciação geral	Tempo (T)	3	0,0099(**)	28,1
	Sistema (S)	1	0,0054(**)	28,1
	T x S	3	0,0321(*)	33,2
	Resíduo			10,6

GL – graus de liberdade; ns – não significativo; \*-significativo; \*\*-muito significativo; \*\*\* altamente significativo.



**Figura 9** - Intensidade dos descritores de apreciação global observados nas aguardentes com diferentes tempos de envelhecimento para os dois sistemas estudados.

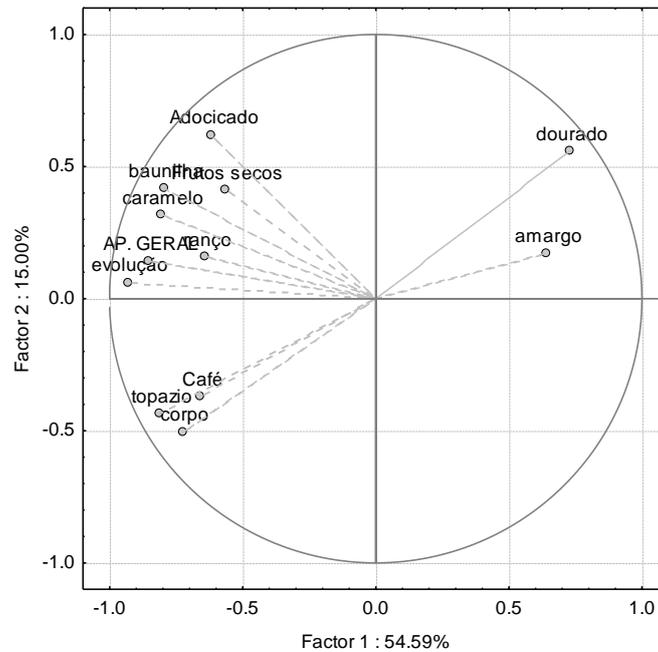
Relativamente á apreciação geral a evolução com o tempo de envelhecimento foi mais homogénea para a vasilha do que para o depósito, apesar do tempo e o sistema de envelhecimento explicarem a mesma percentagem da variação observada. A aguardente envelhecida em depósito apresenta uma intensidade da apreciação geral mais elevada do que a aguardente envelhecida em vasilha.

A análise de componentes principais com as variáveis em que se detetou efeitos significativos dos fatores em estudo é apresentada na figura 10. Conforme se pode observar, a interpretação dos dados referentes à análise sensorial indica que os dois primeiros componentes principais são responsáveis por 70% da variação total observada entre as aguardentes, o que demonstra que os descritores empregados discriminam satisfatoriamente as amostras analisadas.

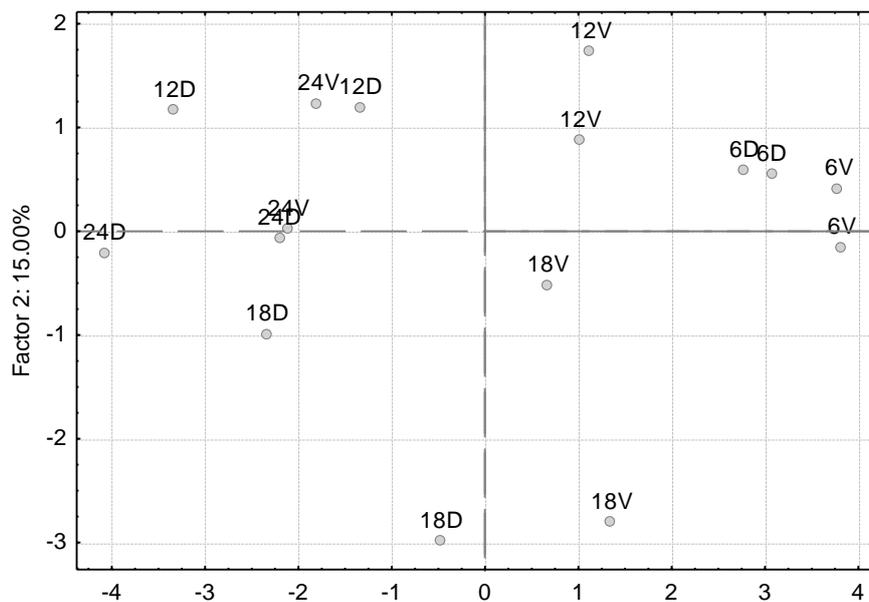
Verifica-se que 55% da variação ocorrida entre as amostras foi explicada pelo Fator 1, discriminando praticamente todos os descritores. O Fator 2 apenas separa alguns

dos descritores do grupo dos restantes descritores, nomeadamente o adocicado e dourado.

