UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E DE PÓS-GRADUAÇÃO
PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

GABRIELA CAROLINE LENHANI

AVALIAÇÃO DE TÉCNICAS DE MATURAÇÃO EM CERVEJAS *BARLEYWINE*: ESPÉCIES DE MADEIRA, MICRO-OXIGENAÇÃO E TRATAMENTO ULTRASSÔNICO

PONTA GROSSA
2024

GABRIELA CAROLINE LENHANI

AVALIAÇÃO DE TÉCNICAS DE MATURAÇÃO EM CERVEJAS *BARLEYWINE*: ESPÉCIES DE MADEIRA, MICRO-OXIGENAÇÃO E TRATAMENTO ULTRASSÔNICO

Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito para a obtenção do título de Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Nogueira

Coorientador: Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate

PONTA GROSSA

2024

Lenhani, Gabriela Caroline

L566 Avaliação de técnicas de maturação em cervejas *Barleywine:* espécies de madeira, micro-oxigenação e tratamento ultrassônico / Gabriela Caroline Lenhani. Ponta Grossa, 2024.

100 f.

Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Área de Concentração: Ciências e Tecnologia de Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Nogueira.

Coorientador: Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate.

1. Amburana. 2. Barril - madeira. 3. Carvalho francês. 4. Malte. 5. Técnicas alternativas. I. Nogueira, Alessandro. II. Demiate, Ivo Mottin. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ciências e Tecnologia de Alimentos. IV.T.

CDD: 664

Ficha catalográfica elaborada por Angela Maria de Oliveira- CRB9/1111

TERMO DE APROVAÇÃO

GABRIELA CAROLINE LENHANI

" Avaliação de técnicas de maturação em cervejas *Barleywine*: espécies de madeira, micro-oxigenação e tratamento ultrassônico".

Tese aprovada como requisito para obtenção do grau de Doutor(a) no Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora:

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Nogueira - UEPG-PR

gov.br Documento assinado digitalmente
ALESSANDRO NOGUEIRA
Data: 25/09/2024 14:58:59-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. Alessandro Nogueira - UEPG-PR - Presidente

gov.br Documento assinado digitalmente
ANTONIO ROBERTO GIRIBONI MONTEIRO
Data: 23/10/2024 09:21:50-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. Antonio Roberto Giriboni Monteiro - UEM-PR - Membro Titular Externo

gov.br Documento assinado digitalmente
ACACIO ANTONIO FERREIRA ZIELINSKI
Data: 22/10/2024 14:45:38-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Prof. Dr. Acácio Antonio Ferreira Zielinski - UFSC-SC - Membro Titular Externo

gov.br Documento assinado digitalmente
ALINE ALBERTI
Data: 22/10/2024 14:58:23-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Profa. Dra. Aline Alberti - UEPG-PR - Membro Titular

Prof. Dr. Luiz Gustavo Lacerda - UEPG-PR - Membro Titular

gov.br Documento assinado digitalmente
LUIZ GUSTAVO LACERDA
Data: 22/10/2024 17:19:19-0300
Verifique em https://validar.iti.gov.br

Ponta Grossa, 25 de setembro de 2024.

AGRADECIMENTOS

A meu filho Arthur que se fez presente desde o seu nascimento na trajetória do meu doutorado, a meu filho que teve uma breve passagem em nossas vidas e a meu marido José Renato pelo apoio, compreensão e parceria nessa caminhada.

Aos meus pais, irmãs e avó por serem minha principal rede de apoio.

Ao professor Alessandro Nogueira, meu orientador, pela acolhida para a realização deste trabalho e pela contribuição de seus conhecimentos.

Ao professor Ivo Demiate, meu coorientador, por ser um incentivador durante a mudança de projeto e por cooperar com este trabalho.

Aos professores, Aline e Luiz Gustavo, pelas atribuições no trabalho.

Aos amigos, Bruna, Dreison, Elizane, Henrique, Jean, Jonathan, Kelen, Lucineia e Luiz Zunta por compartilhar conhecimentos cervejeiros e ideias, e ajudar no desenvolvimento do projeto até a apresentação deste trabalho.

Aos profissionais do Curso Técnico Cervejeiro, em especial, José Antunes, Alexander Schwarz, Marcelo Barga, Alexander Weckl, Fábio Teleginski e Honorato Pradel, por todo o aprendizado repassado e parceria na execução do trabalho.

À Cooperativa Agrária Agroindustrial pela parceria e estrutura cedida no decorrer da pesquisa.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa e ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, pela oportunidade de aprendizagem e estrutura para desenvolver o projeto.

A CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela bolsa de estudo concedida.

A todos aqueles que contribuíram para a execução deste trabalho.

Meu eterno agradecimento.

RESUMO

A maturação de alguns estilos de cervejas em madeira demanda muito tempo, podendo variar de meses a anos. O intuito de maturar a cerveja em contato com a madeira ocorre devido a extração e a oxidação dos compostos químicos, promovidas pela composição e porosidade deste material, respectivamente. As reações que ocorrem nesse processo têm a capacidade de modificar a composição química e sensorial da cerveja, propiciando ao consumidor um produto diferenciado, de alto valor agregado. Diante da complexidade do processo, a espécie da madeira é um fator primordial na definição das características desejadas da cerveja. Sobretudo, encontra-se uma dificuldade de padronização de cervejas maturadas em barril de madeira e, em decorrência da longa duração do processo existe um elevado custo de armazenamento da bebida. O presente trabalho teve como objetivo avaliar a maturação de uma cerveja do estilo *Barleywine* com técnicas alternativas para a maturação, com a adição de micro-oxigenação e *chips* de madeira de carvalho francês, sem tratamento e previamente tratados por dispositivo ultrassônico, em paralelo, avaliou-se a evolução da cerveja em barril de madeira da mesma espécie. Ainda, acompanhou-se a evolução da composição química e a influência sensorial da cerveja maturada em barril de madeira de duas espécies, amburana e carvalho francês. A maturação em contato com a amburana, apresentou maiores concentrações dos seguintes congêneres ácido gálico, ácido vanílico, ácido siríngico, vanilina, siringaldeído e ácido elágico, enquanto para o carvalho francês, os maiores teores ficaram por conta do 5-HMF, furfural, ácido cumárico e ácido ferúlico. A espécie nacional atribuiu um sabor adstringente em excesso à cerveja, assim, deve-se ter cuidado quanto ao tempo de maturação. De tal maneira, a cerveja com as melhores características sensoriais foi maturada em carvalho francês, que é a madeira mais convencional nesse processo. A maturação da cerveja em contato com a mesma espécie de madeira, porém em formatos diferentes, barril e *chips*, proporcionou propriedades físico-químicas e qualidade sensorial distintas para a cerveja. O tratamento prévio dos *chips* de madeira com ultrassom não extraiu mais fenóis totais à cerveja, em contrapartida, acelerou o processo de extração em 30 dias, quando comparada a maturação dos experimentos com *chips* de madeira sem tratamento prévio. Ainda, o tratamento com ultrassom não influenciou nos atributos sensoriais de aroma, sabor e paladar, porém a aparência foi afetada negativamente. Os experimentos com 10,1 mg/L/mês mais 3,1 g/L e, 5,9 mg/L/mês com 3,6 g/L de micro-oxigenação e *chips* de madeira, respectivamente, foram preferíveis pelos julgadores, inclusive, apresentaram melhor avaliação na análise sensorial quando comparada à cerveja maturada em barril de carvalho francês. Em suma, os *chips* de madeira previamente tratados em dispositivo ultrassônico, em conjunto com a micro-oxigenação, são viáveis para serem utilizados na maturação da cerveja, podendo influenciar positivamente nas características da bebida, proporcionando maior praticidade e menor custo de processo.

Palavras-chave: Amburana. Barril de madeira. Carvalho francês. Malte. Técnicas alternativas.

ABSTRACT

Aging some beer styles in wood takes a long time, ranging from months to years. The purpose of maturing beer in wood barrels is due to the extraction of compounds from the material and the oxidation of chemical compounds, promoted by the porosity of the wood, through natural micro-oxygenation. The reactions that occur in this process have the capacity to modify the chemical structure and sensory properties of the drink, providing consumers with a differentiated product. This makes it difficult to standardize beers aged in wood and, due to the long duration of this maturation, there is a high cost of storing the product. The aim of this research project was to evaluate the maturation of a Barleywine-style beer under controlled conditions, with the addition of micro-oxygenation and untreated and previously ultrasonically treated French oak wood chips. In parallel, the maturation of this beer in a wooden barrel of the same species was evaluated. Also, the use of wooden barrels of two species, amburana and French oak, was compared. Aging the beer in contact with the same species of wood, but in different formats, barrel and chips, provided different physical-chemical properties and sensory quality for the beer. Maturation in contact with amburana resulted in greater evolution of the following congeners: gallic acid, vanillic acid, syringic acid, vanillin, syringaldehyde and ellagic acid, while for French oak, the highest levels were due to 5-HMF, furfural, coumaric acid and ferulic acid. The national species attributed an excessively astringent flavor to the beer, so care must be taken regarding the maturation time. Thus, the beer with the best sensory characteristics was matured in French oak, which is the most conventional wood in this process. Maturation of the beer in contact with the same wood species, but in different formats, barrel and chips, provided distinct physical-chemical properties and sensory quality for the beer. Pretreatment of the wood chips with ultrasound did not extract more total phenols from the beer; on the other hand, it accelerated the extraction process by 30 days, when compared to the maturation of the experiments with wood chips without prior treatment. Furthermore, the ultrasound treatment did not influence the sensory attributes of aroma, flavor and taste, but the appearance was negatively affected. The experiments with 10.1 mg/L/month plus 3.1 g/L and 5.9 mg/L/month with 3.6 g/L of micro-oxygenation and wood chips, respectively, were preferred by the judges, and even presented a better evaluation in the sensory analysis when compared to the beer matured in French oak barrels. In summary, the wood chips previously treated in an ultrasonic device, together with micro-oxygenation, are viable for use in beer maturation, and can positively influence the characteristics of the beverage, providing greater practicality and lower process costs.

Keywords: Amburana. Wooden barrel. French oak. Beer aging. Malt. Alternative techniques

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO 8

CAPÍTULO 1 – REVISÃO DE LITERATURA 11
1.1 CERVEJA 11
1.1.1 Produção da Cerveja 12
1.1.2 Matérias-Primas Cervejeiras 16
1.2 CERVEJA MATURADA (CERVEJA ENVELHECIDA) 20
1.3 TÉCNICAS ALTERNATIVAS PARA A MATURAÇÃO 25
1.3.1 Micro-Oxigenação 25
1.3.2 *Chips* de Madeira 27
1.3.3 Ultrassom 28
1.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS 32

CAPÍTULO 2 – AVALIAÇÃO DA MATURAÇÃO DA CERVEJA *BARLEYWINE* EM BARRIS DE AMBURANA E CARVALHO FRANCÊS 33
2.1 INTRODUÇÃO 34
2.2 MATERIAIS E MÉTODOS 36
2.2.1 Materiais 36
2.2.2 Métodos 36
2.2.2.1 *Produção da Cerveja* 36
2.2.2.2 *Análise da Brassagem* 39
2.2.2.3 *Análise da Cerveja* 39
2.3 Resultados e Discussão 46
2.3.1 Parâmetros da Mostura 46
2.3.2 Parâmetros Físico-Químicos e Instrumentais da Cerveja 47
2.3.3 Análise Sensorial 57
2.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS 59

CAPÍTULO 3 – AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE MATURAÇÃO DA CERVEJA *BARLEYWINE* 60
3.1 INTRODUÇÃO 60
3.2 MATERIAIS E MÉTODOS 62
3.2.1 Materiais 62

3.2.2 Métodos 62
3.2.2.1 *Produção da Cerveja* 62
3.2.2.2 *Efeito das Condições de Maturação* 64
3.2.2.3 *Aplicação das Técnicas de Maturação* 65
3.2.2.4 *Análises da Cerveja* 66
3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO 71
3.3.1 Parâmetros Físico-Químicos e Instrumentais 72
3.3.2 Análise Sensorial 86
3.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS 88

CONCLUSÃO 89

REFERÊNCIAS 90
ANEXO A – ROTEIRO DE DEGUSTAÇÃO E AVALIAÇÃO DE CERVEJAS 100

INTRODUÇÃO

A cerveja é uma das bebidas mais consumidas mundialmente. Produzida essencialmente com água, malte, lúpulo e levedura. Assim, conhecer as matérias-primas e compreender as reações químicas/bioquímicas envolvidas no processo de produção são pontos fundamentais para se produzir uma cerveja de alta qualidade. A busca por diversificação e inovação de produtos acabou alavancando o interesse de desenvolver métodos modernos para replicar a produção de cervejas ancestrais, como as maturadas em madeira.

As cervejas utilizadas na maturação em madeira têm como principais características o seu teor alcoólico elevado e/ou a alta acidez. Os atributos da madeira também influenciam no resultado da cerveja, podendo citar a espécie da madeira, a porosidade, o tamanho da área de contato, a tosta e a quantidade de usos deste material. Essas propriedades promovem reações que resultam em bebidas com alto valor agregado e de difícil padronização.

A espécie de madeira mais convencional é o carvalho, em especial o francês (*Quercus petraea*), devido a boa porosidade a gases e a composição de extrativos. Porém, o seu elevado custo tem inviabilizado o seu uso no Brasil. Enquanto as madeiras brasileiras, como a amburana (*Amburana cearenses*) que tem sido estudada por apresentar similaridade com o carvalho, serem viáveis economicamente e valorização do produto nacional.

O envelhecimento intencional da cerveja envolve a etapa de maturação, esta etapa é marcada por aprimorar as características de aroma e sabor do produto. O barril durante o processo de maturação transfere os compostos químicos da madeira para a bebida e, a oxidação desses compostos ocorre devido a porosidade existente no barril, por meio do contato da bebida com o oxigênio, pelo processo natural conhecido como micro-oxigenação. Todavia, esse processo demanda longos períodos, podendo durar de meses até anos.

A utilização de tecnologias alternativas para reduzir esse período de maturação vem sendo estudada para bebidas fermentadas. A micro-oxigenação é uma destas técnicas utilizadas para acelerar a maturação, o processo demanda de um equipamento especializado, o micro-oxigenador, e é realizado geralmente em tanques de aço inoxidável. Desta maneira, um micro-oxigenador transfere oxigênio em escala

micrométrica para a bebida de forma rigorosamente controlada, a fim de simular a incorporação de oxigênio comumente alcançada pela porosidade da madeira.

No entanto, a utilização da técnica de micro-oxigenação isoladamente não garante todos os atributos de um barril de madeira. A transferência de compostos químicos pode ser complementada com a adição de fragmentos de madeira, os quais possibilitam o aumento da área de contato da bebida com a madeira.

E, a utilização do ultrassom como uma técnica de tratamento dos fragmentos de madeira favorece o processo de extração da parede vegetal. Ou seja, o fenômeno de cavitação do ultrassom beneficia a rápida interação dos componentes orgânicos, presentes na madeira, com a bebida, de maneira a agregar ainda mais aromas e sabores às bebidas maturadas.

A falta de estudos sobre a avaliação da etapa de maturação acelerada de cerveja foi constatada por meio de uma intensa busca de referências em bases bibliográficas especializadas. Como diferencial desta pesquisa há um anseio em reduzir este período de maturação com o auxílio das tecnologias alternativas para a maturação da cerveja. Com o auxílio do uso de micro-oxigenação e da adição de *chips* de madeira previamente tratados com dispositivo de ultrassom, de forma a possibilitar um aumento de produtividade, sem prescindir das propriedades sensoriais similares àquelas maturadas tradicionalmente em barril madeira, com a agregação de aroma e sabor de alta qualidade.

Portanto, o objetivo deste trabalho consistiu na caracterização de uma cerveja maturada em contato com a principal madeira utilizada no Brasil, o carvalho francês (*Quercus petraea*), e em madeira nacional, a amburana (*Amburana cearenses*), e ainda com as tecnologias alternativas de micro-oxigenação e *chips* de madeira de carvalho francês sem tratamento e previamente tratados com dispositivo de ultrassom.

OBJETIVOS

OBJETIVO GERAL

Avaliar o impacto da utilização de duas espécies de madeira, amburana (*Amburana cearenses*) e carvalho francês (*Quercus petraea*), na maturação da cerveja do estilo *Barleywine*, e o efeito da micro-oxigenação e da adição de *chips* de madeira de carvalho francês (*Quercus petraea*), sem tratamento e previamente tratados por dispositivo ultrassônico, na maturação desta cerveja.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Avaliar o impacto da produção de uma cerveja *Barleywine* diferindo apenas a etapa de mostura, através da rampa de infusão e da Rampa de *Schmitz*.

- Comparar a influência das espécies de madeiras utilizadas nos barris, amburana (*Amburana cearenses*) e carvalho francês (*Quercus petraea*), na maturação da cerveja através de análises físico-químicas;

- Analisar a evolução físico-química na cerveja com o uso de diferentes concentrações de micro-oxigenação e de *chips* de madeira de carvalho francês (*Quercus petraea*);

- Verificar o efeito na cerveja do tratamento com ultrassom nos *chips* de madeira de carvalho francês (*Quercus petraea*);

- Avaliar sensorialmente a aparência, o aroma, o paladar, e o sabor das cervejas maturadas em condições de micro-oxigenação, *chips* de madeira, sem tratamento e previamente tratados por dispositivo ultrassônico, e, barris de amburana e carvalho francês.

CAPÍTULO 1 - REVISÃO DE LITERATURA

1.1 CERVEJA

A cerveja é a bebida alcoólica mais consumida mundialmente, na ordem de 1,9 bilhão de hectolitros anualmente. A bebida é produzida basicamente por água, malte, lúpulo e levedura (Bettenhausen *et al*., 2018) e, segundo a Instrução Normativa nº 65, de 10 de dezembro de 2019, cerveja é uma bebida proveniente da fermentação alcoólica do mosto, procedente da adição de malte em água, por atuação da levedura, e aromatizada com adição de lúpulo (Brasil, 2019).

Conforme o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), em 2021 houve um aumento de 12% de registros de cervejarias no Brasil, quando comparado ao ano de 2020. Isso manteve o Brasil como o terceiro maior produtor mundial de cerveja, com 15,4 bilhões de litros produzidos, ficando atrás da China (46 bilhões) e dos Estados Unidos (22,1 bilhões) (Sindicerv, 2023).

A busca por cervejas especiais fez o mercado das cervejas maturadas em contato com a madeira crescer, mesmo que ainda cerca de 97% do consumo seja de cerveja do tipo Lager, sendo representada sobretudo pelo estilo Pilsen. O consumidor dessas bebidas especiais busca por um produto complexo e sofisticado, com aromas e sabores únicos (Silva *et al*., 2022).

Uma cerveja especial, dentre as cervejas especiais, é assim que a *Barleywine* é rotulada, com aptidão a maturação em contato com a madeira. Conforme as características da cerveja do estilo *Barleywine*, a produção desta bebida tem um custo elevado de produção, e consequentemente alto valor agregado do produto no mercado. Por não ser muito acessível, tornou-se um objeto de desejo dos consumidores (Tochetto, 2021).

O processo de produção desse estilo de cerveja desafia os cervejeiros e leva os equipamentos aos seus limites, devido a concentração malte: água, mas o resultado recompensa. Assim, a complexidade e sofisticação da *Barleywine* proporciona uma bebida encorpada e licorosa (Dawson, 2014).

A *Barleywine* teve sua origem na Inglaterra, com o intuito de agradar aos paladares mais refinados, àqueles que estavam acostumados a apreciar um bom vinho do Porto. Porém, estavam sendo impedidos devido a guerra que estava acontecendo entre Inglaterra e França no século XVIII (Strong, 2011).

Esse estilo de cerveja se caracteriza por participar do tipo Ale, é normalmente maturada em barril de madeira e atinge alta concentração alcoólica variando de 8 a 15%. De maneira a necessitar uma grande quantidade de malte, a fim de gerar elevadas densidades iniciais. Assim, na mostura almeja-se que a enzima β-amilase atue mais, com o objetivo de proporcionar a maior quantidade de açúcares fermentescíveis (Beer Judge Certification Program, 2022).

A grande quantidade demandada de malte nesse estilo de cerveja faz com que a bebida tenha o aroma maltado prevalecido, variando de caramelo a *toffee*. A lupulagem proporciona um aroma equilibrado, assim como as demais cervejas de estilo inglesas. Mesmo com a elevada concentração de álcool na *Barleywine*, o aroma deste composto é relativamente baixo, apresentando-se de maneira suave, e sofre redução ao longo do período de maturação. Sendo esta maturação da cerveja realizada em barril de madeira durante pelo menos seis meses, podendo atingir até mais de dez anos (Dawson, 2014).

Igualmente como no aroma, o sabor de malte prevalece, conferindo de moderado a alto dulçor no palato. O lúpulo de amargor tende a ser o suficiente para manter o equilíbrio nesse estilo de cerveja. Além disso, a percepção alcoólica proporciona uma sensação de calor na boca (Beer Judge Certification Program, 2022).

A coloração da *Barleywine* varia de dourado a âmbar escuro, com a espuma bege clara, variando conforme o malte utilizado. Assim, as propriedades do malte interferem no resultado da bebida, de tal forma que nem todos os exemplares proporcionam os mesmos aromas e sabores (Morado, 2017).

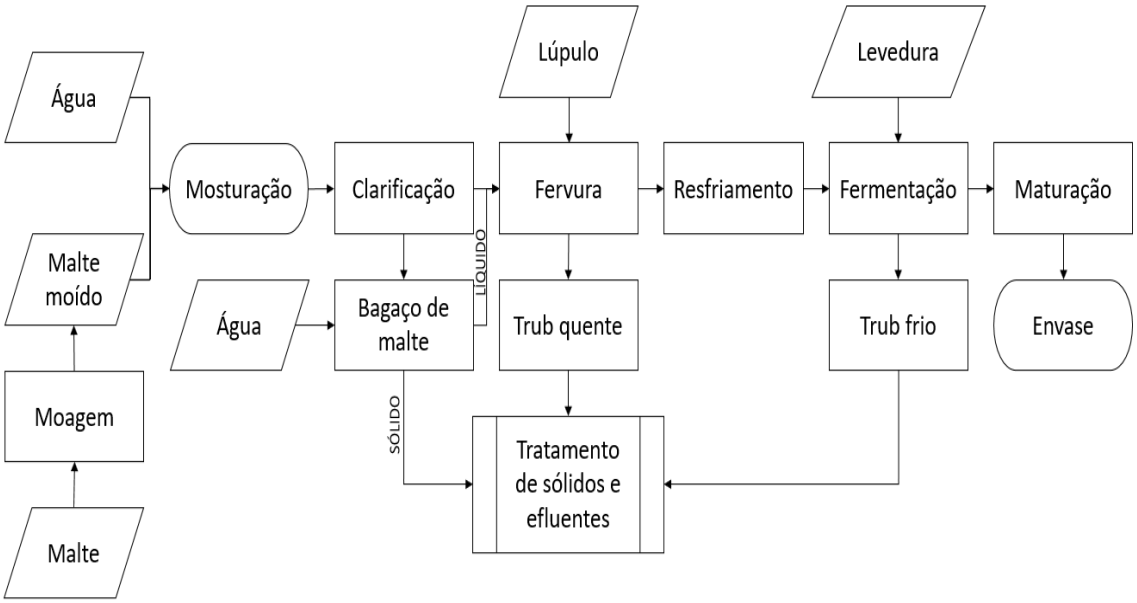
1.1.1 Produção da Cerveja

A moagem do malte é a primeira etapa do fabrico de cerveja, conforme esquematizado na Figura 1. O processo permite reduzir o tamanho do malte, com o objetivo de liberar o endosperma do grão, para facilitar a ação enzimática na mostura. Ainda, almeja-se que a casca não seja muito fragmentada, pois a mesma auxilia na etapa de clarificação como um leito filtrante na tina de filtração (ou tina filtro) da cervejaria. Se a clarificação do mosto for realizada em filtro prensa não há necessidade de a casca ficar intacta (Moura; Mathias, 2018).

A mostura inicia com a mistura de água cervejeira e malte, a temperatura de arriada, a concentração malte: água, e as etapas de aquecimento e repouso variam

conforme o produto final desejado. Ainda nesta etapa, acontece a hidrólise enzimática das moléculas do endosperma (Kok *et al*., 2019). As principais enzimas atuantes são glucanases (40 a 50 ºC), proteases (50 a 60 ºC), β-amilase (60 a 64 ºC) e α-amilase (70 a 74 ºC) (Dagoberto *et al*., 2021).