O descritor café, topázio e corpo estão altamente correlacionados entre si e constituem um grupo separado dos restantes descritores.



**Figura 10** - Projeção dos descritores da apreciação global no sistema de eixos correspondentes ao fator 1 e fator 2, resultantes da Análise de componentes principais.



**Figura 11** - Projeção das diferentes amostras estudadas no sistema de eixos resultante da Análise de componentes principais.

Na Figura 11 foi efetuada a projeção das diferentes amostras no mesmo sistema de eixos. O estudo evidencia que os tempos de envelhecimentos apresentam diferentes tendências quanto aos atributos sensoriais, ou seja verifica-se uma evolução das características da aguardente em função do tempo de envelhecimento.

As aguardentes com o tempo de envelhecimento de 6 meses estão bem correlacionadas entre si, ou seja há uma semelhança entre os sistemas de envelhecimento aos 6 meses.

Verifica-se também uma diferença entre os sistemas de envelhecimento, vasilha e aduelas, tal como já tinha sido observado na Análise de variância, para tempos de envelhecimento a partir dos 12 meses.

Aos 12 e 24 meses de envelhecimento as aguardentes apresentam características sensoriais semelhantes.

## 5. Conclusão

Com os resultados obtidos através deste trabalho, conclui-se que:

- Quanto ao sistema e tempo de envelhecimento, foram encontrados diferenças significativas em atributos sensoriais como: dourado, topázio e esverdeada, baunilha, ranço, caramelo, frutos secos, café, adocicado, amargo, corpo e evolução. Por outro lado, a intensidade de outros atributos, tais como álcool, frutado, madeira, especiarias, queimado/torrado, adstringência, fumo, herbáceo, caudas, cola, borracha, queimante, adstringência, aspereza, untuosidade, complexidade e persistência, não foram influenciados pelo tempo de envelhecimento e pelo sistema de envelhecimento;

- O perfil sensorial das aguardentes foi significativamente influenciado pelo sistema de envelhecimento;

- As aguardentes envelhecidas na presença de aduelas de madeira apresentaram características sensoriais mais maduras, com maiores intensidades de cor topázio e esverdeado; de aroma a frutos secos, queimado, café, ranço (bom) e especiarias e de sabor a doce, macio, untuosidade e complexidade enquanto as aguardentes envelhecidas em vasilhas de madeira apresentaram maiores intensidades de cor dourada; de aroma a álcool, frutado, adocicado e de sabor a evolução e aroma de boca;

- O tempo de envelhecimento é o fator mais discriminante na evolução do perfil sensorial do que o fator sistema de envelhecimento, explicando a maioria das variações observadas, exceto o descritor café que foi explicado maioritariamente pelo sistema de envelhecimento;

- Em termos de apreciação global, foi fortemente influenciada pelo sabor, verificando-se influências significativas em função do tempo e sistema de envelhecimento;

- De um modo geral, a aguardente adquiriu melhores características sensoriais quando envelhecida em depósito de inox com fragmentos de madeira no seu interior do que em vasilhas de madeira. É confiável, que esta técnica seja interessante para o envelhecimento de aguardentes.

## 6. Referências bibliográficas

- Almeida, T. G. 2002. Cinética de extração de compostos fenólicos da madeira por aguardente. Modelização de diferentes formas de utilização de madeiras. Trabalho de fim de curso em Engenharia. Agro- Alimentar. UTL-ISA, Lisboa.
- Almeida, T. G., Mateus, A., Belchior, A.P., Canas, S. 2003. Ensaio laboratorial sobre a cinética de extração de compostos de baixa massa molecular da madeira pela aguardente. *Téc. Vit.*, 18, 29-41.
- Anjos, O., Carmona, C., Caldeira, I., and Canas, S. 2013. Variation of extractable compounds and lignin contents in wood fragments used in the aging of wine brandies, *BioRes.* 8(3), 4484-4496.
- Aquino, F. W., Nascimento, R.F., Rodrigues, S., Casemiro, A. R. 2006. Determinação de marcadores de envelhecimento em cachaças. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, 26 (1), 145-149, jan.-mar.
- Artajona, J., 1991. Caracterisation del roble según su origen y grado de tostado, mediante la utilización de GC y HPLC. *Viticultura/Enología Profesional*, 14, 61-72.
- Baldwin, S., Black, R.A., Andreasen, A.A., Adams, S.L., 1967. Aromatic congener formation in maturation of alcoholic distillates. *J. Agric. Food Chem.*, 15, 381-385.
- Barthelemy, J. 1990. Les épreuves - Évaluation de l'intensité d'une grandeur sensorielle complexe: description quantifiée. In: *Evaluation Sensorielle-Manuel Methodologique*. 144-157. SSHA, ISHA, TEC & DOC -Apria, Paris.
- Behrens, J. H., Silva, M. A. A. P. 2000. Perfil sensorial de vinhos brancos varietais brasileiros através de análise descritiva quantitativa. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, 20, 1: 60-67.
- Belchior, A. P., Carneiro, L. C. 1972. Identification de substances extraites du bois neuf de chêne du Limousin par des eaux-de-vie de vin. *Conn. Vigne Vin*, 6: 365-372.
- Belchior, A. P., Caldeira, I., Tralhão, G., Costa, S., Lopes, C., Carvalho, E. 1998. Incidência da origem e queima da madeira de carvalho (*Q. pyrenaica*, *Q. robur*, *Q. sessiliflora*, *Q. alba*/ *Q. stellata* + *Q. lyrata*/*Q. bicolor*) e de castanho (*C. sativa*) em características físico-químicas e organoléticas de aguardentes Lourinhã em envelhecimento. *Ciência Tec. Vitiv.*, 13 (1- 2):71-105.
- Belchior, A. P., Caldeira, I., Costa, S., Lopes, C., Tralhão, G., Ferrão, A. F. M & Mateus, A. M. 2001. Evolução das características físico-químicas e organoléticas de aguardentes Lourinhã ao longo de cinco anos de envelhecimento em madeiras de Carvalho e de Castanheiro. *Ciência e Técnica Vitivinícola*, 16, 2: 81-94.
- Belchior A.P., Mateus A.M., Soares A.M. 2005. Comparação do Envelhecimento de Aguardente Lourinhã em Vasilhas de Madeira de Castanheiro e de Carvalho e em dois volumes. *Ciência Téc. Vitiv.*, 20, 91-103.
- Borragini, M. 2009. Envelhecimento da cachaça com circulação forçada e aeração. Dissertação de mestrado. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" Faculdade de Ciências Farmacêuticas.
- Boza, Y, Oetterer, M. 1999. Envelhecimento de aguardente de cana. *Boletim da sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos*. 33, 1: 8 – 15.
- Brien C.J., May P., Mayo O., 1987. Analysis of judge performance in wine quality evaluations. *Journal of Food. Science*, 52, 1273-1279.
- Caldeira I., 1995. Uvada-recuperação de um doce tradicional de uva e maçã. Tese de Mestrado, Instituto Superior de Agronomia, UTL, Lisboa.