Figura 1 - Etapas do processo de fabricação da cerveja



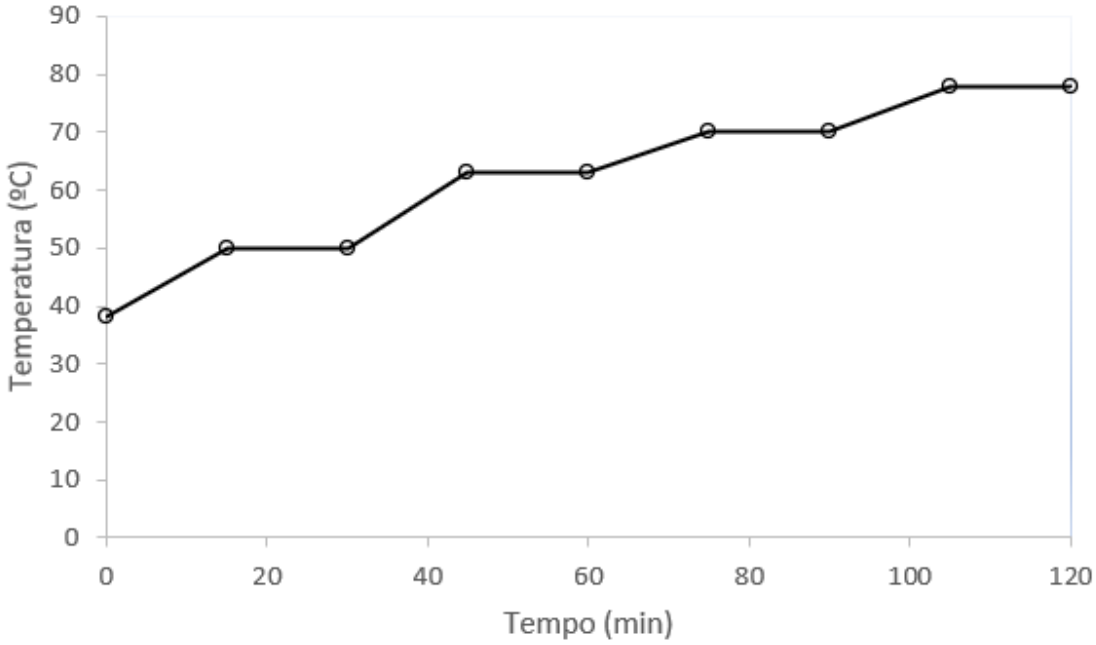
Fonte: A autora.

Os produtos das reações enzimáticas, glucanases, proteases, β-amilase e α-amilase, são β-glucanos com baixas massas molares, proteínas de massas molares inferiores, maltose e dextrina, respectivamente. Cada produto gerado tem sua importância, como a hidrólise do β-glucano que está relacionada com a redução na viscosidade do mosto. As proteínas de alta e média massa molar contribuem para a formação do corpo e retenção de espuma da cerveja, enquanto as proteínas de baixa massa molar e aminoácidos fornecem nutrientes para a levedura. A maltose é o principal açúcar fermentescível para a fermentação do mosto. E, a dextrina contribui para o corpo da bebida, uma vez que se trata de um açúcar não fermentescível (Vanderhaegen *et al*., 2006).

Na mosturação acontece a degradação do amido em três fases sobrepostas: gelatinização, sacarificação e liquefação. Com a entrada de água nos grânulos de amido, favorecida pelo aumento da temperatura, ocorre um inchaço destes grânulos até a ruptura (em aproximadamente 60 ºC para o malte), processo conhecido como

gelatinização do amido. Como consequência, há a liberação de amilose e amilopectina ao meio. Propiciando, assim, as degradações enzimáticas pelos processos de sacarificação (β-amilase) e liquefação (α-amilase). A mostura é finalizada com a inativação enzimática (*mash-out* em 78 ºC), conforme apresentado na Figura 2, após a confirmação da completa sacarificação do amido, com o auxílio do teste de iodo (Wefing *et al*., 2021).

Figura 2 - Rampa de mostura do processo cervejeiro



Fonte: A autora.

A clarificação é considerada um processo físico, popularmente conhecida como a primeira filtração da produção da cerveja, a qual visa separar o mosto (fase líquida) do bagaço de malte (fase sólida). Assim, ocorre a recirculação do mosto primário, e lavagens nesse bagaço, a fim de extrair mais açúcar. A água de lavagem deve estar em temperatura suficiente (entre 78 e 80 ºC) para solubilizar o açúcar residual do bagaço e favorecer a sua extração, de forma a evitar a remoção de taninos presentes na casca do malte. Do mesmo modo como a temperatura, o pH também interfere na remoção dos taninos do bagaço, de maneira que, o pH da água de lavagem precisa ser abaixo de 7, sendo mais recomendado se for acidificada entre 5 e 6 (Kunze, 2006).

A fervura promove diversas reações ao mosto como a esterilização do mosto, a inativação das enzimas mais resistentes, a concentração deste mosto, a formação de composto aromáticos desejáveis, a intensificação da cor devido a reação de

Maillard e caramelização de açúcares, a sedimentação das proteínas juntamente com os polifenóis, a isomerização dos α-ácidos dos lúpulos, e a volatilização de compostos indesejáveis como Dimetil Sulfeto (DMS). Sendo o DMS proveniente da decomposição térmica de S-metilmetionina (SMM), composto produzido durante a germinação do malte a partir da enzima S-adenosilmetionina (SAM) (Huang; Tippmann; Becker, 2017; Kucharczyk; Zyla; Tuszynski, 2020).

A lupulagem acontece concomitantemente à fervura. As dosagens de lúpulo variam conforme o objetivo, ou seja, no início da fervura são dosados os lúpulos de amargor, no meio da fervura aqueles com o propósito de gerar sabor, enquanto os lúpulos aromáticos são dosados apenas no final da etapa (Durello; Silva; Bogusz, 2019; Gasinski *et al*., 2022).

A separação do *trub* quente é realizada por uma técnica conhecida como *whirlpool*, resultando em um mosto límpido. O *trub* é constituído por proteínas coaguladas, polifenóis, lipídios e resíduo de lúpulo. Devido a composição do *trub* quente, a sua permanência no mosto pode influenciar negativamente no sabor da cerveja, e a estabilidade coloidal também pode ser afetada (Sterczynska; Jakuowski, 2017; Sterczynska *et al*., 2021).

O intuito do resfriamento do mosto é atingir a temperatura de inoculação da levedura, assim varia conforme a cepa e o produto final desejado. O resfriamento deve ocorrer o mais rápido possível e de forma asséptica, uma vez que o mosto frio fica mais suscetível à contaminação (Taopanta-Ramos *et al*., 2020). A aeração é tida como a única etapa que deseja o oxigênio, uma vez que se faz necessário para a multiplicação da levedura e para a síntese de ácidos graxos (Moutsoglou; Dearden, 2020).

A fermentação é iniciada pela levedura, especialmente do gênero *Saccharomyces*, na cerveja Ale é conduzida em temperaturas relativamente mais altas quando comparadas às do tipo Lager. A dosagem de levedura, é dependente da quantidade de mosto produzida (mL) e do extrato original (ºP), necessitando de uma dosagem menor (0,5 x 10^6 cel/ mL/ ºP) para o tipo Ale, quando comparada à Lager (1,0 x 10^6 cel /mL/ ºP), sendo que ambas dispõem de um mosto rico em açúcares fermentescíveis e de nutrientes essenciais (Pires *et al*., 2014). Esta reação determina o aroma e sabor da cerveja, e gera produtos como o álcool e o gás carbônico (Seo *et al*., 2020).

Ao término da fermentação, a cerveja é conhecida como “verde”, contém pouco gás carbônico dissolvido, apresenta turvação e, aroma e sabor são inferiores aos da cerveja maturada. Portanto, na maturação acontece a clarificação da cerveja pela baixa temperatura (aproximadamente 1 ºC), favorecendo a remoção do *trub* frio (proteínas e polifenóis) e da levedura. Além disso, nesta etapa ocorre a dissolução do gás carbônico, produzido pela pressurização do tanque de maturação, e, portanto, o aprimoramento de aroma e sabor da cerveja (Kunze, 2006).

Sobretudo, esta etapa pode seguir intencionalmente para maturações em barris de madeira, para agregar ainda mais aromas e sabores à bebida (Bossaert *et al*., 2021; Bossaert *et al*., 2022). Ainda, a filtração pode ser realizada com a intenção de remover partículas turvadoras, como o complexo proteína-polifenol, e possíveis leveduras em suspensão (Rogener, 2021).

1.1.2 Matérias-Primas Cervejeiras

A água é fundamental para que aconteça interação entre as demais matérias-primas, além de estar presente em maior quantidade na cerveja, compondo de 92 a 95% do volume. Ainda, há um consenso da influência da composição química da água na qualidade do produto final (Puncocharova *et al*., 2019).

Segundo o Ministério da Saúde por meio da Portaria nº 288 de 04 de maio de 2021, a água deve ser potável, ou seja, incolor, inodora, insípida e livre de contaminação, além disto para a água ser considerada cervejeira, a mesma deve ser isenta de cloro. A água deve apresentar as seguintes características: teor de cálcio com concentração indicada de 50 a 150 mg/L, teor máximo de ferro de 0,1 mg/L, teor de magnésio de 5 a 40 mg/L, teor máximo de manganês de 0,1 mg/L e teor de zinco variando de 0,1 a 0,3 mg/L (Palmer; Kamisnki, 2013).

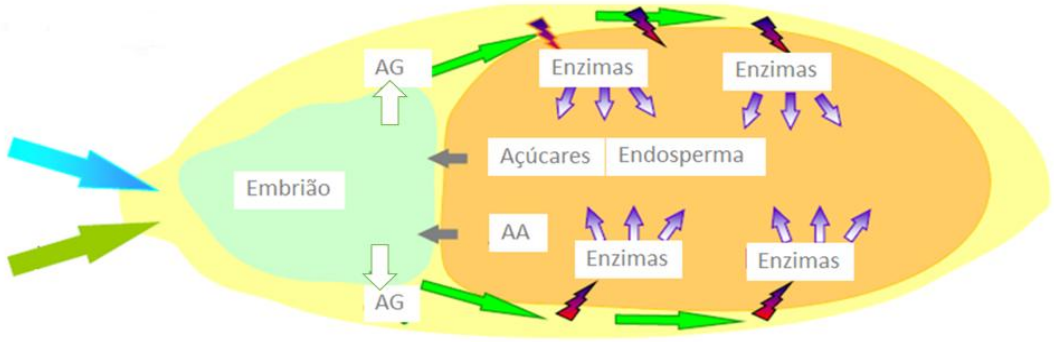
O pH da água cervejeira influencia diretamente no pH da mosturação, assim como o incremento do malte à água, o qual gera uma redução. De maneira que, na mostura o pH ideal é de 5,2 a 5,6, e qualquer alteração no pH é realizada somente após a adição do malte (Choi *et al*., 2020; Palmer; Kamsnki, 2013).

O malte que é adicionado à água cervejeira é um cereal, sendo que o mais utilizado na fabricação de cervejas é a cevada (*Hordeum vulgare*), o qual deve ser maltado. Os grãos da cevada podem estar dispostos em duas ou seis fileiras com base na estrutura da espiga, sendo a primeira com grãos mais uniformes e maior

concentração de amido, enquanto a segunda comporta maior quantidade de proteína (Nohel, 2016).

Malte é um grão de cereal que foi molhado, germinado de maneira controlada e seco conforme o produto desejado. Na germinação acontece a liberação de hormônios vegetais, as giberelinas (AG), facilitada pela incorporação de água durante o molhamento. As AG auxiliam na ativação e síntese de enzimas, as quais estimulam a degradação do amido do cereal, com o intuito de fornecer energia ao seu embrião, conforme mostrado na Figura 3 (Kandic *et al*., 2019).

Figura 3 - Esquema da liberação de giberelina até a formação energética para o embrião



Fonte: Nohel (2016).

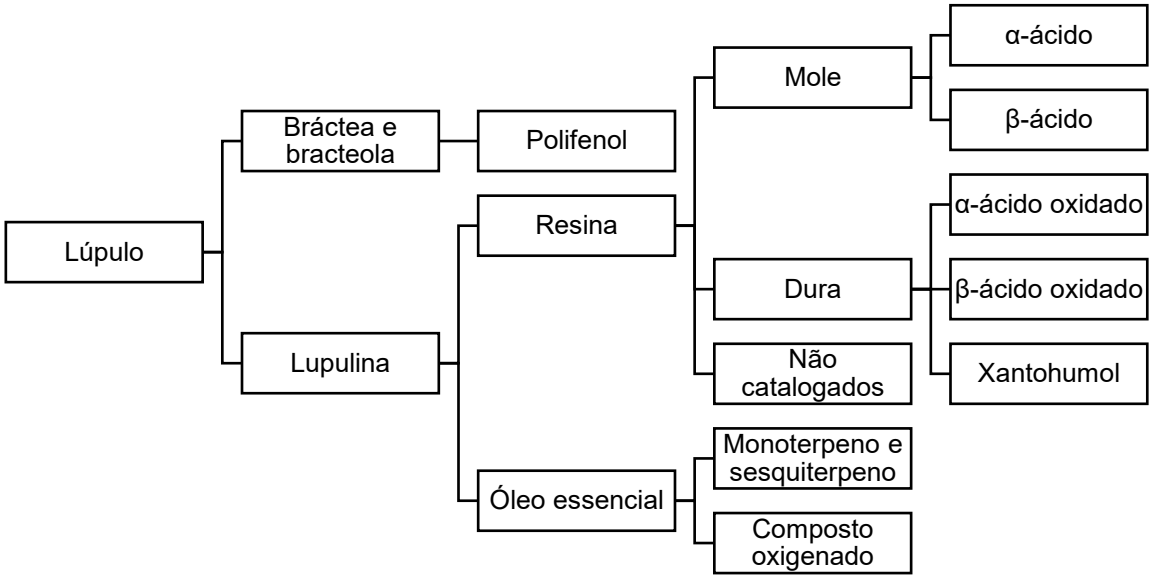
Assim, a produção de malte se dá com a atividade das enzimas citolíticas, proteolíticas e amilolíticas, respectivamente. A degradação da parede celular do endosperma acontece com a atuação de enzimas citolíticas (β-glucanases), com a ativação da endo-β-1,4-glucanase e a formação da endo-β-1,3-glucanase. Na degradação das proteínas tem a formação de peptídeos e aminoácidos, pela atuação das endopeptidases e exopeptidases, sobretudo a promoção do acesso das amilases ao seu substrato, o amido. Durante a degradação do amido acontece, principalmente, a ativação (β-amilase) e síntese (α-amilase) de enzimas, uma vez que se deseja um malte com alto teor de amido. Essas reações são imprescindíveis no processo cervejeiro para a degradação do amido e proteína, em açúcares fermentescíveis e proteína de baixa massa molar (FAN), respectivamente (Punia, 2020).

Quando comparado o malte com o cereal *in natura*, o malte apresenta menor umidade, o seu endosperma encontra-se modificado e consequentemente mais friável, ainda, o grão maltado pode apresentar maior poder enzimático, determinado

pela etapa da secagem. Assim, é na etapa de secagem que diferentes maltes podem ser produzidos, conforme a umidade, tempo e temperatura do processo. De maneira que, o uso de temperatura mais elevada propicia um malte com cor e sabor mais intensos, em contrapartida menor a atividade enzimática (Rani; Bhardwaj, 2021).

O lúpulo (*Humulus lupulus*) é uma planta trepadeira, com interesse na inflorescência da planta feminina para o emprego em cervejaria. A inflorescência se compõe de bráctea, bractéola e lupulina (conforme mostrado na Figura 4), sendo este último componente qualificado por ser um pó granular de coloração amarela. A glândula de lupulina é o principal componente do lúpulo por conferir amargor e aroma à cerveja. O amargor advém da resina, especialmente a mole, através do α-ácido (humulona), enquanto o aroma se dá por intermédio dos óleos essenciais (Brendel; Hofmann; Granvogl, 2019; Raut *et al*., 2020).

Figura 4 - Componentes do lúpulo



Fonte: Durello (2019) (adaptado).

A diferenciação dos lúpulos se dá pela concentração de α-ácido e óleos essenciais, proporcionando mais de 100 variedades de lúpulos disponíveis mundialmente. Estes lúpulos são categorizados com o propósito de amargor e/ou aromático (Durello; Silva; Bogusz, 2019).

As maiores produções de lúpulos são atribuídas a países do hemisfério norte como a Alemanha e os Estados Unidos. Este fato se deve principalmente ao solo, a

alta exposição à luz e ao clima frio. Condições estas que, ainda, estão dificultando o cultivo de lúpulo no Brasil (Durello; Silva; Bogusz, 2019).

Quando o lúpulo é adicionado nos estágios iniciais da fervura do mosto cervejeiro, há um favorecimento da isomerização de α-ácidos, beneficiando a produção de iso-α-ácidos, contribuindo assim para o amargor final da cerveja. Este fato acontece devido às condições de temperatura de fervura (próximas de 100 ºC, conforme a pressão atmosférica) e ao tempo que propiciam a reação (60 a 90 min). Porém, esta reação acaba não sendo muito eficaz, visto que apenas 30% de α-ácidos são convertidos em iso-α-ácidos (Palmer, 2017).

Por sua vez, em adições de lúpulo no final de fervura ou no *whirlpool* existe uma maior contribuição no aroma da cerveja. As adições de lúpulo aromáticos também podem ser realizadas a frio, com a cerveja finalizando a fermentação e/ou maturação, por intermédio da técnica de *dry hopping*. Estas adições extras de lúpulo são tardias devido ao receio da volatilização dos óleos essenciais, visto que ocorre uma perda quase integral deste composto se adicionado no início da fervura (Hauser; Lafontaine; Shellhammer, 2019; Lafontaine; Shellhammer, 2019).

A levedura é adicionada na fermentação do mosto, com o intuito de transformar os açúcares fermentescíveis, principalmente maltose, em álcool e gás carbônico, e proporcionar para a cerveja aroma e sabor característico. As principais leveduras cervejeiras são do gênero *Saccharomyces*, dividido em duas famílias, as do tipo Ale e Lager, conforme apresentadas na Tabela 1 (Bonatto, 2021).

A levedura Ale é caracterizada principalmente por ser de alta fermentação, proporcionar dulçor residual devido a incapacidade de metabolizar a melibiose e metabolizar apenas um terço da rafinose, e ainda harmonizar à bebida um perfil sensorial remetendo ao esterificado e frutado. Enquanto a levedura Lager promove a baixa fermentação, possui a capacidade enzimática de metabolizar a rafinose e a melibiose, fornece um perfil sensorial de aromas neutros e levemente sulfuroso para a bebida (Stewart, 2016; Vidgren *et al*., 2010; Vidgren *et al*., 2011).

Tabela 1 - Propriedades das leveduras tipo Ale e Lager.

Família	Espécie	Temperatura de fermentação (ºC)	Tempo de fermentação (d)	Característica	Açúcar fermentescível
Ale	*S. cerevisiae*	18 a 25	3 a 5	Acumulam inicialmente na superfície do tanque	1/3 da rafinose
Lager	*S. pastorianus*	7 a 15	10	Sedimentam no fundo do tanque	Melibiose e rafinose

1.2 CERVEJA MATURADA (CERVEJA ENVELHECIDA)

Diferentes fatores podem alterar a qualidade de uma cerveja maturada, uma vez que há uma complexidade de fenômenos durante o processo. O processo de envelhecimento pode acontecer de forma intencional ou não, envolvendo especialmente a etapa da maturação e a bebida já envasada, respectivamente. De tal maneira que, o envelhecimento intencional acaba proporcionando à bebida um agregado de aromas e sabores favoráveis, enquanto no envelhecimento não intencional a bebida fica prejudicada, com *off-flavours* (Vanderhargen *et al*., 2006).

Portanto, diversas reações acontecem durante o período que a cerveja está sendo intencionalmente maturada, em barril de madeira. Estas reações são determinadas pela concentração do substrato presentes na bebida e das condições de armazenamento, podendo ser explicado conforme a estabilidade da cerveja (Aguiar; Pereira; Marques, 2022; Ferreira; Carvalho; Guido, 2023).

A estabilidade de uma cerveja pode ser classificada em coloidal, microbiológica e sensorial. A estabilidade coloidal se refere à turbidez, considerada como temporária ou permanente, a turbidez temporária (*chill haze*) é formada por ligações fracas (ponte de hidrogênio) entre o complexo proteína-polifenol e começa a se desenvolver à baixa temperatura (próximo de 0 ºC), porém, ao aumentar essa temperatura, a turbidez desaparece. Já, a turbidez permanente, admite que a cerveja continue turva mesmo em temperatura de 20 ºC, uma vez que há formação do complexo por meio de ligações fortes (ligação covalente), impactando no aspecto visual do produto. A estabilidade microbiológica faz referência aos microrganismos presentes na bebida, envolvendo bactérias ou até mesmo leveduras selvagens, podendo alterar a qualidade do produto. E, a estabilidade sensorial engloba as alterações físico-químicas que interferem no aroma e sabor da bebida (Aguiar; Pereira; Marques, 2022; Yang *et al*., 2020).

Ainda, a estabilidade sensorial é influenciada pela luz, oxidação e temperatura. A luz em um comprimento de onda de 350 a 500 nm degrada os iso-α-ácidos, e forma o composto químico 3-metil-2-buteno-1-tiol, o qual transmite um aroma de gambá a cerveja, conhecido como *lightstruck* (Durello; Silva; Bogus, 2019).

O oxigênio em sua fórmula molecular (O_2) é estável e pouco reativo com moléculas orgânicas, porém espécies reativas derivadas do oxigênio são facilmente oxidantes, como o ânion superperóxido (O_2^-) o qual é formado na presença de íons metálicos, geralmente Cobre (Cu^+) e Ferro (Fe^{2+}). Além desta, podem ser formados na cerveja o ânion peróxido (O_2^{2-}), o peróxido de hidrogênio (H_2O_2), o radical hidroxila (HO) e o radical peridroxil (HO_2). Estas espécies reativas derivadas do oxigênio também reagem com moléculas orgânicas da cerveja como álcoois, aldeídos, iso-α-ácido e polifenóis, provocando alterações sensoriais na cerveja. Mas, a principal reação de oxidação age especialmente nos ácidos graxos insaturados, formando o (E)-2-Nonenal, proporcionando à cerveja um aroma e sabor de papelão (Gabriel *et al*., 2022; Oozeki *et al*., 2017). Essa oxidação pode ocorrer em duas vias, a auto-oxidação ou a oxidação enzimática (Filipowska *et al*., 2021).

Sendo que a oxidação enzimática age na mostura por intermédio das enzimas lipase e lipoxigenase. Enquanto a auto-oxidação acontece durante a fervura, através dos radicais livres que se ligam as ligações dos ácidos oleicos, linoleico e linolênico (Filipowska *et al*., 2021).

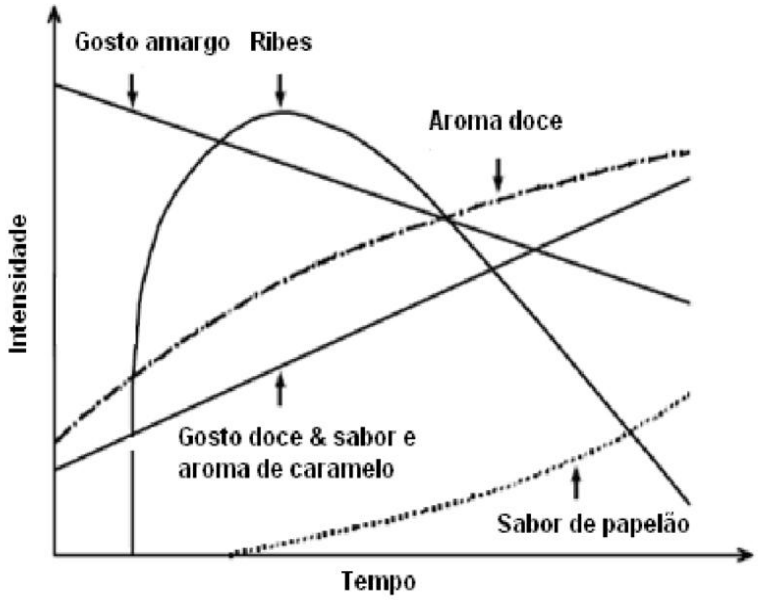
Ainda, a temperatura impacta durante diferentes etapas do processo. Na fervura, a temperatura elevada, propicia a formação de melanoidinas e aldeídos *Strecker*, enquanto na pasteurização ou armazenamento da bebida pode agir como um catalisador. A partir das reações provocadas devido a temperatura, compostos aromáticos podem ser formados, como 5-hidroximetil-furfural (HMF), furfural e furaneol. Compostos estes derivados da reação de *Maillard*, assim, com a reação entre um açúcar redutor e um aminoácido há a formação de uma base *Schiff* intermediária, esta base sofre um rearranjo de Amadori, que por sua vez produz o 1-amino - 1-desoxi - 2-cetose (cetosamina), e por fim, esta cetosamina pode sofrer uma clivagem e formar os compostos citados. Além disso, o HMF também pode ter origem da reação de caramelização, reação esta que promove a decomposição termoquímica de açúcares redutores (Gernat; Brouwer; Ottens, 2019, Langner; Rzeski, 2011).

Assim, as velocidades das reações variam em diferentes temperaturas de armazenamento. Em altas temperaturas há um desenvolvimento acelerado de aromas

e sabores na cerveja, além de permitir a evaporação do líquido. Enquanto, em baixas temperaturas podem ter reações mais lentas ou ainda cessadas. Portanto, para a formação de aromas e sabores desejáveis é necessário um equilíbrio térmico (Cantwell; Bouckaert, 2016).

Dalgliesh (1977) estudou as alterações sensoriais durante o processo de maturação, conforme mostrado na Figura 5, porém não se aplica a todas as cervejas. Uma redução linear é verificada para o amargor do lúpulo, explicado pelo incremento do gosto doce do malte, além de caramelo e *toffee*. Assim, percebe-se também um aumento no aroma doce. Observa-se ainda um aumento e, após um período, uma redução do composto *ribes*, o qual proporciona característica de groselha preta. Ainda, a percepção do sabor de papelão ((E)-2-Nonenal) se dá a partir da redução do *ribes*.

Figura 5 - Alterações sensoriais de uma cerveja durante o envelhecimento



Fonte: Dalgliesh (1977).

Sendo o sabor de papelão um delimitador de maturação para cervejas do tipo Lager, uma vez que se caracteriza por ser um envelhecimento não intencional. Portanto, fatores como a luz, a oxidação e a temperatura de armazenamento devem ser controladas porque influenciam nas reações químicas (Liégeois *et al*., 2002; Mutz; Rosario; Conte-Junior, 2020).