- Caldeira I., Canas S., Costa S., Carvalho E., Belchior A.P. 1999. Formação de uma câmara de prova organolética de aguardentes velhas e seleção de descritores sensoriais. *Ciência Téc. Vitiv.*, 14, 21-30.
- Caldeira, I., Belchior, A. P., Clímaco, M. C., & Bruno-de-Sousa, R. 2002. Aroma profile of Portuguese brandies aged in Chestnut and Oak woods. *Analytica Chimica Acta*, 458: 33-62.
- Caldeira, I. 2004. O aroma de aguardentes vnicas envelhecidas em madeira. Importância da tecnologia de tanoaria. Dissertação de Doutoramento. Universidade Técnica de Lisboa, Instituto Superior de Agronomia, Lisboa, 265 pp.
- Caldeira I., Clímaco M.C., Bruno de Sousa R., Belchior A.P. 2006a. Volatile composition of oak and chesnut woods used in brandy ageing: Modification induced by heat treatment. *J. Food Engineering*, 76, 202-211.
- Caldeira I., Mateus A.M., Belchior A.P. 2006b. Flavour and odour profile modifications during the first five years of Lourinhã brandy maturation on different wooden barrels. *Analytica Chimica Acta*, 563, 264-273.
- Caldeira, I., Sousa, R.;Belchior, A., Clímaco; M. 2008. Uma abordagem sensorial e química ao aroma de aguardentes vnicas envelhecidas da Lourinhã. *Ciência Téc. Vitiv.* 23, 2: 97-110.
- Caldeira, I., Anjos, O., Portal, V., Canas S. 2009. Envelhecimento acelerado de aguardentes vnicas na presença de fragmentos de madeira. Influência nos compostos odorantes. In Encontro de Química dos Alimentos, 9. [S.l.]: SPQ ; CITAA. P. 114-115.
- Caldeira, I., Anjos, O., Portal, V., Belchior, A., Canas, S. 2010. Sensory and chemical modifications of wine-brandy aged with chestnut and oak wood fragments in comparison to wooden barrels. *Analytica Chimica Acta*, 660, 43-52.
- Caldeira, I. Belchior, A.P., Canas, S. 2013. Effect of alternative ageing systems on the wine brandy sensory profile. *Ciência Téc. Vitiv.* 28,1: 09-18.
- Canas, S., Caldeira, I., Leandro, M. C., Spranger, M. I., Climaco, M. C., & Belchior, A. P. 1998. Phenolic compounds in a Lourinhã brandy extracted from different woods. *Polyphenols Communications*, 2: 373-374.
- Canas, S.; Leandro, M.C. ; Spranger, M.I.; Belchior, A. 1999. Low molecular weight organic compounds of chestnut wood and corresponding aged brandies. *J. Agric. Food Chem.*, 47,12 : 5023-5030.
- Canas S., Belchior A. P., Caldeira I., Spranger M.I., Bruno de Sousa R. 2000a. Évolution de la couleur des eaux-de-vie de Lourinhã au cours des trois premières années de vieillissement. *Ciência Téc. Vitiv.* 15(1): 1-14.
- Canas S., Grazina N., Belchior A.P., Spranger M.I., Bruno de Sousa R. 2000b. Modelisation of heat treatment of Portuguese oak wood (*Quercus pyrenaica* L.). Analysis of the behaviour of low molecular weight phenolic compounds. *CiênciaTéc.Vitiv.*, 15, 75-94.
- Canas S., Leandro M.C., Spranger M.I., Belchior A.P. 2000c. Influence of botanical species and geographical origin on the content of low molecular weight phenolic compounds of woods used in Portuguese cooperage. *Holzforschung*, 54, 255-261.
- Canas, S., Belchior, A.P., Ana, M. Mateus, Spranger, M.I., Bruno de Sousa, R. 2002. Cinéticas de impregnação/evaporação e transferência de compostos fenólicos da madeira para a aguardente em modelo experimental. *Ciência e Tec. Vitiv.*, 15, 1: 1-14.
- Canas, S. 2003. Estudo de compostos extraíveis de madeira (Carvalho e Castanheiro) e de processos de extração na perspetiva do envelhecimento em Enologia. Tese de doutoramento em Engenharia Agro-Alimentar. Universidade Técnica de Lisboa, Instituto Superior de Agronomia, Lisboa, 303 pp.