A utilização do barril de madeira para o envelhecimento intencional de bebidas alcoólicas existe há milênios. Porém, inicialmente o receptáculo era utilizado como

meio de transporte, por isso recebia um revestimento para não transferir os compostos químicos da madeira para a bebida. Apenas com o passar do tempo foi percebido a evolução da qualidade da bebida em contato com a madeira, e esta prática segue sendo utilizada para evoluir o perfil sensorial de bebidas destiladas ou fermentadas (Canas *et al*., 2016).

De forma que, a madeira e a bebida interagem por diferentes reações, por intermédio da extração de compostos fenólicos e compostos voláteis, e da degradação da lignina. As cervejas maturadas, em barril de madeira, também sofrem oxidação, devido ao processo natural de micro-oxigenação, promovido pela porosidade do material (Hernández-Orte *et al*., 2014).

A composição da madeira é basicamente constituída por celulose, hemicelulose e lignina. Sendo que a celulose não apresenta efeito direto na bebida, enquanto a degradação da hemicelulose é responsável pela formação de furfural e HMF, estes compostos proporcionam sabores de amêndoa, caramelo, pão, ou tostado às bebidas. Assim, a hemicelulose quando sofre o tratamento térmico é hidrolisada em açúcares como arabinose, galactose, glicose, manose e xilose. E, a lignina é geradora de coniferaldeído, eugenol, guaiacol, seringaldeído, sinapaldeído e vanilina (Canas, 2017; Martínez-Gil *et al*., 2011).

O processo de fabricação dos barris, assim como a espécie de madeira utilizada interferem nas características da bebida. Em suma, o barril passa por sete etapas: a seleção e corte das madeiras, formação de aduelas, usinagem, curvamento, tosta (leve, moderada ou alta), fechamento, acabamento e testes (Parra, 2022). Sobretudo, a intensidade da tosta é determinante para a característica sensorial que será transmitida à bebida, de maneira que, as madeiras tostadas, proporcionam maior concentração de compostos fenólicos às bebidas, quando comparada com a utilização de madeira não tostada (Picard *et al*., 2021). De modo genérico, o nível de tosta do carvalho é descrito por três pontos, como exibido na Tabela 2.

Tabela 2 - Intensidade de tosta sobre as aduelas de carvalho.

Nível de tostagem	Tempo de tosta (min)	Temperatura (ºC)	Propriedades aromáticas
Tosta leve	5	120 a 180	Baunilha e coco
Tosta moderada	10 a 15	200	Baunilha e café
Tosta alta	15 a 20	225	Chocolate, defumado e especiarias

Fonte: Bortoletto; Alcarde (2015).

Comumente a cerveja que passa pelo processo de maturação, entra em contato com a madeira de carvalho, americano (*Quercus alba*) ou francês (*Quercus petraea*), porém seu elevado custo, devido a importação, tem inviabilizado o seu uso no Brasil. Devido a diversidade da flora, estudos vêm sendo realizados a fim de testar outras espécies florestais, incluindo as nacionais. As madeiras brasileiras estão distribuídas em diferentes espécies, proporcionando diversos aromas e sabores às bebidas. Além de serem mais viáveis economicamente e contribuir para a valorização de um produto nacional (Bortoletto; Silvello; Alcarde, 2021).

No Brasil, em especial na Amazônia, existem cerca de 3248 espécies de árvores catalogadas, considerada a maior riqueza em perfil sensorial de madeira mundialmente. A amburana (*Amburana cearenses*), de origem nativa brasileira, tem sido utilizada para a confecção de barril, de tal maneira a apresentar similaridades ao carvalho (Pareyn *et al*., 2018).

Essa espécie de madeira contribui para cor dourada ou âmbar cristalino em barris de pequenos volumes, cerca de 200 litros, após um ano. Para barris maiores há contribuição de uma coloração amarelo-pálido. Aromas e sabores de baunilha, canela e cravo são influenciados conforme o tratamento recebido pelo barril de madeira, o tempo de maturação, e o volume do barril (Leão, 2006).

Já a utilização do carvalho francês (*Quercus petraea*) pode ser considerada comum na prática de maturação, por entregar uma coloração que vai de amarelo-pálido ao mogno, com aromas sutis, remetendo a um adocicado e amêndoa, proporcionando adstringência e textura (Barbosa *et al*., 2022). Conferindo a bebida substâncias como aldeídos fenólicos, cetonas e furanos (Gombau *et al*., 2022).

Os extrativos são compostos químicos presentes na madeira, geralmente formados a partir de ácidos/álcoois (ésteres), açúcares, fenóis (taninos) e terpenos, que entregam aromas e sabores agradáveis às bebidas (Castro *et al*., 2020; Santiago *et al*., 2016).

Santiago e colaboradores (2014) compararam o desenvolvimento de compostos fenólicos de cachaça maturada em barril de amburana e de carvalho, e verificaram que houve evolução desses compostos para ambas as madeiras utilizadas. Para o barril de amburana os principais compostos foram: ácido gálico, ácido sinápico, ácido vanílico e siringaldeído, enquanto para o carvalho verificaram: ácido gálico, ácido siríngico e siringaldeído. Bortoletto (2016) também estudou a cachaça, e verificou compostos fenólicos similares, para a amburana os principais

congêneres de maturação foram os ácidos sinapaldeído e vanílico, enquanto o carvalho apresentou teores de ácido gálico, ácido siríngico, coniferaldeído, siringaldeído e vanilina.

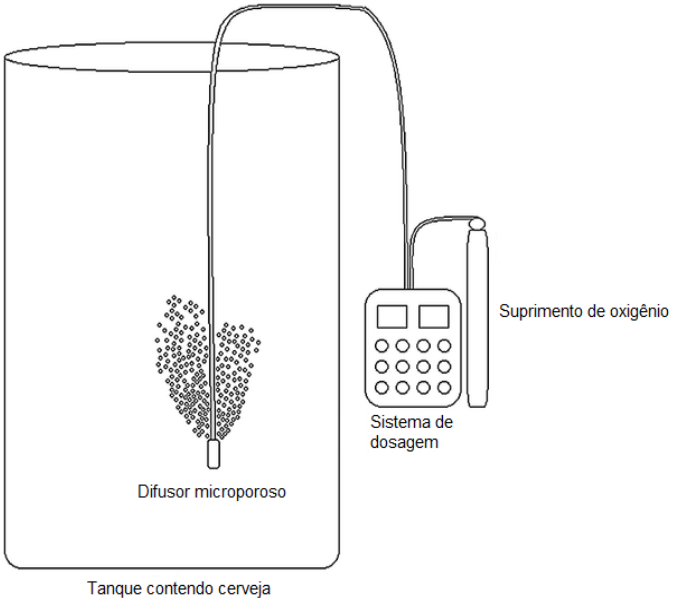
1.3 TÉCNICAS ALTERNATIVAS PARA A MATURAÇÃO

1.3.1 Micro-Oxigenação

A micro-oxigenação se caracteriza como uma técnica de incorporação de oxigênio, em bebidas, com quantidade controlada, e com tamanho de bolha em escala micrométrica. A intenção do processo é simular as condições de porosidade dos barris de madeira, a fim de proporcionar uma bebida com melhor aroma, cor e textura, mesmo em maturação realizada em grandes tanques de aço inoxidável (Jiménez-Sánchez *et al*., 2022; Oberholster *et al*., 2015). Uma vez que, a maturação da cerveja em barril de madeira é tradicionalmente realizada em pequenas cervejarias, pela demanda de grandes áreas de armazenamento, em decorrência do volume e da quantidade de barril de madeira (*Beer Judges Certification Program*, 2022).

Um equipamento específico é fundamental para que o processo de micro-oxigenação seja realizado, conhecido como micro-oxigenador. O procedimento inclui um suprimento de oxigênio, um sistema de dosagem e um difusor microporoso, conforme a Figura 6. De tal modo que, um volume conhecido de oxigênio é transferido para o difusor, e este é disperso na bebida. As condições ideais do processo ocorrem em temperaturas entre 14 e 24 ºC. Assim, as bolhas percorrem para a superfície, de modo a dissolver em toda a bebida (Gómez-Plaza; Cano-López, 2011).

Figura 6 - Esquema de um micro-oxigenador



Fonte: Anli; Cavuldak (2013) (adaptado).

O procedimento de incorporação de oxigênio na bebida deve ser cauteloso. Uma vez que, dosagem excessiva de oxigênio gera um acúmulo de acetaldeído e oxigênio, propiciando em demasia a oxidação de compostos aromáticos, alteração na coloração da bebida e formação de precipitados. Enquanto que, baixa concentração de oxigênio na maturação em contato com a madeira, do vinho, há chances do crescimento de *Brettanomyces* spp. Assim, a dosagem varia conforme a bebida, ou seja, para uma bebida mais estruturada a demanda é por mais oxigênio. A etapa em que o oxigênio é adicionado também influencia, ou seja, quando a dosagem é realizada na maturação, a taxa média total tende a variar de 10 a 30 mg/L (Canas *et al*., 2020; Catània *et al*., 2021; Jimérez-Sánchez *et al*., 2022).

Essa técnica tem sido mais utilizada para vinho, por auxiliarem na viabilidade e vitalidade da levedura, realçar a coloração, favorecer as propriedades sensoriais complexas da bebida e reduzir os *off-flavors* (Gómez-Plaza; Cano-López, 2011; Han *et al*., 2017). Catania e colaboradores (2021) verificaram o impacto da adição do oxigênio da maturação, e que dosagem mais alta (9 mg/L/mês) teve maior relevância na coloração do vinho quando comparado a uma dosagem inferior (4,5 mg/L/mês).

A pesquisa de Jimérez-Sánchez e colaboradores (2022) destacou a alta extração de componentes fenólicos e voláteis da madeira de carvalho. Isso ocorreu, possivelmente de acordo com as propriedades do vinho tinto *Tempranillo*, como o alto teor alcoólico e ao baixo pH, e favorecida pela técnica de micro-oxigenação.

No entanto, a utilização da micro-oxigenação isoladamente não proporciona todos os atributos que um barril de madeira. A transferência de compostos químicos pode ser influenciada, de modo que, técnicas complementares, como a utilização de fragmentos de madeira, podem ser benquistas. Mesmo em tanques de aço inoxidável, essas duas técnicas alternativas de maturação em conjunto, podem simular o uso do barril de madeira (Canas *et al*., 2022; Granja-Soares *et al*., 2020; Oliveira-Alves *et al*., 2021; Rubo-Bretón; Gard-Cerdane; Martínez, 2018).

1.3.2 *Chips* de Madeira

Como alternativa para a maturação de bebidas, no lugar de barril de madeira, o uso de fragmentos de madeira, de pequenos tamanhos, vem ganhando destaque. Por serem economicamente mais viáveis, propiciarem uma extração dos compostos da madeira para a bebida, decorrente do aumento da área de contato da bebida com a madeira por meio de infusão e, assim conferindo melhores propriedades sensoriais a mesma (Ma *et al.,* 2022).

O uso de fragmentos de madeira apresenta a tendência em reduzir o tempo de contato com a bebida, quando comparado ao uso do barril. Além de contribuir com a conservação ambiental, por se tratar de um material residual da fabricação de barril ou de barril de descarte (Alencar *et al*., 2019; Dumitriu *et al*., 2016; Gallo *et al*., 2021; Pérez-Magarino *et al*., 2009).

A aceitação do uso de fragmentos de madeira aconteceu em 2006, pela União Europeia, por intermédio do regulamento (CE) nº 1507/2006 de 11 de outubro de 2006, após pesquisas realizadas durante anos, as quais apresentaram resultados positivos no emprego de bebidas fermentadas. A autorização da utilização deste material se deu com a condição da clareza na rotulagem, a fim de evitar qualquer fraude ao consumidor, uma vez que é de difícil percepção se a bebida foi produzida em método tradicional de maturação em barril ou com tecnologia alternativa utilizando fragmentos de madeira.

Esses fragmentos de madeira podem proporcionar diferentes características para a bebida, variando conforme a origem geográfica da madeira, tosta e o tamanho da peça. As peças de madeira podem ser apresentadas como aduelas, *chips*, cubos, grãos e pó (Martínez-Gil *et al*., 2020). Rodríguez-Solana e colaboradores (2016) verificaram que o tamanho do fragmento de madeira influencia na bebida, e

concluíram que o menor tamanho de fragmento proporcionou maior concentração de compostos fenólicos no destilado de bagaço de uva.

1.3.3 Ultrassom

O ultrassom tem sido utilizado como uma tecnologia alternativa para acelerar a maturação de bebidas, especialmente o vinho. Ultrassom é uma onda sonora com frequência superior à percepção humana (20 kHz), relacionada ao efeito da cavitação que provoca a formação de ondas longitudinais em meios fluidos (Soria; Villamiel, 2010). Assim, a utilização desta técnica resulta na formação de microbolhas no interior do produto, de forma a colapsar e promover um aumento na pressão e temperatura, favorecendo as reações químicas associadas à maturação da bebida (Jiménez-Sánchez *et al*., 2022).

Os ultrassons podem ser divididos conforme duas faixas de frequência, em baixa frequência (20 kHz – 1MHz) e alta frequência (>1 MHz). Os sistemas de ultrassons de baixa frequência apresentam alta potência e alta intensidade (10 – 1000 W/cm^2), enquanto sistemas de alta frequência têm baixa potência e baixa intensidade (< 1 W/cm^2). Em baixas concentrações de intensidade a cavitação fica dificultada, diferente de sistemas com alta intensidade que a cavitação modifica reações físico-químicas do material (Ojha *et al*., 2017).

De tal modo que, diferentes fatores podem influenciar durante a técnica de ultrassom, como as condições ambientais (pressão, temperatura), o sistema de ultrassom (amplitude, frequência, potência), o solvente (concentração), a matriz da amostra (composição, estrutura), a relação sólido/líquido (sendo o sólido a amostra e, o líquido o solvente) e o tempo do processo (Linares; Rojas, 2022).

Existem duas principais técnicas laboratoriais para a operação do ultrassom, o banho ultrassônico e a sonda ultrassônica. O banho ultrassônico é empregado para desgaseificar soluções e para a dispersão sólida em solvente, enquanto a sonda ultrassônica é mais potente, explicada conforme a intensidade ultrassônica em uma menor superfície. Kruger *et al*. (2022) verificaram que os *chips* de madeira previamente tratados por dispositivo ultrassônico são mais eficazes para a aceleração da maturação para licor de maçã, confirmando que o tratamento é mais potente. As ondas ultrassônicas rompem as paredes celulares vegetais da madeira, de modo a liberar compostos orgânicos via cavitação, intensificando a extração de compostos

vegetais. Atingindo, assim, as características sensoriais desejadas de um barril de madeira com um pico de qualidade sensorial mais rapidamente (Chemat *et al*., 2017; Picó, 2013).

Como descrito por Jiménez-Sanchez *et al*. (2020), o uso de *chips* de madeira e tratamento de ultrassom, via sonda, proporcionaram para o vinagre de Jerez, em quatro dias, as mesmas características de um vinagre maturado tradicionalmente em barril de madeira, que permaneceu durante seis meses.

O processo de ultrassom favorece o processo de oxidação, devido à presença de radicais livres formados pela sonólise, e consequentemente na complexidade de aroma e sabor da bebida maturada através dos compostos fenólicos e voláteis (Delgado-González *et al*., 2017). Todavia, há estudo que indica que o ultrassom não afeta os compostos voláteis, alterando apenas, a concentração de compostos fenólicos (Del Fresno *et al*., 2019).

Portanto, tecnologias alternativas estão sendo estudadas com o mesmo propósito de acelerar a maturação de uma bebida, conforme apresentado no Quadro 1. Ainda, novos estudos são necessários, uma vez que faltam informações sobre a aplicação de técnicas de maturação em bebidas como a cerveja (Kruger *et al*., 2022).

Quadro 1 - Pesquisas com diferentes técnicas de aceleramento da maturação de bebidas (continua)

Bebida	**Parâmetro**	**Objetivo**	**Resultados**	**Referência**
Licor de maçã	*Chips* com tratamento com ultrassom (banho ultrassônico com 100 W de potência e 45 kHz de frequência; dispositivo ultrassônico com 750 W de potência e 20 kHz)	Definir uma técnica de aceleração de maturação da bebida com auxílio da técnica de ultrassom	O pré-tratamento dos *chips* de madeira com o ultrassom apresentou resultados favoráveis, extraindo compostos fenólicos mais intensamente e, com boa aceitação sensorial	Kruger *et al*., 2022
Vinho branco	MOX (4 – 5 mg/L/mês)	Avaliar o efeito da MOX quando dosado na etapa de maturação da bebida	O vinho micro-oxigenado apresenta maior teor de compostos aromáticos, principalmente ésteres. O mesmo composto foi percebido na análise sensorial	Prusora; Baron, 2018
Vinho (*Cabernet Sauvignon*)	MOX (1,04, 2,35 e 3,65 mg/L/ano)	Compreender o efeito do acetaldeído durante o processo de MOX	A maior concentração de acetaldeído é indicativo de aceleração na maturação, e propicia aumento na concentração de compostos fenólicos	Han; Webb; Waterhouse, 2019
Vinho (*Cabernet Sauvignon*)	Ultrassom (potência de 950 W, frequência de 20 kHz, com acompanhamento por 70 dias)	Avaliar o efeito da irradiação por ultrassom durante o armazenamento do vinho em garrafa	O tratamento ultrassônico apresentou evolução semelhante, na cor e nos compostos fenólicos, quando comparado ao vinho sem tratamento. Ainda, o ultrassom acelerou a evolução dessas propriedades	Zhang; Wang, 2017
Vinho tinto	MOX (2, 4 e 6 mL/L/mês) e *chips* (2,53; 4,55 e 6,57 g/L)	Analisar os efeitos no processo de maturação acelerado, e a evolução do perfil volátil da bebida	O perfil volátil de vinhos tintos no processo de maturação acelerado é relacionado a diferentes fatores, como concentração de oxigênio, quantidade de *chips*, origem da madeira e grau de tosta	Pizarro *et al*., 2014

Quadro 1 - Pesquisas com diferentes técnicas de aceleramento da maturação de bebidas (conclusão)

Vinho tinto (Tempranillo)	MOX (4 mL/L por 4 meses) e *chips* (4 g/L) ou aduelas (0,4 m^2/hL	Estudar o impacto de maturação acelerada com *chips* de madeira, com e sem tratamento de micro-oxigenação	A utilização de fragmentos de madeira se mostrou eficaz para reduzir o período de maturação, de forma a propiciar compostos voláteis e fenólicos em 2 meses	Rubio-Bretón *et al*., 2018
Vinho tinto (Tempranillo)	MOX (20 mL de O_2/L/mês), *chips* (5 g/L) e ultrassom (potência de 1 KW, frequência de 28 kHz, com acompanhamento por 31 dias)	Verificar a utilização do ultrassom como técnica de aceleração da maturação. Além de boas propriedades organolépticas da bebida, através de análises de compostos fenólicos e voláteis e, análise sensorial	Notou-se que aplicação do ultrassom atrapalhou a extração de compostos voláteis e de polifenóis da madeira, assim como a qualidade sensorial foi prejudicada	Jiménez-Sánchez *et al*., 2022
Vinagre de xerez	MOX (60 mL de O_2/L/mês), *chips* (5 g/L) e ultrassom (potência de 1 KW, frequência de 28 kHz, com acompanhamento por 21 dias)	Avaliar o sistema de maturação acelerado utilizando três espécies de madeira	A aplicação conjunta das técnicas reduziu o tempo de maturação de 2 a 6 meses, para 4 a 21 dias	Jiménez-Sánchez *et al*., 2020

1.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A cerveja maturada em contato com a madeira vem ganhando destaque por apreciadores de bebidas com alto valor agregado. A interação desta bebida com a madeira contribui em alterações na composição físico-química e sensorial da cerveja.

A maturação em barril de madeira ainda é a opção mais utilizada e admirada pelos consumidores mais exigentes. Todavia, por causa de custo e de logística que acompanham a acomodação dos barris de madeira em uma cervejaria, muitos cervejeiros optam por adicionar fragmentos de madeira (*chips*) em seus tanques de fermentação em aço inoxidável.

De tal modo que, pesquisar os pontos positivos e negativos dessa nova tecnologia alternativa, de fragmentos de madeira tratados ou não por dispositivo ultrassônico, juntamente com técnicas como a micro-oxigenação, são fundamentais para o desenvolvimento de novos protocolos e da melhoria de vários tipos de cervejas existentes.

CAPÍTULO 2 - AVALIAÇÃO DA MATURAÇÃO DA CERVEJA *BARLEYWINE* EM BARRIS DE AMBURANA E CARVALHO FRANCÊS

RESUMO

A busca por produtos diferenciados fez com que o mercado de cervejas maturadas em madeira aumentasse. A madeira mais utilizada neste processo é o carvalho, por proporcionar uma qualidade indiscutível às bebidas, porém o alto custo está inviabilizando o seu uso. Determinadas espécies nacionais estão se destacando neste mercado, como a amburana, favorecida pela sua fácil aquisição no Brasil e, ainda, por proporcionar uma diversidade de compostos aromáticos à bebida. O grau alcoólico é o principal atributo para uma cerveja ser maturada em barril de madeira, para isto altas concentrações de açúcares fermentescíveis precisam ser formadas durante a mostura. E, a execução da Rampa de *Schmitz* favorece a liberação do amido do malte não solubilizado, por meio da ação térmica. Assim, o objetivo deste capítulo foi comparar a produção de uma cerveja do estilo *Barleywine* diferindo apenas a etapa de mostura, através das rampas de infusão e de *Schmitz*, e avaliar a influência das madeiras utilizadas nos barris, amburana (*Amburana cearenses*) e carvalho francês (*Quercus petraea*), na maturação desta cerveja. As rampas de mosturas foram comparadas quanto ao tempo de drenagem total, extrato original e rendimento. A evolução da maturação incluiu análises físico-químicas ao longo dos seis meses e, a avaliação sensorial abrangeu os atributos de aparência, aroma, paladar e sabor das bebidas desenvolvidas no final da maturação. A Rampa de *Schmitz* proporcionou uma maior quantidade de extrato original, com um aumento de 7,87% quando comparado a rampa de infusão, e um melhor rendimento na brasagem (77,38%), além de permitir uma redução de 40,31% no tempo de drenagem total. Assim, a técnica proporcionou uma produção mais ágil e produtiva. Na maturação da *Barleywine*, a origem da madeira influenciou na evolução dos compostos analisados ao longo dos seis meses. No geral, tanto para amburana quanto para o carvalho francês, houveram acréscimos nas análises de acidez total, amargor, cor, extrato aparente, fenóis totais, fenóis individuais e oxigênio dissolvido. Enquanto o grau alcoólico, pH e turbidez apresentaram decréscimos para as duas origens de madeira durante o processo de maturação. Apesar dos resultados serem semelhantes para as duas espécies de madeiras, a análise sensorial proporcionou características diferentes, sendo que a espécie nacional atribuiu um sabor adstringente em excesso à cerveja, assim, deve-se ter cuidado quanto ao tempo de maturação, portanto o indicado é maturar a *Barleywine* em barril de amburana de 50 L em até quatro meses. De tal maneira, a cerveja com as melhores características sensoriais foi maturada em carvalho francês, que é a madeira mais convencional nesse processo.

Palavras-chave: Amido remanescente. Extrato. Infusão. Madeira brasileira. Rampa de *Schmitz*. Sensorial.

2.1 INTRODUÇÃO

A cerveja *Barleywine* teve sua origem na Inglaterra, com a intenção de agradar aos paladares mais refinados que apreciavam um bom vinho do Porto, porém estavam sendo impedidos de consumir devido à guerra entre Inglaterra e França. A complexidade deste estilo de cerveja acontece devido a sua capacidade de maturação em contato com a madeira em período de até dez anos, apresenta elevado grau alcoólico, devendo atingir de 8 a 15%, e tem como atributo uma base maltada (Dawson, 2014).

Assim, a *Barleywine* demanda alta concentração de extrato original variando de 19 a 28 ºP, ou seja, há necessidade da elaboração de um mosto concentrado (*Beer Judge Certification Program*, 2022). Para isto, faz-se necessária uma grande adição de malte, com uma baixa relação de malte:água de 1:2,5 a 1:3,5, para cervejas leves esta proporção é maior e varia de 1:4 a 1:5. Logo, devido a quantidade de malte utilizada, a produção demanda mais tempo de brassagem, especialmente no que se refere a etapa de clarificação. Visto que, o mosto tende a ficar mais viscoso, dificultando a separação deste líquido com o bagaço do malte, sobrecarregando as bombas e tubulações que não suportam tal carga, devido a quantidade de carga de sólidos presente na área drenante (Puligundla *et al*., 2020).

A produção de cervejas com alto extrato original é desafiador para os cervejeiros, decorrente da sobrecarga de sólidos por metro quadrado de área drenante. Sobretudo, o uso de uma rampa clássica de infusão na etapa da mostura, pode resultar em baixos rendimentos, perda de extrato no bagaço, além da sobrecarga no equipamento (Dawson, 2014).

A Rampa de *Schmitz* foi descrita por um cervejeiro em 1844, e tem por intuito proporcionar melhores rendimentos, devido a liberação do amido não solubilizado contido nas cascas e nas pontas do malte, além de favorecer a fluidez do líquido por meio do aquecimento. Ou seja, promove-se o aquecimento do mosto, ainda na mostura, até à temperatura de fervura (100 ºC). Assim, a transferência desse mosto quente (acima de 90 ºC) para a tina de clarificação, torna a drenagem mais rápida (Schmitz, 1844).

Através do teste de iodo, ao final dessa mosturação, a presença de amido é confirmada, indicando maior extração de açúcares do malte. Porém, a presença de amido em solução, durante a etapa de fervura, causa problemas como alterações

sensoriais, riscos microbiológicos e turvação na cerveja. De tal modo que, a adição de uma enzima amilase, antes de iniciar a clarificação, faz-se necessária para hidrolisar o amido remanescente. A enzima em questão é um produto a base de α-amilase termoestável capaz de hidrolisar o amido nas ligações glicosídicas α-1,4, a qual reduz a viscosidade da solução. Desta maneira, esta enzima converte o amido em dextrinas solúveis e pequenas quantidades de glicose e maltose (Saarni *et al*., 2020; Yu *et al*., 2020).

Visto que, na maturação da bebida em barril de madeira, o álcool tende a extrair compostos desta madeira, os quais modificam o produto no decorrer do tempo. Este tempo de maturação, para a cerveja pode variar de meses a anos, conforme o resultado desejado. A intenção final deste processo é o equilíbrio do perfil sensorial, propiciando ao consumidor um produto complexo e sofisticado. De tal maneira que para a cerveja, normalmente, acontece uma mistura da cerveja maturada com uma cerveja mais jovem, para equilibrar especialmente a acidez (Bossaert *et al*., 2021).

Assim, durante a maturação, a madeira por ser permeável, permite trocas gasosas e de líquidos, através da entrada do oxigênio e, saída da água e do álcool, respectivamente. De modo que o processo tende a suavizar a sensação do álcool e acrescentar aromas e sabores à receita-base, os quais são dependentes da espécie de madeira escolhida (Carpena *et al*., 2020; Gollihue; Pook; Bolt, 2021).

A madeira mais reconhecida mundialmente é o carvalho, americano (*Quercus alba*) ou o francês (*Quercus petraea*), devido especialmente a boa porosidade a gases e a composição de extrativos. Porém, devido ao custo, especialmente de importação, o seu uso tem se tornado inviável.

O Brasil apresenta grande diversidade em espécies de madeiras, muitas já utilizadas em maturação de bebidas. As madeiras brasileiras proporcionam uma qualidade sensorial diferenciada, além de apresentarem um investimento mais atrativo. A amburana (*Amburana cearenses*) vem se destacando, especialmente para a cachaça. Bortoletto e Alcarde (2013) constataram uma semelhança na aguardente de cana de açúcar maturada em barril de amburana e de carvalho francês, quanto aos compostos fenólicos.

Santiago *et al.* (2014) avaliaram a cachaça maturada, em barril de amburana, sendo os compostos de ácido gálico, ácido sinápico, ácido vanílico e siringaldeído os principais congêneres de maturação, enquanto para o carvalho verificaram: ácido gálico, ácido siríngico e siringaldeído. Bortoletto (2016) estudou a cachaça em contato

com a amburana, sendo os principais congêneres de maturação os ácidos sinapaldeído e vanílico, enquanto para o carvalho, os teores ficaram por conta de ácido gálico, ácido siríngico, coniferaldeído, siringaldeído e vanilina.

Sendo assim, o objetivo deste capítulo foi produzir um mosto para elaboração da cerveja *Barleywine*, sob duas condições de mosturação, uma rampa de infusão e outra com a Rampa de *Schmitz*. E, avaliar a influência das madeiras utilizadas nos barris, amburana (*Amburana cearenses*) e carvalho francês (*Quercus petraea*), na maturação *Barleywine*, durante seis meses.

2.2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.2.1 Materiais

As produções da cerveja *Barleywine* foram realizadas na cervejaria experimental da Academie Ireks & Agrária (Guarapuava, PR). As matérias-primas para a produção da *Barleywine*, malte tipo Pilsen (Agrária, Guarapuava, PR), enzima *StarMax Beer Super* (Prozyn, São Paulo, SP) e lúpulo (*Hallertau Mandarina*, Alemanha), assim como os barris de madeira regenerada de amburana e carvalho francês (Alambique Santa Efigênia, Itaverava, MG), foram adquiridos por intermédio de parceria com a Cooperativa Agrária Malte (Guarapuava, PR). A levedura *Saccharomyces cerevisiae*: *Belgian Ale* (Bio – 4, Curitiba, PR) foi obtida da parceria com a empresa Bio 4 (Curitiba, PR). Todos os reagentes utilizados foram de grau analítico.

2.2.2 MÉTODOS

2.2.2.1 *Produção da Cerveja*

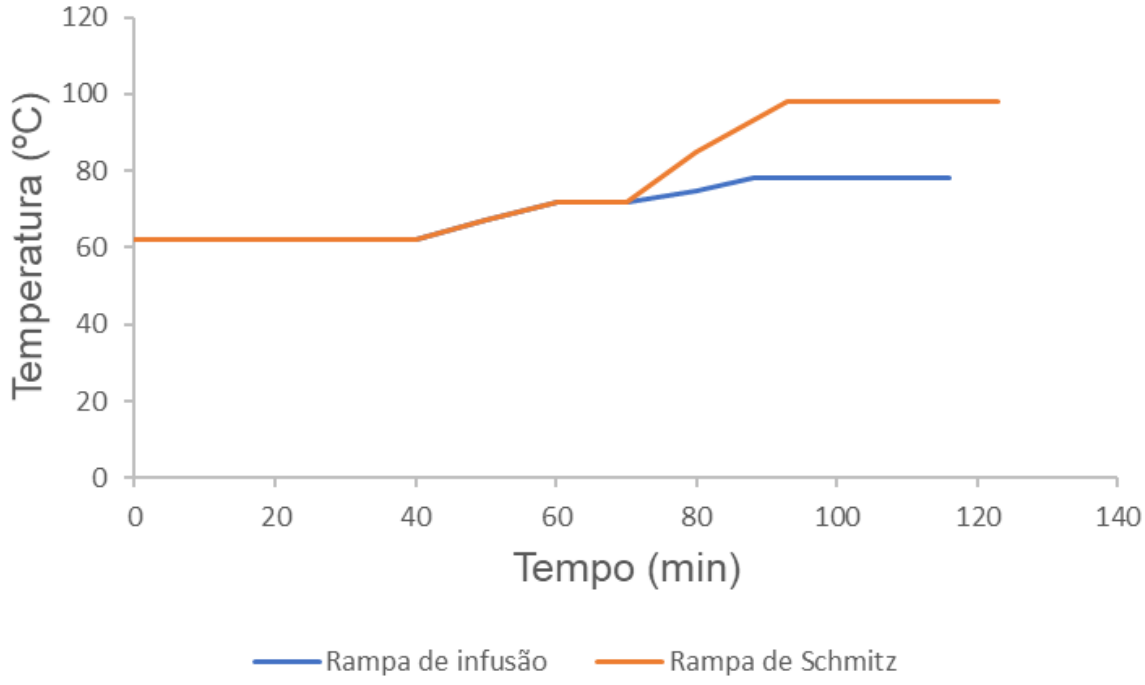
As elaborações do mosto foram conduzidas em uma sala de brassagem *Dual Block* (*Kaspar Schulz,* Bamberg, Baviera, Alemanha) com capacidade de apronte de 2,5 hL. Para as fabricações foram utilizados malte Pilsen (Agrária, Guarapuava, PR) com proporção de malte:água cervejeira de 3:1, assim, 80 Kg de malte foram moídos por dois pares de rolos (*Buhler*, Alzenau, Baviera, Alemanha) com distanciamento de

1,8 e 0,8 mm, respectivamente, e passaram para o processo de mosturação em 240 L de água. A diferença entre as produções se deu apenas na rampa de mosturação: rampa por infusão (Kunze, 2006) e rampa de *Schmitz* (Schmitz, 1844), conforme apresentada na Figura 7, foram realizadas três repetições para cada rampa de mosturação.

A rampa por infusão iniciou em temperatura de 62 ºC durante 40 min, após teve aumento de 1 ºC/min até atingir 72 ºC, permanecendo por 20 min. Por fim, teve outro aumento de 1 ºC/min, até atingir 78 ºC, mantendo-se nesta temperatura durante 40 min. O mosto seguiu para a clarificação e lavagem do bagaço, com água em temperatura de 90 ºC (Kunze, 2006).

A mosturação foi conduzida conforme a rampa de *Schmitz* (com adaptações): iniciando a 62 ºC durante 40 min, após teve aumento de temperatura de 1 ºC/min até atingir 72 ºC, permanecendo por 20 min. Por fim, teve um aumento de 2 ºC/min até 98 ºC, mantendo-se nessa temperatura durante 40 min. Ao final da mosturação, para hidrolisar o amido remanescente, adicionou-se 16 mL/hL da enzima α-amilase *StarMax Beer Super* (Prozyn, São Paulo, SP). O mosto seguiu para a clarificação e lavagem do bagaço, em temperatura de 90 ºC (Schmitz, 1844).

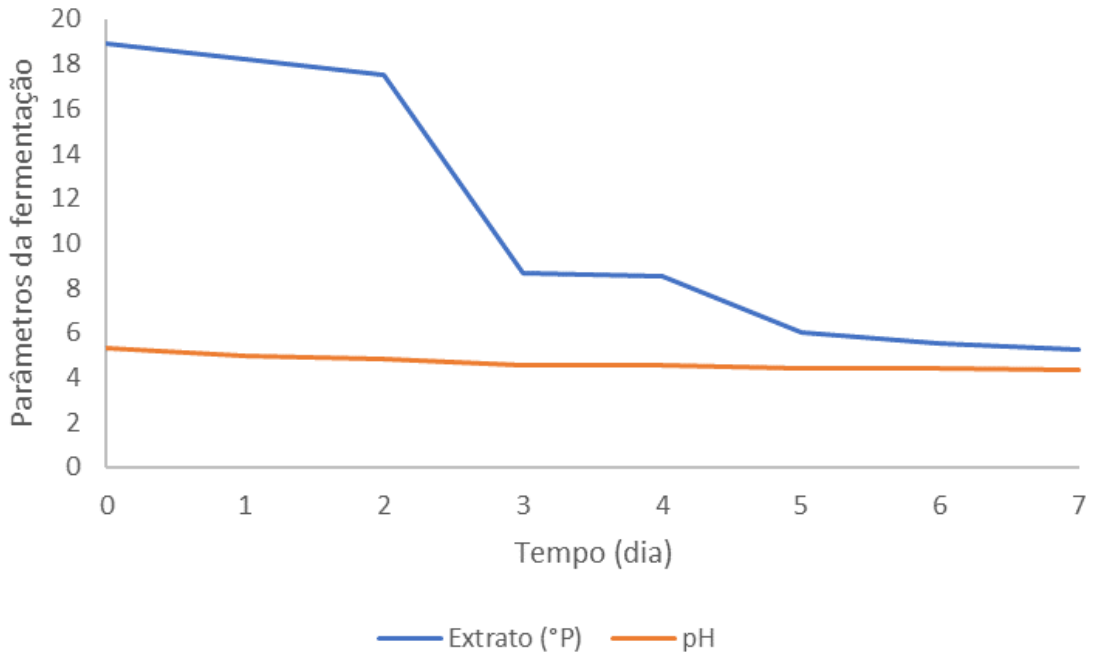
Figura 7 - Comparação entre a Rampa de *Schmitz* e a Rampa de Infusão.



Fonte: A autora.

Após isto, o líquido foi fervido durante 60 min, almejando um extrato original de 19 ºP. No início da fervura foi adicionado 360 g de lúpulo *Hallertau Mandarina* (8,0% de alfa ácido), com 30 min de fervura uma nova dosagem deste mesmo lúpulo (130 g), e a última dosagem (360 g) foi com 50 min de fervura. Em seguida, foi realizado o w*hirlpool*, acompanhado de um repouso de 20 min. O mosto foi resfriado até atingir a temperatura de 18 ºC para a realização do inóculo, com dissolução do oxigênio em linha de 7 mg/L (com auxílio de um regulador de vazão acoplado no cilindro de oxigênio puro), e então transferido para o tanque fermentador, de aço inox, de fundo cônico com capacidade útil de 2,5 hL (*Kaspar Schulz,* Bamberg, Baviera, Alemanha) e com sistema de frio programável (*Kaspar Schulz,* Bamberg, Baviera, Alemanha). A levedura líquida, *Belgian Ale* de concentração celular 1 x 10^9 cel/mL, foi inoculada diretamente no mosto presente no tanque fermentador em quantidade de 100 g/hL. A fermentação foi conduzida em rampa única de 18 ºC, com controle diário de extrato aparente (ºP), pH e temperatura real do tanque (ºC). O *trub* frio foi retirado após 24 h do enchimento do tanque (através de uma torneira situada na parte cônica do tanque fermentador). A fermentação foi interrompida após atingir o extrato final aparente desejado, 5,25 ºP, com 7 d (Figura 8).

Figura 8 - Controle dos parâmetros de fermentação da cerveja *Barleywine*



A cerveja, produzida pela mostura com Rampa de *Schmitz*, foi transferida para os barris de amburana e de carvalho francês, com volume de 50 L cada (todos com

headspace de 5%) e de torra moderada, em uma adega climatizada com ambiente com temperatura de 20 ºC ± 3 e umidade relativa de 78% ± 5, medidos mensalmente com auxílio de termo-higrômetro digital (modelo HTH-241, HIKARI, São Paulo, Brasil).

A cerveja pronta que não seguiu para a maturação em barril, descrita no trabalho como a cerveja no tempo 0 (zero), foi submetida às análises, assim como as cervejas que seguiram para os barris de madeira, que tiveram um acompanhamento durante um período de 6 meses. Uma amostragem de 2,5 L foi realizada mensalmente, por barril, para a realização das análises.

2.2.2.2 *Análise da Brassagem*

A análise da brassagem contou com a análise de tempo de drenagem total, extrato original e rendimento da brasagem. O tempo (min) de drenagem total da clarificação foi cronometrado, e o mesmo fez referência ao início do repouso de clarificação, a recirculação, ao extrato primário, até o final das lavagens do bagaço.

O extrato original (ºP), ao final da fervura, foi medido com auxílio de um sacarômetro com ajuste de temperatura.

O rendimento da brassagem foi calculado conforme a equação (Kunze, 2006) a seguir:

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{extrato original (ºP) x densidade (Kg/L) x volume (L) x 0,96}}{\text{carga de malte (Kg)}}$$

Sendo, o volume (L) referente ao mosto quente, que permanece depois da fervura, assim, 0,96 é o fator de correção para a contração do mosto para 20 ºC. A densidade pode ser calculada conforme o extrato original desejado, com correção para 20 ºC, conforme a equação (Kunze, 2006) a seguir:

Densidade (Kg/L) = 1 + (ºP x 0,004)

2.2.2.3 *Análise da Cerveja*

As análises realizadas no Laboratório Central da Cooperativa Agrária, amargor, cor (EBC) e turbidez, foram realizadas nos tempos 0, 3 e 6 meses de maturação; extrato e grau alcoólico foram analisados no início de final da maturação (tempos 0 e 6 meses). No laboratório de química do Curso Técnico Cervejeiro da Cooperativa

Agrária foi realizado mensalmente as análises de acidez total e pH. Na cervejaria experimental da Academie Ireks & Agrária: análise sensorial foi acompanhada mensalmente, porém com todos os julgadores foi ao final da maturação (sexto mês) e, oxigênio dissolvido foi analisado no primeiro e sexto mês. Na Universidade Estadual de Ponta Grossa: as análises de cor (CIE L*a*b*), fenóis totais e fenóis individuais foram realizadas mensalmente.

Análise de Acidez Total e pH

A acidez total (meq/L) foi determinada por titulação com NaOH 0,1M, com a utilização de 0,5 mL de fenolftaleína 1% como indicador ácido-base. Foram pipetados 10 mL de amostra em um frasco Erlenmeyer contendo 100 mL de água destilada. A titulação ocorreu até coloração rósea persistente (IAL, 2008).

O pH foi realizado com auxílio de um pHmetro digital (modelo DMPH-1 Digimed – Tecnal, São Paulo, Brasil). A temperatura da amostra (50 mL) foi corrigida para 20 ± 1 ºC antes da análise (ANALYTICA EBC 9.35 pH *of Beer*, 2004).

Análise de Amargor

A quantificação de iso-α-ácido ocorreu com a transferência de 5 mL de amostra em um tubo de centrífuga, seguida da adição de 0,5 mL de HCl 4M e 10 mL de iso-octano. Este tubo foi agitado, em uma mesa agitadora (modelo HS 501, IKA, Staufen, Alemanha), ajustada em 3,2 *g* durante 20 min, e centrifugado (centrífuga modelo *Thermo Scientific Sorvall Legend* X1, Thermo Fisher, Friburg, Alemanha) em rotação de 1509 *g* durante 3 min. E por fim, foi realizada a leitura em espectrofotômetro (modelo UV-Vis *Nanocolor*, MACHEREY-NAGEL, Düren, Alemanha) com absorbância em 275 nm (ANALYTICA EBC 9.8 *Bitterness of Beer* (IM), 2004).

Análise de Cor

Para a determinação da cor da cerveja em termos de EBC foi utilizado o espectrofotômetro com absorbância em 430 nm. Para isto a amostra foi passada por um filtro de membrana de nitrocelulose (0,22 µm) e passada pela leitura no espectrofotômetro (modelo UV-Vis *Nanocolor*, MACHEREY-NAGEL, Düren, Alemanha) (ANALYTICA EBC 9.6 *Colour of Beer: Spectrophotometric Method* (IM), 2000).

Para a determinação da cor da cerveja em termos da Comissão Internacional d'Eclairage (CIE), os resultados foram expressos pelas coordenadas do espaço de cores: L*, a* e b*. As amostras de cerveja foram analisadas em colorímetro digital (CM-5-ID, KONICA MINOLTA, Osaka, Japão).

O parâmetro L*, indica a luminosidade (branco = 100 e preto = 0), a* as coordenadas de verde (-a) a vermelho (+a) e, b* as coordenadas de azul (-b) a amarelo (+b). O parâmetro *Chroma* (C*), indicativo da intensidade de cor, foi calculado conforme a equação a seguir:

$$C^* = (a^2 + b^2)^{1/2}$$

O parâmetro ângulo *Hue* (h°), indicativo de tonalidade, foi calculado conforme as equações apresentadas a seguir:

$h^* = \tan^{-1}(b^*/a^*) + 180°$, quando $a^* < 0$;
$h^* = \tan^{-1}(b^*/a^*)$, quando $a^* > 0$

As diferenças totais de cor (ΔE*) entre as amostras testadas (após a maturação) e a amostra controle (sem tratamento) foram calculadas de acordo com a seguinte equação:

$$\Delta E^* = (\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2)^{1/2}$$

Análise de Dicetonas Vicinais

A análise de dicetonas vicinais contou com a destilação da amostra, 100 mL de amostra juntamente com 3 gotas de antiespumante dimetilpolisiloxano (*LowFoam*, Prozyn, São Paulo) foram adicionados em um balão de destilação, o qual foi acoplado no conjunto de destilação. Na saída do condensador foi colocado um tubo Falcon de 50 mL contendo 5 mL de água deionizada. A destilação ocorreu até a coleta de 25 mL de destilado.

Este destilado (10 mL) juntamente com uma solução de o-fenilenodiamina (500 µL) e HCl 4M (2 mL) ficaram em repouso durante 30 min, para então serem analisados por espectrofotômetro (modelo UV-Vis *Nanocolor*, MACHEREY-NAGEL, Düren,

Alemanha) com absorbância em 335 nm (ANALYTICA EBC 9.24.*1 Vicinal Diketones in Beer: Spectrophotometric Method*, 2000).

Análise do Grau Alcoólico e Extrato

A determinação do teor de álcool presente na amostra contou com uma destilação da cerveja. Assim, 50 g de amostra foram adicionados em um balão, adicionando 30 mL de água deionizada e 1 gota de antiespumante dimetilpolisiloxano (*LowFoam*, Prozyn, São Paulo). Na saída do condensador foi acoplado um béquer contendo 3 mL de água deionizada. Ao iniciar a destilação, 40 mL de solução foram coletados e homogeneizados com auxílio de um bastão. O balão foi resfriado, teve sua massa ajustada com a adição de água deionizada, e teve o extrato filtrado.

A análise seguiu para a verificação da densidade, em densímetro eletrônico de bancada (modelo DMA 4500M – Anton Paar, Graz, Áustria) deste extrato filtrado (amostra que estava contida no balão), e da densidade da cerveja (amostra) e densidade do destilado (amostra contida no béquer). Determinou-se por meio de cálculos os valores de álcool (v/v) (ANALYTICA EBC 9.2.1 *Alcohol in beer by distilation*, 2008), e dos extratos aparente, original e real (ANALYTICA EBC 9.4 *Original, Real and Apparent Extract and Original Gravity of Beer*, 2004), conforme as equações:

$$\text{Álcool \% (m/m)} = \frac{(517{,}4 \text{ x } \left(1 - \left(\frac{\text{B}}{0{,}9982}\right)\right) + \left(5084 \text{ X } (1 - \left(\frac{\text{B}}{0{,}9982}\right)^2\right) + \left(33503 \text{ X } (1 - \left(\frac{\text{B}}{0{,}9982}\right)^3\right)}{0{,}948}$$

$$\text{Álcool \% (v/v)} = \text{Álcool \% (m/m)} \text{ x } \left(\frac{\frac{\text{A}}{0{,}9982}}{0{,}791}\right)$$

$$\text{Extrato aparente} = -460{,}234 + \left(662{,}649 \text{ x } \left(\frac{\text{A}}{0{,}9982}\right)\right) - \left(202{,}414 \text{ X } \left(\frac{\text{A}}{0{,}9982}\right)^2\right)$$

$$\text{Extrato real} = -460{,}234 + \left(662{,}649 \text{ x } \left(\frac{\text{C}}{0{,}9982}\right)\right) - \left(202{,}414 \text{ X } \left(\frac{\text{C}}{0{,}9982}\right)^2\right)$$

$$\text{Extrato original} = \frac{\left(2{,}0665 \text{ x Álcool (m/m)}\right) + \text{Extrato real}}{100 + \left(1{,}0665 \text{ x Álcool (m/m)}\right)} \text{x } 100$$

Sendo: A= densidade da cerveja; B= densidade do destilado; C= densidade do extrato.

Análise do Teor de Fenóis Totais

A análise foi conduzida em tubo de ensaio contendo 50 µL de amostra, 4,2 mL de água destilada e 250 µL do reagente de *Folin Ciocalteu* (1:10). Após 3 min de reação, foram adicionados 500 µL de carbonato de sódio saturado (20% m/v) e houve agitação por 5 s em vórtex (vórtex mixer, KMC-1300 V, VISION SCIENTIFIC CO., LTD, Yuseong-Gu, Daejeon-Si, Korea). O conjunto permaneceu parado em local escuro por 1 h, e tiveram os compostos fenólicos totais detectados por espectrofotometria com absorbância de 720 nm (SHIMADZU, UVmini-1240, SP, Brasil). As concentrações foram calculadas a partir de uma curva padrão de ácido gálico, conforme a equação a seguir:

$$\text{Teor de fenóis totais} = \frac{\text{absorbância} + 0{,}009069}{0{,}000754}$$

Sendo $R^2 = 0{,}9994$

A curva padrão foi previamente preparada e os resultados foram expressos em miligramas equivalentes de ácido gálico por litro (mg EAG/L) (Singleton; Rossi, 1965).

Análise do Teor de Fenóis Individuais

Uma amostra de 50 mL de cada cerveja foi congelada a -80 ºC em ultrafreezer (NUAIRE, NU-9668GC, MN, USA), e posteriormente liofilizada (LD1500, Terroni, São Paulo, SP, Brasil). As amostras foram reconstituídas com 7 mL de metanol: água (75:25, v/v) e filtradas com filtro de seringa 0,22 µm (Nylon) (Waters, Milford, MA, EUA) antes da análise.

A análise do teor de compostos fenóis individuais foi realizada conforme Bortoletto e Alcarde (2013), com modificações. A identificação e quantificação por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) em cromatógrafo Nexera-i LC-2040C 3D PLUS (Shimadzu, Tokio, Japão) ocorreu com análise por *software LabSolutions Lite*. A separação foi realizada na coluna XTerra MS C18 (4,6 x 250 mm, 5 µm) (Waters, EUA) a 30°C. A fase móvel foi composta pelo solvente A (ácido acético a 2,0% v/v) e solvente B (metanol/água/ácido acético a 70:28:2 v/v/v). O gradiente aplicado foi: 5% de B (0 a 19 minutos), 5 a 40% de B (19 a 31 minutos), 40 a 65% de

B (31,01 a 44 min), seguido de uma corrida isocrática a 5% de B (5 min) e recondicionamento da coluna (5% de B, 5 min). A taxa de fluxo foi de 0,9 mL/min.

A identificação dos compostos fenólicos foi realizada comparando o tempo de retenção e espectros com os dos padrões, com os cromatogramas em 280 e 320nm. A quantificação foi realizada usando as curvas de calibração dos padrões (4, 8, 16, 24, 32 e 40 mg/L). As equações de regressão dos padrões, limite de detecção, limite de quantificação, tempo de retenção, e comprimento de onda usados para quantificar os compostos fenólicos nas amostras de licores são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Parâmetros cromatográficos dos fenóis individuais analisados por CLAE.