- Canas, S., Caldeira, I., & Belchior, P. A. 2009a. Comparação de sistemas alternativos para o envelhecimento de aguardente vínica. Efeito da oxigenação e da forma da madeira. *Ciência Tec. Vitiv*, 24, 1: 33-40.
- Canas, S., Caldeira, I., & Belchior, A. P. 2010. Comparação de diferentes sistemas de envelhecimento de aguardente vínica. In: Atas do 8º Simpósio de Vitivinicultura do Alentejo. Évora, 81-90pp.
- Canas S., Caldeira I., Belchior A.P. 2013. Extraction/oxidation kinetics of low molecular weight compounds in wine brandy produced in alternative ageing systems. *Food Chem.* 138: 2460-2467.
- Canaway, P. R. 1983. Sensory aspects of whiskies maturation. In: Piggott, J.R. (Ed.) *Flavour of distilled beverages: origin and development*. Chichester, UK: Ellis Horwood, 183-189.
- Cardello, H.; Faria, B. 1998. Análise descritiva quantitativa da aguardente de cana durante o envelhecimento em tonel de carvalho (*Quercus alba* L.). *Ciênc. Tecnol. Aliment. Campinas*. 18. 2.
- Cantagrel, R., Mazerolles, G., Vidal, J., Galy, B., Boulesteix, J., Lablanquie, O., & Gaschet, J. 1992. Évolution analytique et organoleptique des eaux-de-vie de Cognac au cours du vieillissement. Incidence des techniques de tonnellerie. In: *Elaboration et connaissance des spiritueux*. Cantagrel R. (ed.), TEC & DOCLavoisier, Paris, 567-572pp.
- Cantagrel, R. 2008. La qualité et le renom du Cognac dans le monde, sa place dans L'histoire. In: *Les eaux-de-vie traditionnelles d'origine viticole*. 15-36. Bertrand, A. (ed.), Lavoisier – TEC & DOC, Paris.
- Carvalho, A., 1998. Identificação anatômica e caracterização física e mecânica das madeiras utilizadas no fabrico de quartolas para produção de aguardentes velhas de qualidade-denominação Lourinhã. *Ciência Tec. Vitiv.*, 13, 71-105
- Casanova V. 2007. Atividade Antioxidante de Aguardentes Lourinhã. Influência das Características da Vasilha de Madeira e do Tempo de Envelhecimento. Relatório do trabalho de fim de curso de Engenharia Agronómica. ISA, UTL, Lisboa.
- Chatonnet, P., Boidron, J.N. 1990. Thermal treatment of wood cooperage: Effect on the extractable components of oak and on the sensory characters of wines. *Wines Industry Technical Conference*. N. 3. P. 272.
- Chatonnet, P. 1995. Influence des procédés de tonellerie et des conditions d'élevage sur la composition et la qualité des vins élèves en fûts de chêne. Thèse doctorat de L'Universite de Bordeaux II. Institut d'Oenologie.
- Chaves, J.B.P. 1998. Cachaça: Produto artesanal de qualidade. Viçosa: CPT, Manual Técnico.
- Conner, J.; Reid, K.; Jack, F. Maturation and blending. 2003. In: Russell, I.; Stewart, G.; Bamforth, C. *Whisky. Technology, Production and Marketing*. London, U.K: Elsevier, 7: 209-240.
- Damáσιο, M.H., Costell, E. 1991. Análisis sensorial descriptivo: generación de descriptores y selección de catadores. *Revista Agroquímica de Tecnologia de Alimentos*, 31,2:165-78.
- Decreto Lei nº 34 de 7 de Março de 1992. Estabelece a Região Demarcada de Aguardente Vínica de Qualidade com Denominação de Origem Controlada "Lourinhã". *Diário da República*, I Série-A, nº 56:1202-1203.

Decreto Lei nº 323 de 29 de Dezembro de 1994. Aprova o Estatuto da Região Demarcada das Aguardentes Vínicas da Lourinhã. Diário da República, I Série-A, nº 300:7486-7489.

Decreto-Lei nº 390/86, de 21 de Novembro de 1986. Estabelece disposições relativas às características analíticas dos álcoois e aguardentes de origem vínica. Ministério da Agricultura, Pescas e Alimentação, nº 697: 3510 – 3512.

Delahunty, C.M., Baxter, I.A. 2001. Descriptive sensory analysis: past, present and future. *Food Research International*, 34, 6: 461-471.

Faria, E. V., Yotsuyanagi, K. 2002. Técnicas de análise sensorial. Campinas: ITAL/LAFISE. 116 p.

Faria, J. B.; Cardello, H. M. A. B.; Boscolo, M.; Isique, W. D.; Odello, L.; Franco, D. W. 2003. Evaluation of Brazilian woods as an alternative to oak for cachaças aging. *European Food Research and Technology*, Alemanha, 218, 1: 83-87.

Fengel, D., & Wegener, G. 1989. Wood: chemistry, ultrastructure, reactions. Berlin, Walter de Gruyter, 613 pp.

Feuillat F., Keller R., Masson G., Puech J.-L. 1998. Bois de chêne. In: *Oenologie fondements scientifiques et technologiques*. 1002-1027. Flanzky C. (ed.), Collection Sci. & Tech. Agr., New York.