Fenóis individuais	TR (min)	Banda UV (nm)	Regressão Linear (mg/L)	R^2	LOD (µg/mL)	LOQ (µg/mL)
Ácido gálico	5,7	271	Y = 32277x – 4623,5	0,9998	0,06	0,19
5-HMF	7,5	285	Y = 53706x - 59267	0,9999	0,11	0,34
Furfural	9,8	275	Y = 99727x + 3397,1	0,9997	0,08	0,24
Ácido vanílico	17,0	260	Y = 36617x – 3506,6	0,9998	0,05	0,15
Ácido siríngico	19,0	275	Y = 97168x + 853,2	0,9998	0,06	0,18
Vanilina	19,5	280	Y = 164965x - 14343	0,9998	0,11	0,35
Siringaldeído	21,3	305	Y = 165776x – 4100,8	0,9998	0,13	0,40
Ácido cumárico	23,1	310	Y=219324x - 13060	0,9998	0,15	0,46
Ácido ferúlico	25,4	322	Y=74555x - 13685	0,9998	0,11	0,34
Coniferaldeído	27	340	Y= 133278x – 20651	0,9998	0,18	0,54
Ácido elágico	34,4	255	Y=72104x - 1987,8	0,9966	0,85	2,59

Nota: TR = tempo de retenção; LOD = limite de detecção; LOQ = limite de quantificação. 5-HMF = 5-Hidroximetil furfural

Determinação de Oxigênio Dissolvido

O oxigênio dissolvido foi controlado diretamente nos barris de madeira, com auxílio Medidor Óptico Portátil de CO_2/O_2 da *Haffmans*, modelo c-DGM (Enschede, Holanda), apresentado na Figura 9. Uma mangueira de coleta foi conectada entre os barris de madeira e o equipamento, outra mangueira foi conectada no equipamento para a saída da cerveja. Com a válvula borboleta aberta foi fornecido um baixo fluxo de velocidade a cerveja a ser medida, assim que a câmara de medição foi preenchida com cerveja, a válvula borboleta foi fechada e, o valor do oxigênio dissolvido (OD) apareceu no visor. O sensor utilizado é de faixa ampla de medição (WLO), o qual tem indicação para medições precisas com OD < 45 mg/L. O sensor de oxigênio mediu o conteúdo de OD pelo método óptico através da luminescência, exposto a uma luz azul.

Figura 9 - Medidor Óptico Portátil de CO_2/O_2 da *Haffmans*, modelo c-DGM

Fonte: A autora.

Análise de Turbidez

Uma amostra de 10 mL de cerveja foi adicionada a cubeta, para ser acoplada em um turbidímetro (modelo DM-TU, Digimed, São Paulo, Brasil), para a leitura em NTU e em seguida transformado em EBC, sendo a turbidez o quociente da turbidez da cerveja em NTU pela constante de turbidez (4,081) (SMEWW – 23rd Edition – Método 2130 B, 2017).

Análise Sensorial

A análise sensorial foi submetida ao Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos (COEP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), CAAE 70363123.8.0000.0105, sendo iniciada apenas após a aprovação pelo referido COEP. A análise sensorial descritiva quantitativa (Teixeira, 2009) contou com uma equipe, de 15 julgadores, os integrantes da equipe sensorial são treinados através de experiências diretas com habilidades em identificar e reconhecer estímulos específicos da cerveja, obtendo desta forma uma descrição de maneira consistência nos testes sensoriais. Todos os julgadores são colaboradores da Cooperativa Agrária, e apresentam formação como Mestre Cervejeiro pela *Doemens Akademie* (Alemanha), Universidade Técnica de Munique (Alemanha) e VLB (Alemanha), *Biersommelier* pela *Doemens Akademie* (Alemanha) e/ou Técnico Cervejeiro pelo SENAI (Rio de Janeiro) e Colégio Imperatriz (Guarapuava). Foram servidas duas amostras, uma do barril de amburana e uma do barril de carvalho francês, descarbonatadas, em cabine individual, própria para avaliação sensorial juntamente com o Roteiro de Degustação e Avaliação de Cervejas (Anexo A). A avaliação

sensorial abrangeu os atributos de aparência (líquido, partículas suspensas e coloração), aroma (malte, lúpulo, levedura, álcool e diversos), paladar (corpo, textura e final) e sabor (duração, malte, lúpulo, álcool, diversos, dulçor, amargor, acidez) das bebidas desenvolvidas no final da maturação.

Análise Estatística

Os resultados foram apresentados como média acompanhada do desvio padrão. As diferenças entre as amostras foram avaliadas pela análise de variância (ANOVA, fator único), seguido de teste de médias de *Fisher* para comparar as médias ($p<0,05$). Todas as análises estatísticas foram realizadas no *software* STATISTICA versão 10.0 (Stat-Soft Inc., Tulsa, OK, USA).

2.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

2.3.1 Parâmetros da Mostura

As produções de *Barleywine* foram elaboradas, conforme mencionado, diferindo apenas a etapa de mosturação: rampa de infusão e Rampa de *Schmitz*. Na Tabela 4 estão descritos os três principais conceitos analisados, o teor de extrato original (ºP), o tempo de drenagem total (min) e o rendimento da brassagem (%).

Tabela 4 - Comparação da *Barleywine* por duas rampas de mosturação.

Parâmetros	*Barleywine* Infusão	*Barleywine Schmitz*
Extrato original obtido (ºP)	$18,27^{b} \pm 0,21$	$19,83^{a} \pm 0,55$
Tempo de drenagem total (min)	$106,67^{a} \pm 2,52$	$63,67^{b} \pm 1,53$
Rendimento da brassagem (%)	$70,87^{b} \pm 0,26$	$77,38^{a} \pm 1,17$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma linha indicam diferença significativa ($p < 0,05$) de acordo com o teste de Fisher LSD.

A Rampa de *Schmitz* obteve um extrato original superior à infusão, com um aumento de 7,87%. Com este resultado, verifica-se que houve uma maior extração de amido, que estava aderido nas cascas e nas pontas do malte, na elaboração do mosto com a Rampa de *Schmitz*, de forma tardia, por conta da temperatura de fervura ainda na mosturação, ainda, indica que este amido foi convertido em açúcares menores (glicose, maltose, maltotriose e dextrina). Além disso, devido a condução das lavagens

do bagaço, possivelmente existiu uma menor retenção de açúcares no bagaço, devido à sua melhor solubilidade em altas temperaturas.

Uma redução de 40,31% no tempo de drenagem total da produção da cerveja *Barleywine* com a utilização da Rampa de *Schmitz*, quando comparada a mostura por infusão. O resultado condiz com o principal objetivo da técnica de mosturação, que consiste em beneficiar a fluidez do mosto por meio do aquecimento. Procedendo em um processo com 43 min mais ágil e produtivo.

Ainda, um melhor rendimento de brassagem foi perceptível na produção da cerveja com a Rampa de *Schmitz*, apresentando um aumento de 8,41% quando comparado a rampa de mosturação por infusão. O rendimento na brassagem, neste caso, foi atribuída unicamente à condução do processo de mosturação. Um melhor rendimento pode implicar em utilizar menor quantidade de malte para a produção do mesmo volume de mosto.

2.3.2 Parâmetros Físico-Químicos e Instrumentais da Cerveja

A *Barleywine*, produzida a partir de um mosto conduzido por Rampa de *Schmitz*, foi armazenada em barris de amburana e carvalho francês, por seis meses, e avaliada quanto às características físico-químicas e sensoriais.

Os teores de acidez total aumentaram com a utilização dos barris de madeira, o barril de amburana proporcionou teores superiores quando comparado ao carvalho francês (Tabela 5). Uma elevação de 76 e 56% foi encontrada para a cerveja maturada em barril de amburana e de carvalho francês, respectivamente.

Wyler *et al*. (2015) verificaram um aumento de 20 % na acidez total e Angeloni (2016) obteve um aumento de 41%. Os pesquisadores justificaram este comportamento em função da oxidação do etanol, que forma o acetaldeído, e acarreta a formação de ácido acético (López-Ramírez *et al*., 2013).

Os decréscimos de pH (Tabela 5), corroboram com os teores de acidez total, havendo uma ligação com o oxigênio dissolvido na cerveja, o qual é incorporado na bebida através da micro-oxigenação natural do barril de madeira. Assim, o oxigênio facilita as reações de oxidação do etanol em ácido acético, além disto a extração de compostos ácidos oriundos da madeira também pode ter influenciado nos resultados (Silva *et al*., 2022).

Tabela 5 - Acidez total (meq/L) e pH das cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Tempo de maturação (meses)	Acidez total (meq/L)		pH	
	Amburana	Carvalho francês	Amburana	Carvalho francês
0	$0,87^{eG} \pm 0,02$	$0,87^{eG} \pm 0,02$	$4,89^{aA} \pm 0,02$	$4,89^{aA} \pm 0,02$
1	$1,06^{dE} \pm 0,05$	$0,92^{deFG} \pm 0,04$	$4,68^{bB} \pm 0,01$	$4,65^{bBC} \pm 0,01$
2	$1,27^{cC} \pm 0,05$	$0,96^{dF} \pm 0,05$	$4,55^{cD} \pm 0,01$	$4,62^{bC} \pm 0,01$
3	$1,33^{bB} \pm 0,02$	$1,12^{cD} \pm 0,03$	$4,51^{dE} \pm 0,01$	$4,54^{cDE} \pm 0,01$
4	$1,47^{aA} \pm 0,04$	$1,24^{bC} \pm 0,03$	$4,41^{eF} \pm 0,03$	$4,43^{dF} \pm 0,04$
5	$1,50^{aA} \pm 0,02$	$1,33^{aB} \pm 0,02$	$4,34^{fH} \pm 0,01$	$4,37^{deG} \pm 0,01$
6	$1,53^{aA} \pm 0,03$	$1,36^{aB} \pm 0,01$	$4,30^{gH} \pm 0,01$	$4,41^{eFG} \pm 0,03$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), durante os seis meses, de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes significam diferença significativa ($p<0,05$) entre os dois tipos de barris de madeira, cada análise de maneira independente, de acordo com o teste de Fisher LSD.

A cerveja maturada em barril de amburana apresentou um acréscimo de 37% no amargor, enquanto a cerveja no carvalho francês não obteve diferença significativa no início e no final do processo (Tabela 6). Na utilização de ambas as espécies de madeira, o amargor variou conforme a estatística do *Beer Judge Program Certification* (2021), que descreve que a *Barleywine* deve permanecer entre 35 e 70 IBU. A amburana também foi utilizada por Silvello (2019), a qual proporcionou uma elevação acentuada no amargor da *Barleywine*, passando de 33,5 para 81 IBU.

O comportamento natural do amargor é reduzir, uma vez que ocorre a degradação dos iso-α-ácidos, através da oxidação. Porém, as cervejas maturadas em contato com madeira sofrem interferência no amargor, especialmente devido à presença de resina na madeira. Sobretudo, na madeira podem conter compostos que agregam amargor à bebida, como os ácidos graxos de cadeia longa, ácidos resinosos, fenóis apolares, lignanas e terpenos. Dessa maneira, considerando que a amburana apresenta duas vezes mais extrativos totais e teor de lignina insolúvel, quando comparada com o carvalho (*Quercus* sp.) (Leão, 2006), pode-se justificar o motivo da cerveja *Barleywine* em contato com a amburana ter apresentado a maior concentração de compostos apolares. Especialmente, ponderando que a análise de amargor por espectrofotômetro analisa os compostos apolares da cerveja, e quantifica as estruturas mais complexas da madeira (Klimczak; Cioch-Skoneczny, 2023).

Tabela 6 - Amargor (IBU) das cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Tempo de maturação (meses)	Amburana	Carvalho francês
0	$40,87^{cD} \pm 0,85$	$40,87^{bD} \pm 0,85$
3	$44,81^{bB} \pm 0,17$	$42,84^{aC} \pm 0,17$
6	$55,83^{aA} \pm 0,73$	$41,78^{bD} \pm 0,25$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), durante os seis meses, de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes significam diferença significativa ($p<0,05$) entre os dois tipos de barris de madeira de acordo com o teste de Fisher LSD.

Um incremento na coloração de 43 e 37%, foi percebido nas cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês, respectivamente, em termos de EBC. Na Tabela 7 está apresentada a análise de cor das cervejas, sendo que os menores teores, em termos de EBC, indicam cervejas mais claras, enquanto os valores maiores descrevem cervejas mais escuras.

A cor da cerveja é definida pelos maltes utilizados na produção do mosto e da condução da fervura, neste projeto, também pode ter sofrido interferência do processo da mosturação, devido ao uso da Rampa de *Schmitz* que eleva a temperatura até a fervura. Para a produção da cerveja *Barleywine* foi adicionado apenas malte do tipo Pilsen, fato que pode ter resultado, inicialmente, a um valor inferior ao esperado para o estilo de acordo com o *Beer Judge Program Certification* (2021): 15,76 a 43,34 EBC.

Tabela 7 - Análise de cor (EBC) das cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Tempo de maturação (meses)	Amburana	Carvalho francês
0	$13,54^{cE} \pm 0,04$	$13,54^{cE} \pm 0,04$
3	$16,34^{bC} \pm 0,17$	$15,88^{bD} \pm 0,06$
6	$19,38^{aA} \pm 0,04$	$18,50^{aB} \pm 0,10$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), durante os seis meses, de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes significam diferença significativa ($p<0,05$) entre os dois tipos de barris de madeira de acordo com o teste de Fisher LSD.

A análise de cor também foi realizada pelo modelo CIE L*a*b*, conforme apresentado na Tabela 8, que estão descritos os parâmetros L*, a*, b*, seguido dos cálculos para a diferença total de cor (ΔE), *Chroma* (C*) e ângulo *Hue* (ºh). Koren *et al*. (2020), verificaram que duas bebidas com o mesmo resultado para EBC,

apresentaram ∆E igual a 7,7, distinguindo-as pelas tonalidades. Ainda, no que se refere à diferença total de cor na cerveja *Barleywine*, percebe-se que o carvalho francês proporcionou maior variação na coloração, com 7,42.

A amburana e o carvalho francês proporcionaram um aumento na luminosidade (L*) no primeiro mês, e a partir do segundo mês os teores diminuíram. Indicando, possivelmente, que no primeiro mês houve uma maior decantação das partículas em suspensão da cerveja, como proteínas, polifenóis, α e β-glucanos, corroborando com a análise de turbidez (Tabela 13), que indicou que a cerveja ficou mais límpida com o decorrer da maturação. O mesmo efeito foi percebido por Silvello (2016), em termos de EBC, no primeiro mês houve um decréscimo do teor, e apenas a partir do segundo mês ocorreu um incremento na cor influenciado pelo contato da bebida com a madeira. Ao final da maturação, a amburana colaborou para um decréscimo de 6% na luminosidade, em contrapartida o carvalho francês proporcionou um aumento de 7%.

Os resultados para o parâmetro a* obtiveram resultados abaixo ao inicial, com exceção da amburana no último mês, apresentando uma leve tendência para a tonalidade vermelha. Cervejas escuras apresentam valores mais altos de a* quando comparadas as cervejas claras (Koren *et al*., 2020).

O parâmetro b* não obteve diferença significativa entre o início e o final da maturação, o mesmo aconteceu com o *Chroma* (C*). Ou seja, a cerveja pronta e ao final da maturação, são os pontos com tonalidades mais próximas do amarelo e com melhores saturações de cor.

O ângulo *Hue* (ºh) apresentou comportamento diferente para os barris de madeira, a amburana obteve teor final inferior ao inicial, o inverso foi obtido para o carvalho francês. Assim, o teor desse parâmetro indica que o carvalho francês está mais próximo da tonalidade amarela, uma vez que está mais próximo do ângulo de 90º.

Tabela 8 - Análise de cor pelo modelo CIE L*a*b* das cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Tp	Amburana						Carvalho Francês					
	L	a*	b*	ΔE	C*	°h	L	a*	b*	ΔE	C*	°h
0	$80,74^{h} \pm 0,42$	$6,57^{b} \pm 0,09$	$45,88^{a} \pm 2,79$		$46,35^{a} \pm 2,76$	$81,83^{h} \pm 0,49$	$80,74^{h} \pm 0,42$	$6,57^{b} \pm 0,09$	$45,88^{a} \pm 2,79$		$46,35^{a} \pm 2,76$	$81,83^{h} \pm 0,49$
1	$88,69^{c} \pm 0,17$	$1,07^{g} \pm 0,05$	$40,01^{def} \pm 0,48$		$40,03^{de} \pm 0,47$	$88,47^{c} \pm 0,07$	$91,11^{a} \pm 0,07$	$-0,59^{i} \pm 0,02$	$38,54^{f} \pm 0,15$		$38,54^{e} \pm 0,15$	$90,88^{a} \pm 0,03$
2	$85,17^{e} \pm 0,27$	$3^{e} \pm 0,40$	$41,43^{de} \pm 0,53$		$41,54^{cd} \pm 0,51$	$85,85^{e} \pm 0,58$	$90,33^{b} \pm 0,14$	$-0,01^{h} \pm 0,02$	$39,31^{ef} \pm 1,29$		$39,31^{de} \pm 1,29$	$90,02^{b} \pm 0,03$
3	$82,93^{f} \pm 0,22$	$4,22^{d} \pm 0,15$	$42,55^{bcd} \pm 0,03$		$42,76^{bc} \pm 0,04$	$84,34^{f} \pm 0,19$	$88,71^{c} \pm 0,14$	$-0,59^{i} \pm 0,03$	$39,81^{ef} \pm 0,28$		$39,81^{de} \pm 0,28$	$90,84^{a} \pm 0,05$
4	$81,72^{g} \pm 0,17$	$4,28^{d} \pm 0,01$	$42,67^{bcd} \pm 0,07$		$42,89^{bc} \pm 0,07$	$84,28^{f} \pm 0,02$	$88,44^{c} \pm 0,73$	$1,03^{g} \pm 0,04$	$41,67^{cde} \pm 0,20$		$41,69^{cd} \pm 0,20$	$88,58^{c} \pm 0,06$
5	$80,72^{h} \pm 0,59$	$5,42^{c} \pm 0,03$	$44,25^{abc} \pm 1,13$		$44,59^{ab} \pm 1,12$	$83,02^{g} \pm 0,22$	$87,09^{d} \pm 0,24$	$2,12^{f} \pm 0,11$	$44,47^{ab} \pm 0,41$		$44,52^{ab} \pm 0,41$	$87,27^{d} \pm 0,17$
6	$76,11^{i} \pm 0,08$	$7,53^{a} \pm 0,31$	$45,59^{a} \pm 3,97$	$3,17 \pm 1,51$	$46,21^{a} \pm 3,96$	$80,59^{i} \pm 0,54$	$86,61^{d} \pm 0,26$	$2,17^{f} \pm 0,19$	$45,08^{ab} \pm 0,97$	$7,42 \pm 0,20$	$45,14^{ab} \pm 0,97$	$87,25^{d} \pm 0,26$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Tp: tempo em meses de maturação. Letras minúsculas diferentes significam diferença significativa ($p<0,05$) entre os parâmetros analisados para os dois tipos de barris de madeira de acordo com o teste de Fisher LSD.

As dicetonas vicinais (VDK) são combinadas por duas cetonas, 2, 3 butanodiona (diacetil) e 2, 3 pentanodiona. Ambos estão nos produtos secundários do metabolismo fermentativo, e com a oxidação geram 2-acetolactato e hidroxibutirato, respectivamente. O diacetil apresenta um limiar de percepção baixo, 0,10 mg/L, sendo facilmente perceptível sensorialmente e desagradável (Krogerus; Gibson, 2013; Pires *et al.*, 2015).

As VDK foram analisadas na cerveja pronta e no sexto mês de maturação. E, praticamente não variaram no início e no final do processo, também não obteve diferença entre os barris de madeira, permaneceram em 0,19 ± 0,05 mg/L, tampouco foi perceptível na análise sensorial.

A maturação da cerveja em barris de madeira proporcionou uma redução na graduação alcoólica, de 14 e 18% para a amburana e o carvalho francês, respectivamente. Isso possivelmente ocorreu devido à absorção do álcool pela madeira e à evaporação pelos poros do barril, sendo a porosidade da amburana maior que do carvalho (Tarko; Krankowskie; Duda-Chodak, 2023). Ainda, de acordo com a Tabela 9, não houve diferença significativa na utilização dos dois tipos de barris de madeira no final do processo. E, o grau alcoólico permaneceu conforme a estatística apresentada pelo *Beer Judge Program Certification* (2021), indicando que a *Barleywine* deve conter entre 8 e 12%.

O extrato aparente considera a presença do álcool, ou seja, está relacionada com as medidas realizadas durante a fermentação. O extrato aparente é diretamente proporcional a densidade da cerveja, sendo que o acréscimo na densidade pode ser elucidado pela migração de compostos orgânicos da madeira para a cerveja. Todavia, a amburana apresentou um acréscimo de extrato aparente, o carvalho francês não obteve diferença significativa entre a cerveja pronta e a maturada durante 6 meses. De acordo com o *Beer Judge Certification Program* (2021) o extrato aparente da cerveja *Barleywine* varia de 6,1 a 7,1 ºP.

Ao contrário do extrato aparente, o extrato real desconsidera a presença do álcool, e a evaporação deste constituinte, durante a análise laboratorial, pode favorecer no acréscimo da sua concentração. O extrato real engloba os sólidos que constituem a cerveja, variando conforme a quantidade de açúcares, dextrinas e proteínas. Para esta análise, não houve diferença significativa entre os barris, tampouco com o decorrer dos seis meses.

Tabela 9 - Grau alcoólico e extrato das cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Madeira	Tp	Álcool (% v/v)	Extrato aparente (ºP)	Extrato real (ºP)	Extrato original (ºP)
Amburana	0	$9,69^{a} \pm 0,29$	$5,29^{b} \pm 0,26$	$7,31^{a} \pm 0,83$	20,92 ± 1,18
	6	$8,36^{b} \pm 0,20$	$5,86^{a} \pm 0,15$	$8,09^{a} \pm 0,60$	
Carvalho francês	0	$9,69^{a} \pm 0,29$	$5,29^{b} \pm 0,26$	$7,31^{a} \pm 0,83$	20,92 ± 1,18
	6	$7,97^{b} \pm 0,52$	$5,41^{b} \pm 0,01$	$7,72^{a} \pm 0,29$	

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Tp: tempo em meses de maturação. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), de cada um dos tipos de barris de madeira de acordo com o teste de Fisher LSD.

O extrato original indicado para o estilo estudado é de 19 a 28 ºP (*Beer Judge Certification Program*, 2021), a fim de atingir o elevado grau alcoólico característico da *Barleywine*. Uma vez que, o extrato original do mosto significa a quantidade de substâncias presente neste líquido, no começo da fermentação, que dá origem ao álcool da cerveja.

Conforme a Tabela 10, a cerveja *Barleywine* maturada em barril de amburana apresentou uma maior evolução de fenóis totais quando comparado ao carvalho francês. Leão (2006) verificou que a amburana proporciona maior quantidade de polifenóis, seguida do carvalho e do bálsamo.

A maior solubilização dos fenóis totais para a amburana, corroboram com os resultados do oxigênio dissolvido (Tabela 12) e da análise de cor (Tabela 7). Pois, as reações de polimerização dos fenóis totais promovem um incremento na cor de bebidas maturadas, e estas reações estão ligadas a oxigenação desta bebida (Sánchez-Iglesias *et al*., 2009).

Tabela 10 - Fenóis totais nas cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês em mg ácido gálico/ L.

Tempo de maturação (meses)	Amburana	Carvalho francês
0	$618,94^{gJ} \pm 1,53$	$618,94^{fJ} \pm 1,53$
1	$684,42^{fG} \pm 1,74$	$623,36^{eJ} \pm 4,17$
2	$693,74^{eF} \pm 1,53$	$655,75^{dI} \pm 0,61$
3	$703,60^{dE} \pm 2,88$	$674,33^{cH} \pm 2,05$
4	$742,92^{cC} \pm 3,06$	$677,61^{cH} \pm 2,40$
5	$805,85^{bB} \pm 2,45$	$710,16^{bE} \pm 1,65$
6	$873,81^{aA} \pm 2,12$	$717,26^{aD} \pm 1,38$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), durante os seis meses, de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes significam diferença significativa ($p<0,05$) entre os dois tipos de barris de madeira de acordo com o teste de Fisher LSD.

Os compostos fenólicos individuais analisados estão naturalmente presentes na cerveja, como confirmado pelos resultados no mês 0 (Tabela 11). O conteúdo de fenóis depende da matéria prima e do processo de fabricação da bebida (Wannenmacher *et al*., 2018). O lúpulo apresenta maior quantidade de fenóis (até 4% da matéria seca) em comparação com a cevada (0,1%), porém, devido a maior quantidade de malte utilizada na produção da cerveja, os fenóis oriundos da cevada proporcionam maiores influencias. Durante o processo de malteação, a cevada aumenta em média quatro vezes o conteúdo fenólico total, todavia, cerca de 60% deste conteúdo é perdido na fermentação da cerveja.

Os congêneres de maturação foram influenciados pelo tempo de contato da cerveja com os barris de madeiras. Verificado pela evolução da concentração dos compostos analisados nos seis meses de maturação da cerveja (Ambra; Pastore; Lucchetti, 2021).

Verificou-se um aumento significativo nos teores de ácidos gálico e elágico no período de seis meses de maturação da bebida, em 170 e 118%, respectivamente, para a amburana. Esse fato se possivelmente ocorreu pela amburana apresentar em sua composição maior concentração de taninos hidrolisáveis, quando comparado ao carvalho (Leão, 2006).

Os incrementos de 5-HMF e furfural foram superiores para o carvalho francês, finalizando a maturação da cerveja com um aumento de 269 e 74%, respectivamente. Esses compostos são formados durante a reação de *Maillard*, por meio da hidrólise de celulose e hemicelulose (Bortoletto; Alcarde, 2015), justificando os maiores teores para o carvalho. Os compostos derivados da tosta da lignina (Canas, 2017; Cerniserv, 2017), vanilina, ácido vanílico, siringaldeído e ácido siríngico, apresentaram os maiores teores para a amburana.

A degradação da lignina também gera compostos antioxidantes, como os ácidos cumárico e ferúlico (Carvalho; Guido, 2022). A taxa desses dois compostos não condiz com a concentração de lignina das espécies estudadas, sendo que o carvalho francês apresentou um acréscimo mais significativo nos teores, com aumento de 67 e 120%, respectivamente.

Os congêneres de maturação apresentaram comportamento similares aos obtidos por fenóis totais, a amburana apresentou maior índice de correlação entre os fenóis totais e a soma dos fenóis individuais (0,98), contra 0,95 de correlação do carvalho francês.

Tabela 11 - Teor dos fenóis individuais (mg/ L) nas cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Compostos fenólicos	Cerveja pronta	A1	A2	A3	A4	A5	A6	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Ácido gálico	5,0^{h}±0,1	8,1^{f}±0,3	8,6^{e}±0,3	9,1^{d}±0,2	10,8^{c}±0,3	12,3^{b}±0,3	13,5^{a}±0,2	7,1^{g}±0,2	7,2^{g}±0,1	7,3^{g}±0,1	8,0^{f}±0,1	8,1^{f}±0,1	9,0^{d}±0,1
5-HMF	1,6^{i}±0,04	2,2^{h}±0,06	2,3^{gh}±0,1	2,3^{gh}±0,1	2,6^{ef}±0,1	2,8^{e}±0,2	3,1^{d}±0,2	2,2^{h}±0,08	2,5^{fg}±0,1	3,2^{d}±0,1	4,1^{c}±0,3	4,6^{b}±0,2	5,9^{a}±0,07
Furfural	1,9^{g}±0,4	1,9^{g}±0,04	2,1^{defg}±0,2	2,1^{defg}±0,1	2,4^{cd}±0,1	2,5^{bc}±0,1	2,7^{b}±0,2	2,0^{fg}±0,1	2,0^{efg}±0,1	2,3^{cdef}±0,1	2,3^{cde}±0,04	2,5^{bc}±0,1	3,3^{a}±0,2
Ácido vanílico	1,5^{f}±0,2	1,9^{e}±0,2	2,3^{d}±0,1	2,4^{d}±0,1	2,8^{b}±0,1	2,9^{b}±0,1	3,3^{a}±0,1	1,7^{e}±0,1	1,7^{e}±0,04	1,8^{e}±0,04	2,6^{cd}±0,3	2,7^{bc}±0,1	2,7^{bc}±0,1
Ácido siríngico	0,6^{h}±0,1	0,8^{efg}±0,1	0,8^{def}±0,1	0,8^{def}±0,1	0,9^{d}±0,1	1,3^{b}±0,1	1,5^{a}±0,1	0,7^{gh}±0,1	0,7^{fgh}±0,04	0,8^{def}±0,1	0,9^{de}±0,1	0,9^{de}±0,05	1,1^{c}±0,1
Vanilina	0,2^{c}±0,01	0,2^{c}±0,1	0,2^{c}±0,02	0,2^{bc}±0,04	0,2^{bc}±0,03	0,3^{b}±0,1	0,3^{a}±0,03	0,2^{c}±0,04	0,2^{c}±0,02	0,2^{c}±0,03	0,2^{c}±0,02	0,2^{bc}±0,03	0,3^{b}±0,1
Siringaldeído	0,4^{d}±0,04	0,3^{de}±0,05	0,3^{de}±0,05	0,5^{c}±0,1	0,6^{bc}±0,1	0,7^{ab}±0,1	0,7^{a}±0,1	0,2^{e}±0,1	0,3^{de}±0,04	0,3^{de}±0,1	0,3^{d}±0,05	0,3^{d}±0,04	0,4^{d}±0,1
Ácido cumárico	0,3^{cd}±0,03	0,3^{d}±0,04	0,3^{d}±0,02	0,3^{d}±0,04	0,3^{d}±0,05	0,3^{d}±0,03	0,3^{d}±0,1	0,3^{cd}±0,1	0,4^{bc}±0,1	0,5^{ab}±0,04	0,5^{ab}±0,1	0,5^{ab}±0,02	0,5^{a}±0,01
Ácido ferúlico	0,5^{h}±0,04	0,5^{fgh}±0,03	0,5^{fgh}±0,03	0,6^{efg}±0,01	0,6^{ef}±0,04	0,6^{ef}±0,04	0,6^{e}±0,05	0,5^{gh}±0,04	0,5^{fgh}±0,05	0,8^{d}±0,1	0,9^{c}±0,1	1,0^{b}±0,1	1,1^{a}±0,1
Ácido elágico	4,9^{g}±0,2	5,3^{f}±0,1	5,3^{f}±0,02	5,9^{e}±0,3	9,1^{b}±0,2	10,5^{a}±0,1	10,7^{a}±0,1	5,1^{fg}±0,1	5,1^{fg}±0,2	5,2^{f}±0,2	6,2^{de}±0,2	6,4^{d}±0,1	7,6^{c}±0,1
TOTAL	**18,7**	**23,1**	**24,4**	**26,0**	**32,0**	**36,1**	**38,9**	**21,9**	**23,4**	**25,1**	**29,1**	**30,6**	**35,5**

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), de acordo com o teste de Fisher LSD. Mês 0 = cerveja pronta sem maturação, 1 ao 6 = são os seis meses de maturação da cerveja, A = barril de amburana e C = barril de carvalho francês. A escala de cor, vermelho, laranja, amarelo e verde, varia nesta ordem, conforme a concentração de fenóis individuais aumenta.

A amburana permitiu uma maior quantidade de oxigênio dissolvido na cerveja quando comparada ao carvalho francês (Tabela 12). Estudos analisaram a taxa de transferência de oxigênio por ano, variando uma alta variação de 10 a 45 mg/L, para um barril de 5 anos e barril novo, respectivamente. Ainda, verificaram uma variação entre a taxa de oxigênio transferida pela madeira e um baixo teor de oxigênio dissolvido, explicado devido o consumo deste oxigênio por compostos hidrossolúveis (Junqua; Zeng; Pons, 2021).

Os teores para o oxigênio dissolvido podem ter sofrido alteração devido aos barris de madeira serem de madeiras remanufaturados, ou seja, as madeiras já foram utilizadas anteriormente na fabricação de outros barris. Esta prática pode elevar a variação na porosidade da madeira, devido a um preenchimento nos poros das madeiras. O maior resultado para amburana corrobora com a teoria de que esta espécie é mais porosa que o carvalho (Mori *et al*., 2003).

Tabela 12 - Análise do oxigênio dissolvido (mg/L) das cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Tempo de maturação (meses)	Amburana	Carvalho francês
1	$0,44^{bC} \pm 0,16$	$0,04^{bD} \pm 0,03$
6	$1,46^{aA} \pm 0,02$	$1,00^{aB} \pm 0,07$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), durante os seis meses, de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes significam diferença significativa ($p<0,05$) entre os dois tipos de barris de madeira de acordo com o teste de Fisher LSD.

Além disto, o aumento de oxigênio dissolvido, do primeiro para o sexto mês, corrobora com o trabalho de García-Estévez e colaboradores (2017), que correlacionaram o efeito do oxigênio dissolvido pela transferência de oxigênio nos barris de madeira ser superior ao consumo desse oxigênio.

A turbidez da cerveja reduziu durante a maturação da cerveja, o carvalho francês apresentou um maior decréscimo (68%), proporcionando uma bebida mais límpida. Portanto, os resultados de turbidez (Tabela 13), corroboram com os resultados da análise de cor (Tabela 7).

Durante a maturação da cerveja, as partículas em suspensão geram compostos químicos de alto peso molecular e decantam. De tal modo que a turbidez está ligada a combinação de proteínas com os teores de polifenóis. Sobretudo, o oxigênio

também pode ter influência na turbidez, uma vez que este composto pode catalisar a formação do complexo proteína-polifenol (Steiner; Becker; Gastl, 2010).

Tabela 13 - Análise de turbidez (EBC) das cervejas maturadas nos barris de amburana e de carvalho francês.

Tempo de maturação (meses)	Amburana	Carvalho francês
0	$21,3^{aA} \pm 0,03$	$21,3^{aA} \pm 0,03$
3	$11,55^{bB} \pm 0,91$	$8,77^{bD} \pm 0,03$
6	$10,51^{bC} \pm 0,02$	$6,88^{cE} \pm 0,07$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), durante os seis meses, de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes significam diferença significativa ($p<0,05$) entre os dois tipos de barris de madeira de acordo com o teste de Fisher LSD.

2.3.3 Análise Sensorial

As avaliações sensoriais das cervejas em contato com as madeiras de amburana e de carvalho francês podem ser verificadas na Figura 10, realizadas ao final do processo de maturação, conforme os atributos de aparência, aroma, sabor, paladar e análise geral (escala para os atributos foi de 0 a 15 – Anexo A).

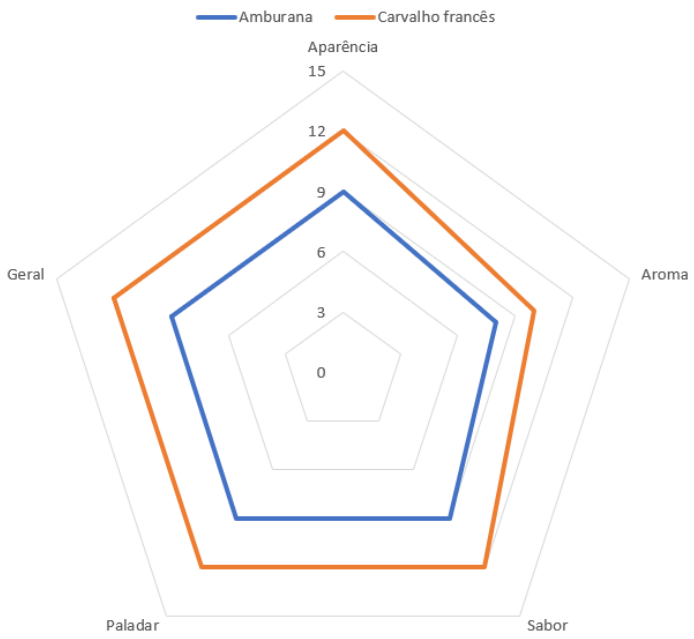
A aparência da cerveja em contato com a amburana proporcionou um líquido turvo de coloração âmbar escuro, enquanto um líquido claro e límpido foi descrito naquela em contato com o carvalho francês. Quanto à coloração da cerveja *Barleywine* maturada em carvalho francês, obteve variações entre os julgadores, sendo classificada como âmbar clara, amarela e dourada.

Um aroma de álcool intenso e mediano nas cervejas maturadas nos barris de amburana e carvalho francês, respectivamente, foi percebido pelos julgadores. Um aroma de malte intenso com notas de amêndoas, baunilha, caramelo e *toffee* (notas adocicadas, como um caramelo mais intenso e amanteigado) foi identificado na cerveja em contato com a amburana, sobretudo notas de madeira. Para o carvalho francês, a cerveja proporcionou um aroma de malte médio, com notas de caramelo e *toffee*, foram perceptíveis também notas de banana, frutas secas, frutas vermelhas, e vinho do Porto.

A duração do sabor variou de longa a média, para a cerveja em contato com a amburana e o carvalho francês, respectivamente. O sabor intenso do álcool foi descrito para ambas as cervejas armazenadas nos barris de madeira. O malte intenso

persistiu para o parâmetro sabor na amburana, com notas de amêndoas, baunilha, caramelo e nozes, ainda, com um dulçor variando de moderado para intenso. Para o carvalho francês o sabor do malte foi descrito como mediano, contribuiu com nota de caramelo de maneira unânime pelos julgadores, e com um dulçor leve.

Figura 10 - Avaliação sensorial da cerveja, no sexto mês, em barril de amburana e carvalho francês



O aroma e sabor de lúpulo, descritor do amargor, foram apresentados com intensidade leve para as cervejas maturadas nas duas espécies de madeira. As cervejas não apresentaram defeitos, descritos como *off-flavor*, visto que, o sabor amanteigado não foi descrito pelos julgadores, confirmando que não há presença de diacetil, tampouco foi verificado o sabor de papelão ou de cerveja oxidada, associados ao composto (E)-2-nonenal.

O retrogosto amadeirado que a amburana proporcionou, pode estar ligada à composição dessa espécie, o final adstringente exagerado da amburana não agradou aos julgadores, motivo da nota inferior no quesito paladar, mesmo que o carvalho francês também tenha proporcionado uma cerveja com final adstringente, duradouro e seco. A potência sensorial que a amburana proporcionou à cerveja indica como ela é intensa e requer cuidado quanto ao tempo de maturação. Neste caso, a maturação

deve ser mais rápida, visto que a análise sensorial foi realizada mensalmente por dois julgadores, que perceberam a adstringente desagradável a partir do quarto mês.

2.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A Rampa de *Schmitz* se mostrou favorável na mostura da cerveja *Barleywine*, permitindo uma produção mais veloz e eficiente, possibilitando uma racionalidade das matérias-primas amiláceas. O mercado cervejeiro é um segmento em constante evolução, portanto, prover de soluções fáceis e de rápida implementação, pode resultar em processos ágeis e produtivos. Deste modo, a Rampa de *Schmitz* precisa ser mais explorada, mesmo para cervejas do tipo Lager, a fim admitir que grandes cervejarias consigam utilizá-la.

Como verificado na maturação, a espécie da madeira afeta significativamente na qualidade físico-química e no perfil sensorial da cerveja. A madeira nacional estudada, a amburana, superou o carvalho francês, em importantes análises realizadas na cerveja, como, maior incremento de cor, no acréscimo de teor de fenóis totais e também dos fenóis individuais. Todavia, a amburana proporcionou uma cerveja com atributos sensoriais em excesso, como um paladar adstringente desagradável. Neste caso, a maturação deve ser mais breve para a amburana, não indicando permanecer por 6 meses em um barril de 50 L, ou a indicação é de uma mistura com maior proporção da cerveja jovem.

A avaliação sensorial foi favorável para a cerveja em contato com o carvalho francês, pois a madeira proporcionou à bebida aromas moderados de álcool e malte, e notas aromáticas como a de vinho do Porto, fator determinante na referência do estilo *Barleywine*. O sabor moderado de malte, com leve dulçor e final adstringente, agregou positivamente no paladar e sabor da cerveja.

CAPÍTULO 3 - AVALIAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE MATURAÇÃO DA CERVEJA *BARLEYWINE*

RESUMO

A maturação em barril de madeira é um processo que pode levar de meses a anos, aplicado na produção de bebidas alcoólicas de alta qualidade. Técnicas alternativas para maturação estão sendo empregadas para proporcionar bebidas com a mesma qualidade, porém em tempos mais curtos. Logo, o objetivo deste capítulo foi avaliar os efeitos da incorporação de diferentes concentrações de micro-oxigenação e de quantidades adicionadas de *chips* de madeira de carvalho francês (*Quercus petraea*) sem e com tratamento prévio por dispositivo ultrassônico na maturação de uma cerveja do estilo *Barleywine*. A mesma cerveja foi maturada em barril de madeira de carvalho francês (*Quercus petraea*) como controle. A evolução da maturação incluiu análises físico-químicas ao longo dos seis meses e, a avaliação sensorial abrangeu os atributos de aparência, aroma, paladar e sabor das bebidas desenvolvidas no final da maturação. A maturação da cerveja com *chips* e barril, proporcionou características físico-químicas e qualidade sensorial diferentes. Os experimentos com 10,1 mg/L/mês mais 3,1 g/L e, 5,9 mg/L/mês com 3,6 g/L de micro-oxigenação e *chips* de madeiras, respectivamente, foram os mais aceitos pelos julgadores. Esses dois experimentos, inclusive, foram melhores avaliados sensorialmente quando comparado ao barril de carvalho francês, que é a madeira mais convencional na maturação de cervejas. O tratamento dos *chips* de madeira em dispositivo ultrassônico não influenciou nos atributos de aroma e sabor da cerveja, a exceção foi apenas no atributo aparência. Ainda, a utilização da tecnologia de ultrassom acelerou o processo de extração dos compostos fenólicos totais da madeira em 90 dias, quando comparado ao valor do barril de carvalho francês, enquanto o uso com *chips* sem tratamento prévio teve uma redução de 60 dias. Portanto, os *chips* de madeira previamente tratados em dispositivo ultrassônico, em conjunto com a micro-oxigenação, apresentam grande potencial para serem utilizados na maturação de cerveja.

Palavras-chave: Carvalho francês. *Chips*. Fragmento de madeira. Micro-oxigenação. Ultrassom.

3.1 INTRODUÇÃO

A maturação em contato com a madeira acontece com a intenção de agregar à cerveja os compostos químicos liberados deste material. Uma série de reações acontece entre a bebida e a madeira, sobretudo por intermédio da lenta oxidação promovida pela porosidade da madeira. Aumentando a complexidade sensorial, e assim agregando valor ao produto (Cantwell; Bouckaert, 2016).

Este processo de maturação tradicional, em barril de madeira, de uma bebida é muito demorado, caro e suscetível à contaminação. Para ajudar neste processo, propostas como *chips* de madeira, ultrassom e micro-oxigenação objetivam simular o barril de madeira, de maneira a extrair as substâncias fenólicas e voláteis em um período mais curto (Jiménez-*Sánchez et al*., 2022; Muñoz-García *et al*., 2023).

O fragmento de madeira em contato com a bebida alcoólica libera compostos químicos. Sendo, a composição básica da madeira formada por celulose, hemicelulose e lignina. Estes três constituintes em si não são muito ativos sensorialmente, mas os produtos de suas degradações, térmica ou química, proporcionam uma infinidade de aromas e sabores às bebidas maturadas (Guimarães *et al*., 2020; Lentz, 2018).

Os compostos fenólicos extraídos da madeira são responsáveis pelas alterações na qualidade química e no perfil sensorial da cerveja, de acordo com a composição de cada espécie. Já que, a degradação da hemicelulose proporciona à bebida principalmente o furfural e 5-hidroximetilfurfural (5-HMF), enquanto a lignina fornece coniferaldeído, eugenol, guaiacol, sinapaldeído, siringaldeído e vanilina (Canas, 2017; Martínez-Gil *et al.,* 2011). Na cerveja, os compostos fenólicos são oriundos do malte e lúpulo, e os componentes mais encontrados são o ácido cafeico, ácido ferúlico, ácido gálico, ácido *p*-cumárico, ácido seringico, ácido sinápico, ácido vanílico, catequina, procianidina, quercetina, rutina, tirosina e vanilina (Machado *et al*., 2023; Wyler *et al*., 2015).

A micro-oxigenação simula a difusão de oxigênio de um barril de madeira, provocando a oxidação que é uma das principais reações que acontecem no processo de maturação de bebidas. Ainda, pouco se sabe sobre a influência do oxigênio nesse processo, mas atribuem positivamente nas propriedades de cor, aroma e sabor da bebida (Granja-Soares *et al*., 2020).

O tratamento de ultrassom nos *chips* de madeira pode acelerar a maturação de bebidas, devido ao fenômeno de cavitação que tende a precipitar a liberação de compostos químicos (Kruger *et al*., 2022). Kruger *et al*. (2023) aceleraram o processo de maturação de licores de maçãs em 60 dias quando utilizado *chips* de madeira com tratamento prévio com dispositivo ultrassônico.

A falta de estudos sobre a maturação acelerada de cerveja, através das tecnologias alternativas, utilizando fragmentos de madeira, micro-oxigenação e tratamento de ultrassom, foi constatada por meio de busca de referências em bases

bibliográficas especializadas. Assim, o objetivo deste capítulo foi comparar a influência de diferentes concentrações de micro-oxigenação e, de quantidades de *chips* de madeira de carvalho francês (*Quercus petraea*) sem e com tratamento por dispositivo ultrassônico, na maturação da *Barleywine*.

3.2 MATERIAIS E MÉTODOS

3.2.1 Materiais

As produções da *Barleywine* aconteceram na cervejaria experimental da Academie Ireks & Agrária (Guarapuava, PR). As matérias-primas para a produção da cerveja, malte tipo Pilsen (Agrária, Guarapuava, PR), enzima *StarMax Beer Super* (Prozyn, São Paulo, SP), lúpulo (*Hallertau Mandarina*, Alemanha), igualmente o barril de madeira regenerada de carvalho francês (Alambique Santa Efigênia, Itaverava, MG), os *chips* de madeira de carvalho francês (*Amazon Group*, Bento Gonçalves, RS) e os recipientes de material inerte (polipropileno) de 20 L (Indupropil, Ijuí, RS), foram adquiridos de parceria com a Cooperativa Agrária Malte (Guarapuava, PR). A levedura *Belgian Ale* (Bio4, Curitiba, PR) foi obtida da parceria com a empresa Bio4 Soluções Biotecnológicas (Curitiba, PR). O micro-oxigenador Microsafe O_2 (AEB Engineering, São José dos Pinhais, PR) foi obtido da parceria com a Cervejaria 277 (Foz do Iguaçu, PR). Todos os reagentes utilizados foram de grau analítico.

3.2.2 Métodos

3.2.2.1 *Produção da Cerveja*

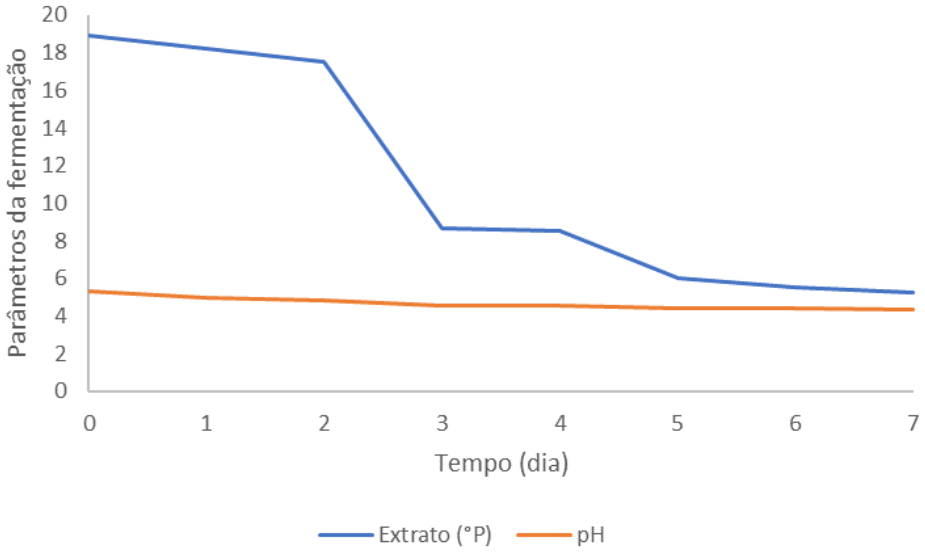
A elaboração do mosto foi conduzida em uma sala de brassagem *Dual Block* (*Kaspar Schulz,* Bamberg, Baviera, Alemanha) com capacidade de apronte de 2,5 hL. Para a fabricação foi utilizado malte Pilsen com proporção de malte:água de 3:1, assim, 80 Kg de malte foram moídos por dois pares de rolos (*Buhler*, Alzenau, Baviera, Alemanha) com distanciamento de 1,8 e 0,8 mm, respectivamente, e passaram pelo processo de mosturação em 240 L de água.

A mostura foi conduzida conforme a Rampa de *Schmitz* (com adaptação). Iniciou a 62 ºC durante 40 min, após teve aumento de temperatura de 1 ºC/min até atingir 72 ºC, e permaneceu nesta temperatura por 20 min. Por fim, teve novamente um aumento de 2 ºC/min até atingir 98 ºC, mantendo-se nessa temperatura durante 40 min. Ao final da mosturação, adicionou-se 16 mL/hL da enzima α-amilase. O mosto seguiu para a clarificação e lavagem do bagaço, com água em temperatura de 90 ºC.

Após isto, o líquido foi fervido durante 60 min. No início da fervura foi adicionado 360 g de lúpulo *Hallertau Mandarina* (8,0% de alfa ácido), com 30 min de fervura uma nova dosagem deste mesmo lúpulo (130 g), e a última dosagem (360 g) foi com 50 min de fervura. Em seguida, foi realizado o w*hirlpool*, seguido de um repouso de 20 min. O mosto foi resfriado até atingir a temperatura de inoculação de 18 ºC (trocador de calor de placas), com aeração do mosto em linha de 7 mgO_2/L (com auxílio de um regulador de vazão acoplado no cilindro de oxigênio puro), e então transferido para o tanque fermentador de aço inox de fundo cônico com capacidade útil de 2,5 hL (*Kaspar Schulz,* Bamberg, Baviera, Alemanha) com sistema de frio programável (*Kaspar Schulz,* Bamberg, Baviera, Alemanha). A levedura líquida, *Belgian Ale* de concentração celular 1 x 10^9 cel/mL (100 g/hL), foi inoculada diretamente no mosto presente no tanque fermentador. A fermentação foi conduzida em rampa única de 18 ºC, com controle diário de extrato aparente (ºP), pH e temperatura real do tanque (ºC). O *trub* frio foi retirado após 24 h do enchimento do tanque (através de uma torneira situada na parte cônica do tanque fermentador). A fermentação alcoólica foi interrompida após atingir o extrato final aparente desejado, 5,25 ºP, com 7 d (Figura 11). A cerveja foi transferida para o barril de carvalho francês, com volume de 50 L e de torra média, e para os recipientes de polipropileno, com volume de 20 L cada, todos com *headspace* de 5%, em adega climatizada com ambiente com temperatura de 20 ºC ± 3 e umidade relativa de 78% ± 5, medidos mensalmente com auxílio de termo-higrômetro digital (modelo HTH-241, HIKARI, São Paulo, Brasil). Uma parte da cerveja pronta não seguiu para a maturação, e foi descrita no trabalho como a cerveja no tempo 0 (zero) de maturação, foi submetida às análises, assim como aquelas que seguiram para o barril de madeira e para os experimentos, que tiveram um acompanhamento durante um período de 6 meses. As análises de amargor, cor (EBC), e turbidez foram realizadas em parceria com o Laboratório Central da Cooperativa Agrária e, ponderadas nos meses 0, 3 e 6, exceto grau alcoólico e extrato que foram analisados nos meses 0 e 6; as análises de acidez total, cor (CIE Lab),

fenóis totais, pH foram realizadas mensalmente, fenóis individuais e análise sensorial foram realizados no mês 6.