Furtado, S. M. B. 1995. Avaliação sensorial descritiva de aguardente de cana (*Saccharum officinarum* L.): influência da composição em suas características sensoriais e correlação entre as medidas sensoriais e físico-químicas. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

Garreau C. 2008. L'Armagnac. In: *Les eaux-de-vie traditionnelles d'origine viticole*. 39-60. Bertrand, A. (ed.), Lavoisier – TEC & DOC, Paris.

Guymon, J.F., 1970. Composition of California commercial brandy distillates. *Am. J. Enol. Vitic.*, 21, 61-69.

Guymon, J.F., Crowell, E.A., 1968. Separations of vanillin, syringaldehyde and other aromatic compounds in the extracts of french and american oak woods by brandy and aqueous alcohol solutions. *Qual. Plant. Materiae Veg.*, 16, 302-333.

Guymon, J.F., Crowell, E.A., 1970. Brandy aging. Some comparisons of American and French oak cooperage. *Wines & Vines*, 1, 23-25.

Haluk, J. P., & Irmouli, M. 1997. The fixed polymer constituents in cooperage oak: cellulose, hemicelluloses and lignin. *J. Sci.Tech. Tonnellerie*, 4: 43-82.

ISO 3591. 1977. Sensory analysis - Apparatus - Wine-tasting glass. International Organization for Standardization, Genève.

ISO 4120. 2004. Análise Sensorial – Metodologia – Teste Triangular. International Organization for Standardization, Genève.

ISO 8586 2012 “Sensory analysis – General guidelines for the selection, training and monitoring of selected assessors and expert sensory assessor. International Organization for Standardization, Genève.

Johnson, H. 1985. *The World Atlas of Wine*. Mitchell Beazley Publishers: London. *Food Chem*, 41: 1872-1879.

Kadim, D., Mannheim, C.H. 1999. Kinetics of phenolic extraction during aging of model wine solution and white wine in oak barrels. *Am. J. Enol. Vitic.*, 50, 33-39.

- Karvela, E., Dimitris, P., Kefalas, P., Moutounet, M. 2008. Extraction of phenolics in liquid model matrices containing oak chips: Kinetics, liquid chromatography-mass spectroscopy characterisation and association with in vitro antiradical activity. *Food Chem.*, 110, 263-272.
- Keller R., 1987. Différents variétés de chênes et leur répartition dans le monde. *Conn. Vigne Vin*, 21, 191-229.
- Léauté, R. 1990. Distillation in alembic. *Am. J. Enol. Vitic.*, 41 (1), 90-103.
- Leauté, R., Mosedale, J.R., Puech, J. L. 1998. In C. Flanzy, *Oenologie-Fondements scientifiques et technologiques*, Tec & Doc - Lavoisier, Paris, p.1130.
- Leclaire, E., Cantagrel, R., Maignial, L., Snackers, G., Ferrari, G. 1999. Essai de caractérisation aromatique d'eaux-de-vie nouvelles de cognac. *J. Int. Sci. Vigne Vin*, 33, 133-142.
- Lima, M., Belchior, A.P., Estabrook, G.F. 1988. Uniformity and constancy of wine tasters evaluating the same wines on two different occasions. *Ciência Téc. Vitiv.*, 7, 73-85.
- Lima, U. A. 1992. Produção nacional de aguardentes e potencialidades dos mercados internos e externo. In: Mutton, M. J. R.; Mutton, M. A. (Ed.). *Aguardente de cana: produção e qualidade*. Jaboticabal: FUNEP, 1992. p. 54-98.
- Magnani, B.D. 2009. Estudo comparativo das características sensoriais do rum e da cachaça. Dissertação de mestrado. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho".
- Masson, G., Puech, J. .L., Moutonnet M. 1996. Composition chimique du bois de chêne de tonnellerie. *Bull. OIV*, 785-786, 634-657.
- Maia, A. B. 1994. Componentes secundários da aguardente. *STAB, Belo Horizonte*, 12, 2: 29-39.
- Marché, M., Joseph, E., Goizet A., Audebert J. 1975. Étude théorique sur le Cognac, sa composition et son vieillissement naturel en fûts de chêne. *R. F. Oenol.*, 57, 1-17.
- Minin, V.P.R., Machado, P.T., Canavesi, E., Pirozi, M.R. 2000. Perfil sensorial e aceitabilidade de diferentes formulações de pão de queijo. *Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas*, 20, 2: 154-159.
- Miranda, M., Horii, J., Alcarde, A. 2006. Estudo do efeito da irradiação gamma ( $^{60}\text{CO}$ ) na qualidade da cachaça e no tonel de envelhecimento. *Ciênc. Tecnol. Aliment. Campinas*, 26, 4.
- Miranda, M.B., Martins, N.G.S., Belluco, A.E.S., Horii, J., Alcarde, A.R. 2008. Chemical profile of aguardente – Brazilian sugar cane alcoholic drink – aged in oak casks. *Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas*, 28, 84-89.
- Moraes, M. A. C. 1988. Métodos para avaliação sensorial dos alimentos. Campinas: Editora da Unicamp. 6, 93.
- Muñoz, A.M., Civille, G.V., Carr, B.T. 1992. *Sensory evaluation in quality control*. New York: Van Nostrand Reinhold, 240.
- Nishimura, K., Ohnishi, M., Masuda, M., Koga, K., & Matsuyama, R. 1983. Reactions of wood components during maturation. In: *Flavour of distilled beverages: origin and development*. Piggott J.R. (ed.). Ellis Horwood Limited, England, 241-255.
- Nishimura, K., & Matsuyama, R. 1989. Maturation and maturation chemistry. In: *The science and technology of whiskies*. Piggott J.R., Sharp R., Duncan R.E.B. (eds.), Longman Scientific & Technical, Essex, Cap. 8, 235-263.
- Nikanen, I. 1986. Formation and occurrence of flavor compounds in wine and distilled alcoholic beverages. *American Journal of Enology and Viticulture*, 37, 84-96.

- Onishi, M., Guymon, J.F., Crowell, E.A., 1977. Changes in some volatile constituents of brandy during aging. *Am. J. Enol. Vitic.*, 28, 152-158.
- Parazzi, C., Arthur, C.M., Lopes, J.J.C., Borges, M.T.M.R. 2008. Avaliação e caracterização dos principais compostos químicos da aguardente de cana-de-açúcar envelhecida em toneis de carvalho (*Quercus sp.*). *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, 28, 193-199.
- Paterson, A., Piggott, J. R. 1989. The contributions of the process to flavor in scotch malt whisky. In *Distilled Beverage Flavour: recent developments*, edited by J. R. Piggott and A. Paterson, Cambridge, New York.
- Piggott, J. R., Jardine, S. P. 1979. Descriptive sensory analysis of whisky flavor. *Journal of the Institute of Brewing*, 85, 2: 82-85.
- Piggott, J.R., Conner J. M., Peterson A., Clayne J. 1993. Effects on Scotch whisky composition and flavor of maturation in oak casks with varying histories. *Int. J. Food Science and technology*, 28, 303-318.
- Piggott, J.R., Patterson, A. (Ed.) 1989. *Distilled beverage flavor: origin and development*. Chichester: Ellis Horwood.15, 177-184.
- Pinho, J.D., Pinheiro, G.F., Rendeiro, G. 2004. Resíduos do setor madeireiro: aproveitamento energético. *Renabio – Rede Nacional de Biomassa para Energia*. Viçosa, 1, 2, 199-208.
- Pires, J.A, Arthur, V., Harder, M. N. C. 2013. Envelhecimento precoce de cachaça com irradiação gama (Co<sup>60</sup>) através da extração de compostos da uva. *Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais*, Campina Grande,15, 1: 43-47.
- Puech, J.-L., Leauté, R., Clot, G., Nomdedeu, L., Mondié, H. 1984. Évolution de divers constituants volatils et phénoliques des eaux-de-vie de cognac au cours de leur vieillissement. *Sci. Aliments*, 4, 65-80.
- Puech, J.-L., Joure, T. C., & Goffinet, B. 1985. Évolution des composés phénoliques du bois de chêne au cours du vieillissement de l'Armagnac. *Sci. Aliments*, 5: 379-392.
- Puech, J. L., Moutounet, M., Lepoutre, J. P., Baumes, R., & Bayonove, C. 1994. Composés de bois de chêne extraits par les eaux de vie. *Revue des Oenologues*, 4: 27-31.
- Reazin, G.H, Baldwin, S., Scales, H.S., Washington, H.W., Andreasen, A.A. 1976. Determination of the congeners produced from ethanol during whisky maturation. *Journal of AOAC*, 59, 770-776.
- Reazin, G. H. 1981. Chemical mechanisms of whiskey maturation. *Am. J. Enol. Vitic.*, 32: 283-289.
- Regulamento CE nº 110/2008 do Parlamento Europeu e Do Conselho de 15 de Janeiro de 2008. Relativo à definição, designação, apresentação, rotulagem e proteção das indicações geográficas das bebidas espirituosas e que revoga o Regulamento (CEE) nº 1576/89 do Conselho.
- Singleton, V. L. 1995. Maturation of wines and spirits: comparation, facts, and hypothesis. *Am. J. Enol. Vitic.* 46, 1: 98-115.
- Stone, H., Sidel, J.L., Oliver, S., Woolsey, A., Singleton, R. C. 1974. Sensory evaluation by quantitative descriptive analysis. *Food Technology*, 28, 24-34.
- Stone, H., Sidel, J.L. 1985. *Sensory evaluation practices*. London. Academic Press, 311p.
- Stone, H., Sidel, J. 1993. *Sensory evaluation practices*. 3. ed. Academic Press, Redwood City, California. 394p.
- Taransaud, R. 1976. *Le livre de la tonnellerie (The book of cooperage)*. Published by la rue A Livres, Paris. First Edition. Technology & Engineering - 237 pages. Citado por: Gonçalves, J.M., A barrica sua utilização e manutenção.