Figura 11 - Monitoramento do extrato e do pH durante a fermentação da cerveja *Barleywine.*



3.2.2.2 *Efeito das Condições de Maturação*

Os experimentos da cerveja foram realizados em recipientes de polipropileno de 20 L, com a incorporação de oxigênio variando entre 0,0 e 11,8 mg/L/mês (Catania *et al*., 2021) através do micro-oxigenador Microsafe O_2 (AEB Engineering, São José dos Pinhais, PR), e com *chips* de madeira de carvalho francês (*Amazon Group*, Bento Gonçalves, RS) sem e com tratamento prévio em dispositivo ultrassônico (SONICS Vibra-Cell modelo VCX750, Newtown, USA), descrito a seguir, adicionados em quantidades entre 0,0 e 3,6 g/L, imobilizados dentro de um tecido voal que permaneceu preso no fundo do recipiente de material inerte de 20 L, para garantir a imersão na cerveja (Elena-Cornelia *et al.,* 2023). O barril de madeira de carvalho francês (Alambique Santa Efigênia, Itaverava, MG) e os *chips* de madeira de carvalho francês (*Amazon Group*, Bento Gonçalves, RS) tinham torra moderada.

Foram realizados 10 experimentos através do planejamento do composto central, com 4 pontos axiais e duplicata do ponto central, conforme a Tabela 14. Para isto, o planejamento indica uma matriz 2^2, sendo que os tratamentos foram codificados com a concentração de MOX/quantidade de *chips* como nível baixo o de menor valor

(-1,41) e, o nível alto o de maior valor para a concentração de MOX/quantidade de chips (+1,41). Os valores verdadeiros de MOX foram baseados na literatura para vinho, uma vez a falta de estudos foi constatada para cerveja; e, sobre os valores de *chips* de madeira consideraram o recomendado pelo fabricante, de 1 a 3 g/L. Em paralelo, a cerveja foi maturada em barril de carvalho francês. A avaliação da maturação da cerveja ocorreu por 6 meses.

Tabela 14 - Planejamento experimental da maturação da cerveja *Barleywine* com diferentes concentrações de oxigênio (MOX) e *chips* de madeira com e sem o tratamento com dispositivo ultrassônico.

Experimento	Fatores	
	MOX (mg/L/mês)	*Chips* de madeira (g/L)
a	-1	-1
b	-1	1
c	1	-1
d	1	1
e	-1,41	0
f	1,41	0
g	0	-1,41
h	0	1,41
i*	0	0
j*	0	0
Valores verdadeiros		Sem e com tratamento prévio com dispositivo ultrassônico
-1,41	0	0
-1	1,7	0,5
0	5,9	1,8
1	10,1	3,1
1,41	11,8	3,6

Nota: *Ponto central

3.2.2.3 *Aplicação das Técnicas de Maturação*

Técnica de Micro-Oxigenação

A micro-oxigenação foi efetivada desde o primeiro dia de maturação da cerveja. Para micro-oxigenar a cerveja foi utilizado um cilindro de oxigênio de 99,5% de pureza (10 L), acoplado com uma válvula reguladora de pressão (regulada para 5,5 bar). A dosagem foi realizada através da ligação desse oxigênio no terminal de entrada do aparelho Microsafe O_2 (AEB Engineering, São José dos Pinhais, PR, Brasil), o qual é enviado ao terminal de saída do aparelho e interligado à bebida com auxílio de um difusor de cerâmica (porosidade de 0,5 µm).

O aparelho Microsafe O_2 apresenta um microprocessador interno que calcula o oxigênio através da equação dos gases, apresentada a seguir:

$$n = \frac{p.v}{R.T}$$

Sendo: n= massa do gás; p= pressão do gás, v= volume; R= constante dos gases (0,08205 atm.L/ mol.K); T= temperatura. Pressão e temperatura foram verificadas através de sensores apropriados, mergulhados na cerveja.

Cada dosagem foi realizada manualmente, conforme a concentração de oxigênio (MOX) desejada (Tabela 14), calculou-se o tempo de permanência do difusor de cerâmica em contato com a cerveja com auxílio da programação de 24 mg/L/d. O processo foi realizado uma vez por mês, durante seis meses.

Técnica de Ultrassom

Os *chips* de madeira de carvalho francês foram tratados em dispositivo ultrassônico (SONICS Vibra-Cell modelo VCX750, Newtown, USA), com 750 W de potência, 20 kHz de frequência, com 60% de amplitude. Para a aplicação dos tratamentos ultrassônicos, 10 g de *chips* ficam imersos em 100 mL de solução alcoólica padrão a 8 °GL, por uma hora, a temperatura da sonda ultrassônica, 25 °C, foi controlada em banho gelado (Kruger *et al*., 2023; Linares; Rojas, 2022). Esta solução passou por análise de fenóis totais.

3.2.2.4 *Análises da Cerveja*

Análises de Acidez Total e pH

A acidez total (meq/L) foi determinada por titulação com NaOH 0,1M, com a utilização de 0,5 mL de fenolftaleína 1% como indicador ácido-base. Foram pipetados 10 mL de amostra em um frasco Erlenmeyer contendo 100 mL de água destilada. A titulação ocorreu até coloração rósea persistente (IAL, 2008).

A verificação do pH foi realizada com pHmetro digital (modelo DMPH-1 Digimed – Tecnal, São Paulo, Brasil). A amostra foi mantida em 20 ± 1 ºC antes da análise. 50 mL desta amostra foram adicionadas em um béquer, e com a imersão direta do

eletrodo na amostra foi possível realizar a leitura do pH (ANALYTICA EBC 9.35 pH *of Beer*, 2004).

Análise de Amargor

A quantificação de iso-α-ácido ocorreu com a transferência de 5 mL de amostra em um tubo de centrífuga, seguida da adição de 0,5 mL de HCl 4M e 10 mL de iso-octano. Este tubo foi agitado, em uma mesa agitadora (modelo HS 501, IKA, Staufen, Alemanha), ajustada em 3,2 *g* durante 20 min, e centrifugado em rotação (centrífuga modelo *Thermo Scientific Sorvall Legend* X1, Thermo Fisher, Friburg, Alemanha) de 1509 *g* durante 3 min. E por fim, foi realizada a leitura em espectrofotômetro (modelo UV-Vis *Nanocolor*, MACHEREY-NAGEL, Düren, Alemanha) com absorbância em 275 nm (ANALYTICA EBC 9.8 *Bitterness of Beer* (IM), 2004).

Análise de Cor

Para a determinação da cor da cerveja em termos de EBC foi utilizado o espectrofotômetro com absorbância em 430 nm. Para isto a amostra foi passada por um filtro de membrana de nitrocelulose (0,22 μm) e a leitura realizada no espectrofotômetro (modelo UV-Vis *Nanocolor*, MACHEREY-NAGEL, Düren, Alemanha) (ANALYTICA EBC 9.6 *Colour of Beer: Spectrophotometric Method* (IM), 2000).

Para a determinação da cor da cerveja em termos da Comissão Internacional *d'Eclairage* (CIE), os resultados foram expressos pelas coordenadas do espaço de cores: L*, a* e b*. As amostras de cerveja foram analisadas em colorímetro digital (CM-5-ID, KONICA MINOLTA, Osaka, Japão).

O parâmetro L*, indica a luminosidade (branco = 100 e preto = 0), a* as coordenadas de verde (-a) a vermelho (+a) e, b* as coordenadas de azul (-b) a amarelo (+b). O parâmetro *Chroma* (C*), indicativo da intensidade de cor, foi calculado conforme a equação a seguir:

$$C^* = (a^2 + b^2)^{1/2}$$

O parâmetro ângulo *Hue* (h°), indicativo de tonalidade, foi calculado conforme as equações apresentadas a seguir:

$h^* = \tan^{-1}(b^*/a^*) + 180°$, quando $a^* < 0$;

$h^* = \tan^{-1}(b^*/a^*)$, quando $a^* > 0$

As diferenças totais de cor (ΔE^*) entre as amostras testadas (após a maturação) e a amostra controle (sem tratamento) foram calculadas de acordo com a seguinte equação:

$$\Delta E^* = (\Delta L^2 + \Delta a^2 + \Delta b^2)^{1/2}$$

Análise do Grau Alcoólico

A determinação do teor de álcool presente na amostra contou com uma destilação da cerveja. Assim, 50 g de amostra foram adicionados em um balão, adicionando 30 mL de água deionizada e 1 gota de antiespumante dimetilpolisiloxano (*LowFoam*, Prozyn, São Paulo). Na saída do condensador foi acoplado um béquer contendo 3 mL de água deionizada. Ao iniciar a destilação, 40 mL de solução foram coletados e homogeneizados com auxílio de um bastão.

A análise seguiu para a verificação da densidade, em densímetro eletrônico (modelo DMA 4500M – Anton Paar, Graz, Áustria), da densidade da cerveja (amostra) e densidade do destilado (amostra contida no béquer). Determinou-se por meio de cálculos os valores de álcool (v/v) (ANALYTICA EBC 9.2.1 *Alcohol in beer by distilation*, 2008), conforme as equações:

$$\text{Álcool \% (m/m)} = \frac{(517{,}4 \text{ x } \left(1 - \left(\frac{B}{0{,}9982}\right)\right) + \left(5084 \text{ X } (1 - \left(\frac{B}{0{,}9982}\right)^2\right) + \left(33503 \text{ X } (1 - \left(\frac{B}{0{,}9982}\right)^3\right)}{0{,}948}$$

$$\text{Álcool \% (v/v)} = \text{Álcool \% (m/m)} \text{ x } \left(\frac{\frac{A}{0{,}9982}}{0{,}791}\right)$$

Sendo: A= densidade da cerveja; B= densidade do destilado.

Análise do Teor de Fenóis Totais

A análise foi conduzida em tubo de ensaio contendo 50 µL de amostra, 4,2 mL de água destilada e 250 µL do reagente de *Folin Ciocalteu* (1:10). Após 3 min de reação, foram adicionados 500 µL de carbonato de sódio saturado (20% m/v) e houve agitação por 5 s em vórtex (vórtex mixer, KMC-1300 V, VISION SCIENTIFIC CO.,

LTD, Yuseong-Gu, Daejeon-Si, Korea). O conjunto permaneceu parado em local escuro por 1 h, e tiveram os compostos fenólicos totais detectados por espectrofotometria com absorbância de 720 nm (SHIMADZU, UVmini-1240, SP, Brasil). As concentrações foram calculadas a partir de uma curva padrão de ácido gálico, conforme a equação a seguir:

Teor de fenóis totais = $\frac{\text{absorbância}+0,009069}{0,000754}$, com R^2 = 0,9994.

A curva padrão foi previamente preparada e os resultados foram expressos em miligramas equivalentes de ácido gálico por litro (mg EAG/L) (Singleton; Rossi, 1965).

Análise do Teor de Fenóis individuais

Uma amostra de 50 mL de cada cerveja foi congelada a -80 ºC em ultra freezer (NUAIRE, NU-9668GC, MN, USA), e posteriormente liofilizada (LD1500, Terroni, São Paulo, SP, Brasil). As amostras foram reconstituídas com 7 mL de metanol: água (75:25, v/v) e filtradas com filtro de seringa 0,22 µm (Nylon) (Waters, Milford, MA, EUA) antes da análise.

A análise do teor de compostos fenóis individuais foi realizada conforme Bortoletto e Alcarde (2013), com modificações. A identificação e quantificação por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) em cromatógrafo Nexera-i LC-2040C 3D PLUS (Shimadzu, Tokio, Japão) ocorreu com análise por *software LabSolutions Lite*. A separação foi realizada na coluna XTerra MS C18 (4,6 x 250 mm, 5 µm) (Waters, EUA) a 30°C. A fase móvel foi composta pelo solvente A (ácido acético a 2,0% v/v) e solvente B (metanol/água/ácido acético a 70:28:2 v/v/v). O gradiente aplicado foi: 5% de B (0 a 19 minutos), 5 a 40% de B (19 a 31 minutos), 40 a 65% de B (31,01 a 44 min), seguido de uma corrida isocrática a 5% de B (5 min) e recondicionamento da coluna (5% de B, 5 min). A taxa de fluxo foi de 0,9 mL/min.

A identificação dos compostos fenólicos foi realizada comparando o tempo de retenção e espectros com os dos padrões, com os cromatogramas em 280 e 320nm. A quantificação foi realizada usando as curvas de calibração dos padrões (4, 8, 16, 24, 32 e 40 mg/L). As equações de regressão dos padrões, limite de detecção, limite de quantificação, tempo de retenção, e comprimento de onda usados para quantificar os compostos fenólicos nas amostras de licores são apresentados na Tabela 15.

Tabela 15 - Parâmetros cromatográficos dos fenóis individuais analisados por CLAE.

Fenóis individuais	TR (min)	Banda UV (nm)	Regressão Linear (mg/L)	R^2	LOD (µg/mL)	LOQ (µg/mL)
Ácido gálico	5,7	271	Y = 32277x – 4623,5	0,9998	0,06	0,19
5-HMF	7,5	285	Y = 53706x – 59267	0,9999	0,11	0,34
Furfural	9,8	275	Y = 99727x + 3397,1	0,9997	0,08	0,24
Ácido vanílico	17,0	260	Y = 36617x – 3506,6	0,9998	0,05	0,15
Ácido siríngico	19,0	275	Y = 97168x + 853,2	0,9998	0,06	0,18
Vanilina	19,5	280	Y = 164965x – 14343	0,9998	0,11	0,35
Siringaldeído	21,3	305	Y = 165776x – 4100,8	0,9998	0,13	0,40
Ácido cumárico	23,1	310	Y= 219324x – 13060	0,9998	0,15	0,46
Ácido ferúlico	25,4	322	Y= 74555x – 13685	0,9998	0,11	0,34
Coniferaldeído	27	340	Y= 133278x – 20651	0,9998	0,18	0,54
Ácido elágico	34,4	255	Y= 72104x - 1987,8	0,9966	0,85	2,59

Nota: TR = tempo de retenção; LOD = limite de detecção; LOQ = limite de quantificação. 5-HMF = 5-Hidroximetil furfural.

Determinação do Oxigênio Dissolvido

O oxigênio dissolvido foi determinado diretamente no barril de madeira e nos recipientes de polipropileno, com auxílio Medidor Óptico Portátil de CO_2/O_2 da *Haffmans*, modelo c-DGM, apresentado na Figura 9 (Enschede, Holanda). Para isto, uma mangueira de coleta foi conectada entre o barril de madeira/recipientes e o equipamento, outra mangueira foi conectada no equipamento para a saída da cerveja. Com a válvula borboleta aberta foi fornecido um baixo fluxo de velocidade a cerveja a ser medida, assim que a câmara de medição foi preenchida com cerveja, a válvula foi fechada e o valor do oxigênio dissolvido (OD) apareceu no visor. O sensor utilizado é de faixa ampla de medição (WLO), o qual tem indicação para medições precisas com OD < 45 mg/L. O sensor de oxigênio mediu o conteúdo de OD pelo método óptico através da luminescência, exposto a uma luz azul.

Análise de Turbidez

Uma amostra de 10 mL de cerveja foi adicionada a cubeta, para ser acoplada em um turbidímetro (modelo DM-TU, Digimed, São Paulo, Brasil), para a leitura em NTU, após cálculos foram realizados para obtenção da turbidez em EBC, sendo a turbidez o quociente da turbidez da cerveja em NTU pela constante de turbidez (4,081) (SMEWW – 23rd Edition – Método 2130 B, 2017).

Análise sensorial

A análise sensorial foi submetida ao Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos (COEP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG),

aprovada com o registro CAAE 70363123.8.0000.0105. A análise sensorial descritiva quantitativa (Teixeira, 2009) contou com uma equipe, de 15 julgadores, os integrantes da equipe sensorial são treinados através de experiências diretas com habilidades em identificar e reconhecer estímulos específicos da cerveja, obtendo desta forma uma descrição de maneira consistência nos testes sensoriais. Todos os julgadores são colaboradores da Cooperativa Agrária, e apresentam formação como Mestre Cervejeiro pela *Doemens Akademie* (Alemanha), Universidade Técnica de Munique (Alemanha) e VLB (Alemanha), *Biersommelier* pela *Doemens Akademie* (Alemanha) e/ou Técnico Cervejeiro pelo SENAI (Rio de Janeiro) e Colégio Imperatriz (Guarapuava). As amostras dos barris e recipientes, descarbonatadas, foram servidas, em cabine individual, própria para avaliação sensorial juntamente com o Roteiro de Degustação e Avaliação de Cervejas (Anexo A).

Análise estatística

As análises da cerveja foram realizadas em triplicata, os resultados foram apresentados como média acompanhada do desvio padrão amostral e em gráficos, sendo que os pontos foram unidos para facilitar a visualização dos resultados de uma maneira didática, mesmo sabendo que não se pode afirmar tais linearidades. Quando aplicável, o teste de *Fisher* foi utilizado para comparar as médias ($p<0,05$). As análises estatísticas foram realizadas utilizando o *software Statistica*, versão 10.0 (TIBCO, Palo Alto, EUA). Para as análises de fenóis totais e fenóis individuais, utilizou-se o Microsoft Excel para aplicar a escala de cor, vermelho, laranja, amarelo e verde, varia nesta ordem, conforme a concentração de fenóis aumenta.

3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

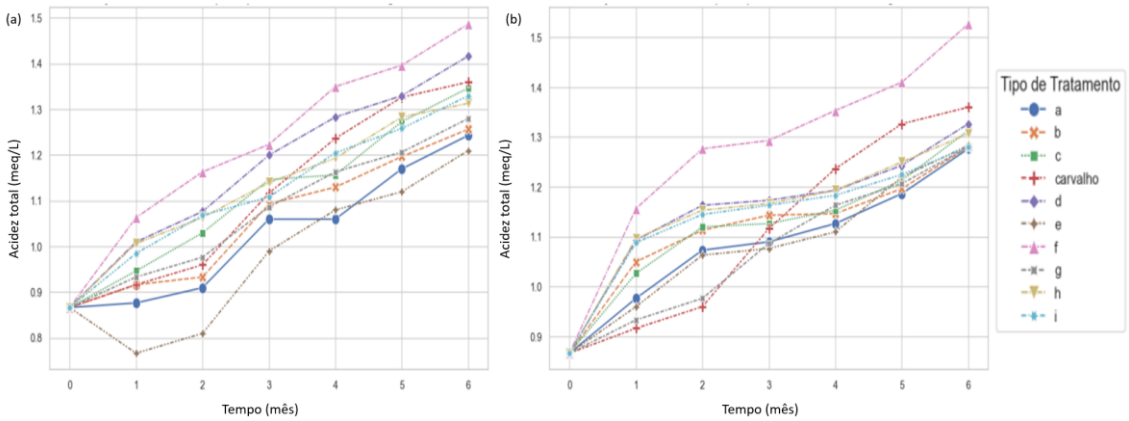
A *Barleywine* armazenada em barril de carvalho francês foi comparada quanto ao uso de diferentes concentrações de micro-oxigenação e a adição de *chips* de madeira, sem e com tratamento prévio em dispositivo ultrassônico, dessa mesma espécie durante seis meses.

3.3.1 Parâmetros Físico-Químicos e Instrumentais

Análises de Acidez Total e pH

A acidez total aumentou no decorrer do tempo para todos os experimentos. O experimento ‘f’ apresentou a média mais alta entre os experimentos avaliados, e conforme a Figura 12 apontou uma distinção notável, uma vez que recebeu a máxima concentração de micro-oxigenação, 11,8 mg/L/mês, e 1,8 g/L de *chips* de madeira.

Figura 12 - Acidez total (meq/L) dos experimentos com MOX e *chips* de madeira sem tratamento (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b)



Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

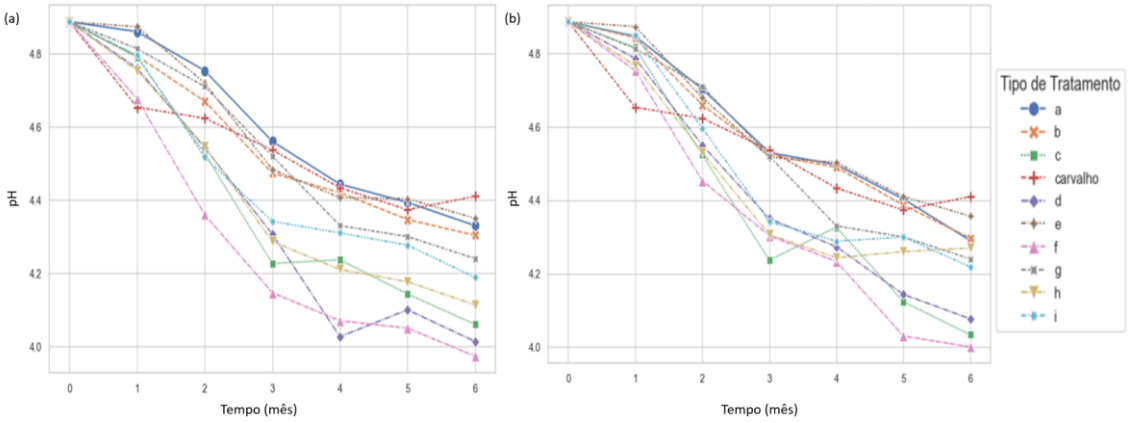
Calugar *et al*. (2020) não observaram influência na acidez total quando o vinho branco foi maturado em condição de barril e em infusão com *chips* de madeira, foram significativamente influenciados apenas pelo tempo de maturação. Esse comportamento da acidez total pode estar correlacionado com a oxidação do etanol em ácido acético, e com a extração de compostos ácidos oriundos da madeira (López-Ramírez *et al*., 2013; Silva *et al*., 2022).

O processo de ultrassom favorece o processo de oxidação, devido à presença de radicais livres formados pela sonólise (Delgado-González *et al*., 2017), e consequentemente, produção de ácido acético, o qual favorece o acréscimo na acidez total.

Enquanto, o pH reduziu durante os seis meses de maturação da cerveja, para todos os experimentos (Figura 13), corroborando com a análise da acidez total (Figura

12) e do oxigênio dissolvido (Figura 19). Uma vez que, o menor valor de pH é do tratamento ‘f’, ou seja, a cerveja que contou com a máxima quantidade de oxigênio adicionada (11,8 mg/L/mês). Essas reduções do pH são esperadas para as bebidas maturadas, podendo ser explicadas devido a formação de ácidos por oxidação de álcoois e aldeídos, pela extração de compostos ácidos da madeira ou pela atividade microbiológica que proporcionam ácidos orgânicos via excreção dos microrganismos (Guimarães *et al*., 2020; Silva *et al*., 2022).

Figura 13 – Evolução do pH nos experimentos com MOX e *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b)



Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

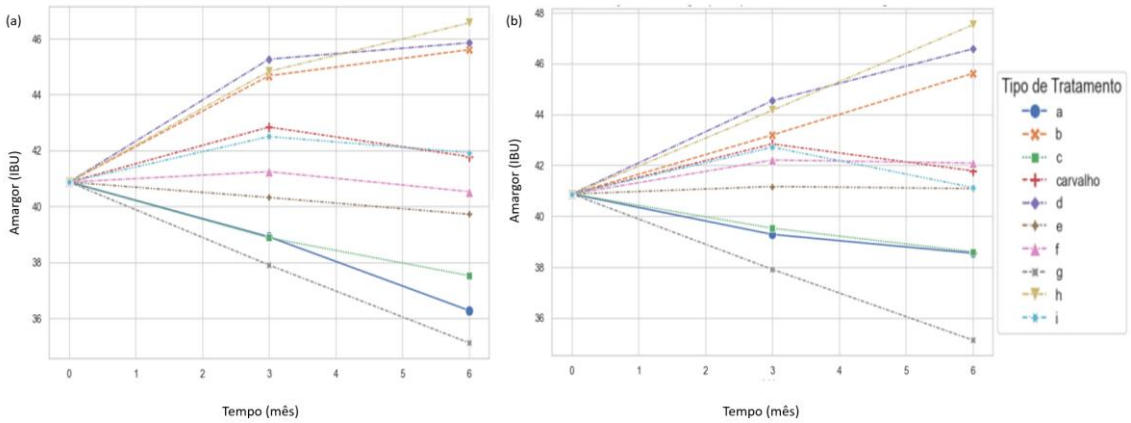
Análise de Amargor

Na análise de amargor os comportamentos foram diferentes entre os experimentos, os acréscimos foram verificados nos ensaios ‘b’, ‘d’ e ‘h’ (Figura 14), assim, as quantidades de 3,1 e 3,6 g/L de *chips* de madeira influenciaram no teor de amargor da cerveja. Além disso, o tratamento com ultrassom nos *chips* de madeira proporcionou um aumento médio, no sexto mês, de 2% no amargor da cerveja. Wyler *et al*. (2015) constataram um aumento de amargor para a cerveja em contato com os fragmentos de madeira em relação ao controle (cerveja sem cubos de carvalho), sendo atribuído à solubilização dos extrativos na maturação da cerveja.

Silvello (2019) correlacionou positivamente a concentração do teor de fenóis totais com o amargor da cerveja, e os experimentos com maiores teores de fenóis totais, ‘b’, ‘d’ e ‘h’, foram condizentes com o amargor da cerveja. Essa correlação é explicada pela metodologia de quantificação, que analisa os compostos apolares, e a

resina da madeira contém estes compostos, que dentre eles, estão os fenólicos apolares.