Vannier, A., Brun, O.X., Feinberg, M.H. 1999. Application of sensory analysis to champagne wine characterization and discrimination. *Food Quality and Preference*, 2, 10, 101-107.

Williams, E.J. 1949. Experimental designs balanced for the estimation of residual effects of treatments. *Aust. J. Sci. Res. A2*, 149-168.

Williams, A.A.; Arnold, G.M. 1985. A comparison of the aromas of six coffees characteristics by conventional profiling, free-choice profiling and similarity scaling methods. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 36, 204-214.

# ANEXO I

Tabela A1 - Lista de participação dos provadores ao longo das sessões de prova

Código dos Provadores	6 Meses	12 Meses	18 Meses	24 Meses
A	X	X	X	X
B	X	X	X	X
C	X	X	X	X
D	X	X	X	X
E	V	V	V	V
F	X	X	X	X
G	V	V	V	V
H	X	X	X	X
I	X	X	X	X
J	X	X	V	V
L	X	X	X	X
M	X	X	X	X
N	X	X	X	X
O	X	X	X	X
P	X	X	X	X
Q	V	V	V	V
R	V	V	V	V
S	X	X	X	X
T	X	X	X	X
U	X	X	X	X
V	X	X	X	X
W	V	V	V	V
X	X	X	X	X
Y	V	V	V	V
AA	V	V	V	V
AB	V	X	V	V
AC	V	X	V	V
AD	V	X	X	X
AE	V	V	V	V
AF	V	X	V	X
AG	V	V	X	X
AH	X	V	V	V
AI	X	V	V	X
AJ	X	V	X	X
AL	X	X	V	V
AM	X	X	V	V
AN	X	X	X	V

V - participou na sessão de prova

X - não participou na sessão de prova

# ANEXO II

Tabela A2 - Ficha de avaliação de aguardentes. EVN-Serviço de Prova Organolética

	AMOSTRAS							
CARACTERISTICAS (Nota de 0 a 5)								
<b>COR</b>								
Citrino								
Palha								
Dourado								
Topázio								
Esverdeado								
<b>AROMA</b>								
Alcool								
Frutado.								
Vanilina/baunilha								
Madeira								
Ranço (bom)								
Especiarias								
Caramelo								
Queimado/Torrado								
Frutos secos								
Fumo/Cinzas								
Café								
Adocicado								
Herbáceo								
Caudas								
Acetato Etilo/Cola/Verniz								
Borracha								
<b>OUTROS</b>								
<b>SABOR</b>								
Doce								
Macio								
Queimante								
Adstringência								
Aspereza								
Amargo								
Corpo								
Untuosidade								
Evolução								
Complexidade								
Aroma de boca								
Persistência								
<b>OUTROS</b>								
<b>APRECIACÕES (Nota 1 a 20)</b>								
Aroma								
Sabor								
Geral								
Observações:								