Figura 14 - Amargor (IBU) das cervejas nos experimentos utilizando *chips* de madeira sem tratamento (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b)



Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

O comportamento do amargor para a amostra padrão, cerveja maturada no barril de carvalho francês, foi decrescente a partir do terceiro mês, não havendo diferença significativa no início e no final do processo. O experimento sem a adição dos *chips* de madeira, 'g', reduziu em 14% o amargor, sendo esse valor influenciado apenas pelo efeito da micro-oxigenação, através da degradação de compostos do lúpulo. Uma vez que, os iso-α-ácidos são suscetíveis à degradação durante o armazenamento, processo este influenciado pela estabilidade sensorial, que engloba uma sucessão de reações provocadas por condições ambientais como a presença de luz, oxidação e temperatura. E, essa degradação tende a favorecer a redução do amargor da cerveja (Almeida, 2011). A quantidade de 0,5 g/L de chips de madeira proporcionou baixas concentrações de amargor nas cervejas, conforme disposto os ensaios 'a' e 'c'.

Análise de Cor

A luminosidade apresentou comportamento similar entre os experimentos, com um acréscimo até o primeiro mês, seguido de uma redução (Figura 15). Este fato possivelmente ocorreu devido a decantação dos compostos em suspensão,

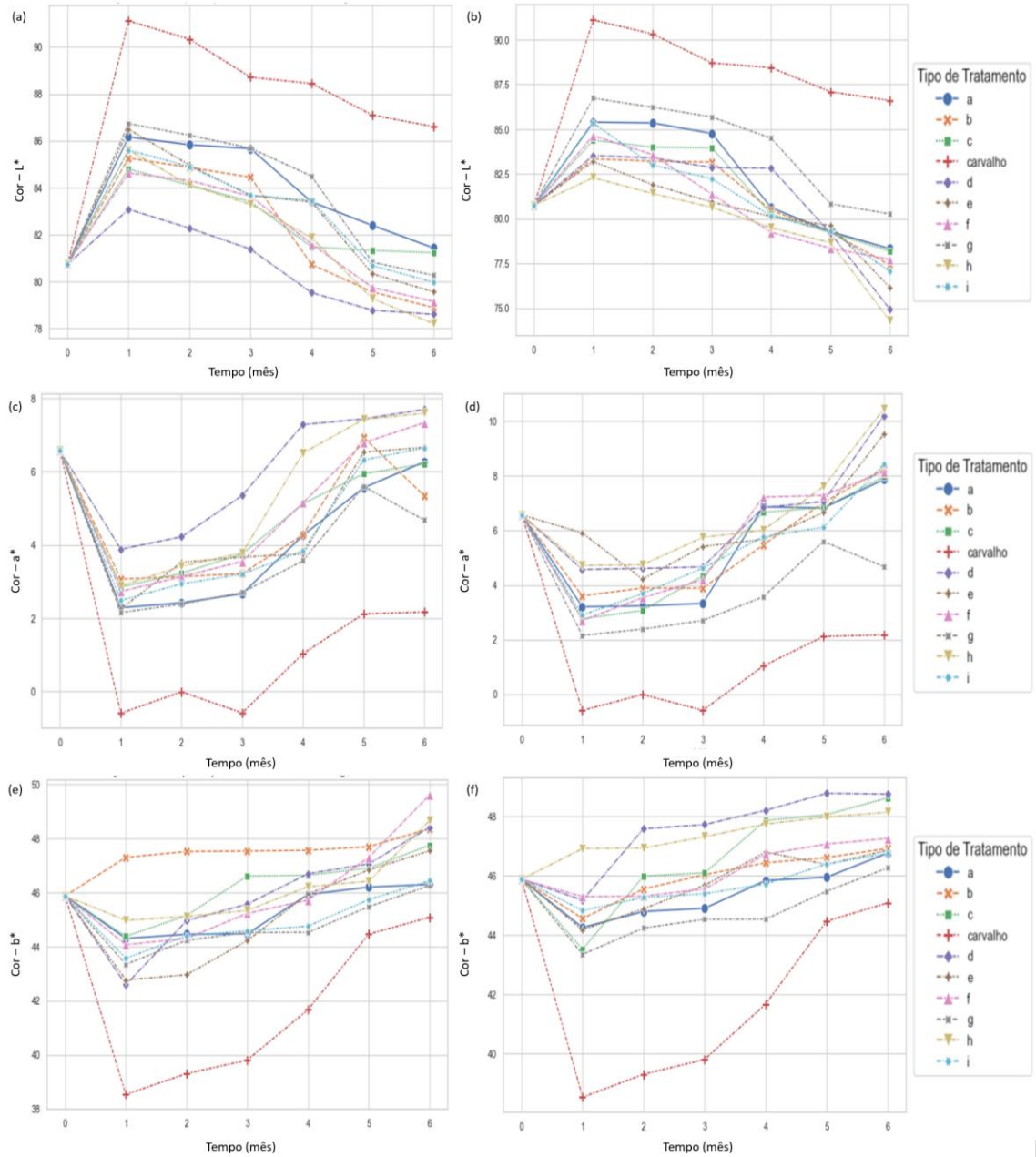
combinada com a redução da turbidez das cervejas, e a partir do primeiro mês a madeira provavelmente passou a incrementar cor à bebida.

A luminosidade da cerveja envelhecida no barril de carvalho francês é nitidamente maior que a dos experimentos. A presença dos *chips* de madeira, tratados com ultrassom, contribuíram em uma cerveja com luminosidade inferior, Balcerek e colaboradores (2017) associaram valores mais baixos de luminosidade com a extração de polifenóis. Kruger *et al*. (2023) também confirmaram o decréscimo na luminosidade na presença de *chips* de madeira na maturação do licor de maçã.

A coordenada a* proporcionou uma redução no primeiro mês, e logo passou a elevar. Os valores mais elevados são dos experimentos ‘d’ e ‘h’, especialmente aqueles utilizando os *chips* de madeira tratados com ultrassom. A coordenada b* proporcionou um acréscimo a partir do primeiro mês, exceto para os experimentos ‘b’ e ‘h’, para os *chips* de madeira sem e com tratamento prévio em dispositivo ultrassônico, respectivamente, que tiveram aumento desde o início da maturação.

A diferença total de cor mostrou-se mais dominante nos ensaios ‘d’ e ‘h’ com 10,1 e 5,9 mg/L/mês de mixro-oxigenação em conjunto com 3,1 e 3,6 g/L de *chips* de madeira tratados com ultrassom, respectivamente (Tabela 16). As cervejas dos experimentos ‘d’ e ‘h’ com *chips* de madeira previamente tratados com ultrassom, apresentam-se entre os maiores valores de C* de 49,8 e 49,3, ou seja, elevada saturação da cor, e menor ºh de 78,2 e 77,8, incrementando a cor amarela. Também apresentaram os menores índices de L* com 74,9 e 74,3, e maiores valores de a* (10,2 e 10,5). Os valores de b* estão entre os maiores, com 48,8 e 48,1, respectivamente. Finalizando com uma diferença expressiva na cor dos dois experimentos.

Figura 15 - Análise de cor dos experimentos. Parâmetro L* para *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b). Parâmetro a* para *chips* de madeira sem tratamento prévio (c) e com tratamento prévio com ultrassom (d). Parâmetro b* para *chips* de madeira sem tratamento prévio (e) e com tratamento prévio com ultrassom (f)



Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

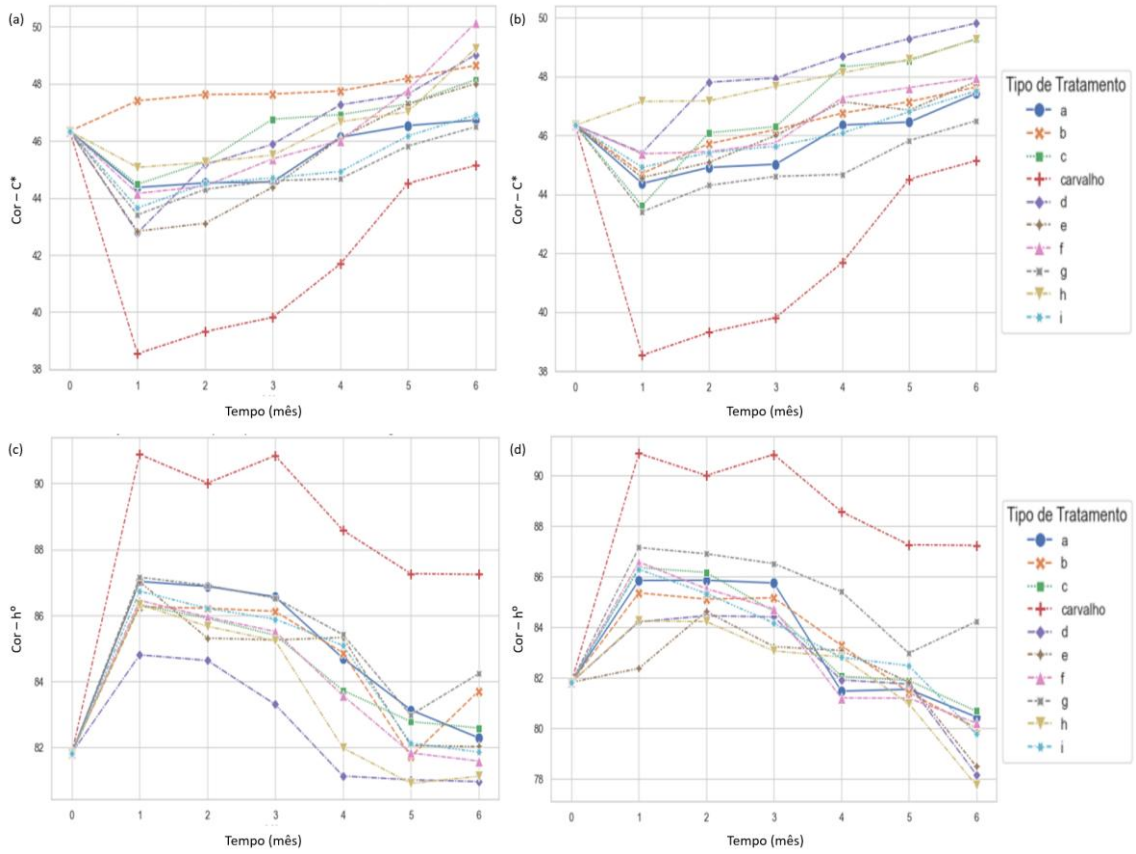
Tabela 16 - Diferença total de cor (ΔE) para os experimentos com a cerveja *Barleywine.*

Tratamento com US	CF	a	b	C	d	e	F	g	h	i	j
SUS	$7,42^{A}\pm0,20$	$1,17^{aF}\pm0,35$	$3,32^{aD}\pm0,06$	$2,07^{bE}\pm0,10$	$3,50^{bCD}\pm0,39$	$2,04^{bE}\pm0,32$	$4,17^{aB}\pm0,12$	$2,01^{aE}\pm0,11$	$3,91^{bBC}\pm0,28$	$1,40^{bF}\pm0,78$	$1,30^{bF}\pm0,05$
CUS	$7,42^{A}\pm0,20$	$2,93^{aDE}\pm1,84$	$3,86^{aCD}\pm0,50$	$4,02^{aCD}\pm0,24$	$7,43^{aA}\pm1,20$	$5,55^{aB}\pm0,05$	$3,67^{bCD}\pm0,82$	$2,01^{aE}\pm0,11$	$7,90^{aA}\pm1,19$	$4,02^{aCD}\pm0,63$	$4,53^{aBC}\pm0,26$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes na mesma linha significam diferença significativa ($p<0,05$), de acordo com o teste de Fisher LSD. Sendo: CF = carvalho francês; SUS = sem ultrassom; CUS = com ultrassom. CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g= 5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L; j= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

Na Figura 16, o parâmetro C*, comportou-se como a coordenada b*. O ºh teve um aumento até o primeiro mês, e após apresentou um resultado decrescente. Os resultados apresentados pela cerveja *Barleywine* foram condizentes aos esperados para uma bebida envelhecida em contato com a madeira, ou seja, houve incremento dos parâmetros a*, b* e C*, e uma redução na L* e ºh (Schwarz *et al*., 2011).

Figura 16 - Análise de cor dos experimentos. Parâmetro C* para *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b). O ºh para *chips* de madeira sem tratamento prévio (c) e com tratamento prévio com ultrassom (d)



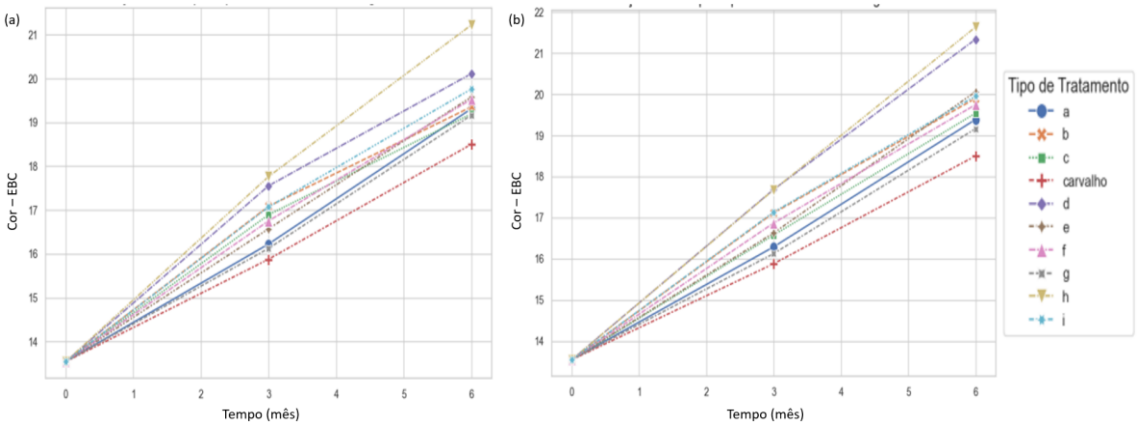
Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

A cor da cerveja, em termos de EBC, aumentou durante a maturação. Ainda, os experimentos proporcionaram uma cerveja mais escura quando comparados ao padrão, estabelecido como a cerveja armazenada no barril de carvalho francês. Os experimentos ‘d’ e ‘h’ resultaram nos maiores incrementos,

especialmente com os *chips* de madeira previamente tratados com ultrassom, sendo um ponto favorável quando se trata de uma bebida maturada.

Durante a maturação de bebidas, o oxigênio determina a formação de pigmentos derivados de antocianinas, formados por compostos fenólicos hidrossolúveis, que se desenvolvem da senescência vegetal de espécies de madeira (Silvello, 2019). A coloração adquirida durante a maturação pode estar relacionada a estes complexos antociânicos. Assim, a taxa de oxigênio dissolvida e a concentração de fenóis totais têm correlação direta com a cor da bebida (Carrasco-Quiroz *et al*., 2022; Silvello, 2019).

Figura 17 - Análise de cor (EBC) para os experimentos com *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b)



Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

Análise do Grau Alcoólico

As diferentes técnicas de maturação proporcionaram à cerveja um grau alcoólico, no último mês, variando de 8,14 a 8,68 % v/v, sem diferença significativa entre estes experimentos. Uma redução de 9,69 ± 0,29 para 8,43 ± 0,27 foi verificada para o grau alcoólico dos experimentos. Ainda, uma redução similar foi apresentada pela *Barleywine* maturada no barril de carvalho francês, que no sexto mês apresentou 7,97 ± 0,52 de álcool (%v/v). Isso possivelmente ocorreu devido à absorção do álcool pela madeira, à evaporação pelos poros do barril, e a umidade relativa do ar (Tarko; Krankowskie; Duda-Chodak, 2023).

Análise do Teor de Fenóis Totais

O comportamento do teor de fenóis totais com os experimentos foi crescente no decorrer dos seis meses de envelhecimento da cerveja, com exceção ao ensaio ‘g’, referente ao experimento sem adição de *chips* de madeira, que reduziu 0,5% quando comparado o início e final do processo de maturação. Kruger *et al*. (2023) constataram uma redução de 15% no teor de fenóis totais, em licor de maçã maturada sem a adição de *chips* de madeira. O comportamento do teor de fenóis totais está apresentado na Tabela 17.

Ao final do período de seis meses, a cerveja submetida ao experimento ‘h’, apresentou os concentração maior de fenóis totais, finalizando com 798,1 e 802,9 mg de ácido gálico/ L, para o uso dos *chips* sem e com tratamento por ultrassom, respectivamente. Um acréscimo de 29,0 e 29,7% quando comparados à cerveja pronta. Ainda, a solução alcoólica, utilizada no tratamento com ultrassom, foi analisada, e apresentou um resultado para fenóis totais de 128,8 mg de ácido gálico/L. Isso indica que parte dos fenóis foi retirada da madeira, deixando-a com menos concentração para infundir na cerveja.

A partir do quarto mês, os experimentos ‘b’, ‘d’ e ‘h’ com *chips* de madeira sem tratamento prévio, ultrapassaram os valores de teor de fenóis totais da cerveja armazenada no barril de carvalho francês. O mesmo comportamento foi verificado para a cerveja em contato com os *chips* de madeira, previamente tratados por ultrassom, ainda no terceiro mês. Em suma, as tecnologias alternativas de *chips* de madeira juntamente com a micro-oxigenação aceleraram a maturação em 60 dias, enquanto estas duas técnicas com o tratamento prévio com dispositivo ultrassônico, reduziu o processo em 90 dias, quando comparados a maturação tradicional em barril de madeira.

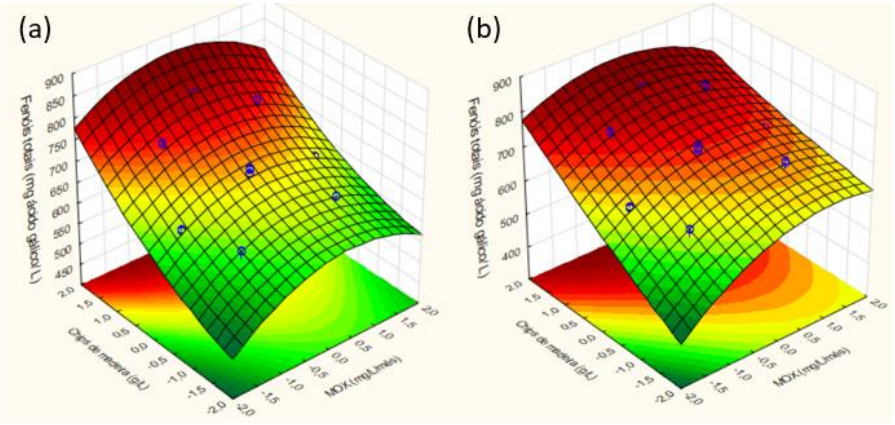
Tabela 17 - Teor dos fenóis totais (mg ácido gálico/ L) com MOX e *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b).

Tempo (meses)	0	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
CF	$619^{F}\pm2$	$623^{cdE}\pm4$	$656^{aD}\pm1$	$674^{aC}\pm2$	$678^{cC}\pm2$	$710^{cB}\pm2$	$717^{dA}\pm1$	$623^{bc}\pm4$	$656^{b}\pm1$	$674^{b}\pm2$	$678^{c}\pm2$	$710^{c}\pm2$	$717^{de}\pm1$
		***Chips* sem ultrassom**						***Chips* com ultrassom**					
a	$619^{D}\pm2$	$622^{dBCD}\pm2$	$621^{fCD}\pm1$	$623^{fABC}\pm2$	$625^{eAB}\pm1$	$624^{hABC}\pm2$	$626^{jA}\pm2$	$619^{bcD}\pm2$	$621^{eCD}\pm1$	$622^{fCD}\pm3$	$623^{gABC}\pm3$	$624^{hABC}\pm3$	$623^{hABC}\pm2$
b	$619^{J}\pm2$	$634^{aI}\pm4$	$643^{bH}\pm3$	$659^{bG}\pm3$	$696^{bF}\pm5$	$718^{bD}\pm3$	$751^{cB}\pm2$	$643^{aH}\pm2$	$657^{bG}\pm1$	$701^{aE}\pm2$	$739^{aC}\pm3$	$753^{bAB}\pm2$	$757^{cA}\pm2$
c	$619^{I}\pm2$	$621^{dI}\pm1$	$626^{efH}\pm1$	$627^{fGH}\pm2$	$630^{eG}\pm1$	$634^{fgF}\pm5$	$650^{hD}\pm1$	$626^{bGH}\pm1$	$634^{cF}\pm31$	$642^{dE}\pm2$	$656^{deC}\pm1$	$665^{fB}\pm4$	$695^{fA}\pm4$
d	$619^{K}\pm2$	$630^{abcJ}\pm3$	$644^{bI}\pm3$	$670^{aG}\pm3$	$705^{aF}\pm4$	$723^{bE}\pm1$	$758^{bB}\pm2$	$648^{aI}\pm3$	$664^{aH}\pm1$	$703^{aF}\pm2$	$733^{abD}\pm2$	$748^{b}\pm3$	$777^{bA}\pm2$
e	$619^{H}\pm2$	$621^{dGH}\pm1$	$622^{efG}\pm37$	$625^{fEF}\pm1$	$627^{eDE}\pm1$	$629^{gCD}\pm2$	$632^{iBC}\pm2$	$623^{bcFG}\pm3$	$628^{dDE}\pm2$	$632^{eB}\pm2$	$632^{fB}\pm2$	$630^{gBCD}\pm1$	$636^{gA}\pm3$
f	$619^{J}\pm2$	$621^{dIJ}\pm2$	$625^{efHI}\pm2$	$630^{efGH}\pm2$	$631^{eG}\pm2$	$640^{fF}\pm2$	$662^{gD}\pm1$	$649^{aE}\pm1$	$664^{aD}\pm1$	$674^{bC}\pm3$	$682^{cB}\pm2$	$686^{eB}\pm1$	$693^{fA}\pm8$
g	$619^{C}\pm2$	$613^{dCD}\pm11$	$610^{gD}\pm1$	$636^{deB}\pm1$	$653^{dA}\pm2$	$634^{fgB}\pm3$	$616^{kCD}\pm3$	$613^{cCD}\pm11$	$610^{fD}\pm1$	$636^{eB}\pm1$	$653^{eA}\pm2$	$634^{gB}\pm3$	$616^{iCD}\pm3$
h	$619^{I}\pm2$	$631^{abH}\pm1$	$637^{cG}\pm1$	$656^{bF}\pm2$	$699^{abE}\pm8$	$757^{aC}\pm1$	$798^{aA}\pm2$	$623^{bcI}\pm2$	$623^{eI}\pm2$	$699^{aE}\pm1$	$732^{bD}\pm2$	$777^{aB}\pm2$	$803^{aA}\pm2$
i	$619^{H}\pm2$	$627^{bcdG}\pm1$	$633^{cdF}\pm2$	$642^{cdE}\pm2$	$654^{dD}\pm4$	$663^{eC}\pm2$	$692^{fB}\pm2$	$625^{bcG}\pm1$	$633^{cdF}\pm4$	$646^{dE}\pm5$	$663^{dC}\pm3$	$688^{eB}\pm5$	$710^{eA}\pm5$
j	$619^{H}\pm2$	$623^{dGH}\pm1$	$628^{deG}\pm2$	$644^{cE}\pm4$	$653^{dD}\pm2$	$674^{dC}\pm1$	$703^{eB}\pm3$	$625^{bG}\pm4$	$636^{cF}\pm4$	$654^{cD}\pm3$	$677^{cC}\pm3$	$698^{dB}\pm3$	$726^{dA}\pm8$

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa ($p<0,05$), de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras maiúsculas diferentes na mesma linha significam diferença significativa ($p<0,05$), de acordo com o teste de Fisher LSD. CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L; j= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente. A escala de cor, vermelho, laranja, amarelo e verde, varia nesta ordem, conforme a concentração de fenóis totais aumenta.

A metodologia de superfície de resposta para fenóis totais no sexto mês (Figura 17), indicou que a concentração de 5,9 mg/L/mês de micro-oxigenação mais a quantidade de 3,6 g/L de *chips* de madeira proporcionou maiores resultados (para os *chips* sem tratamento: não apresentou falta de ajuste (p=0,002), R^2= 0,94159 e R ajustado= 0,9249; para os chips com tratamento: não apresentou falta de ajuste (p=0,003), R^2= 0,9344 e R ajustado= 0,9016).

Figura 18 – Superfície de resposta do teor de fenóis totais no sexto mês para a cerveja *Barleywine* em contato com chips de madeira (a) sem tratamento e (b) previamente tratados em dispositivo ultrassônico



Análise do Teor de Fenóis individuais

O maior teor de ácido gálico foi para a cerveja maturada com 3,6 g/L de *chips* de madeira previamente tratados em dispositivo ultrassônico (Tabela 18). Sendo, o conteúdo de ácido gálico potencial causador de adstringência e, quando associado às proteínas, causam turbidez (Leão, 2006). Esses resultados corroboram com a análise sensorial do paladar e a turbidez, especialmente para os experimentos ‘h’, ‘d’ e ‘b’. Estes experimentos também apresentaram os maiores teores de ácido elágico, responsável por propiciar adstringência à cerveja por ser um composto oriundo do tanino hidrossolúvel.

As hexoses geram o 5-HMF através da hidrólise da celulose, e o furfural por pentoses via hidrólise da hemicelulose, esses compostos são provenientes da reação de *Maillard* que ocorre na torra da madeira (Bortoletto; Alcarde, 2015). Isto justifica os experimentos com as maiores quantidades de *chips* de madeira apresentarem os maiores teores, e corrobora com a análise de cor indicando mais incremento para os ensaios 'd’ e ‘h’.

Nas cervejas analisadas foram identificados os compostos vanilina, ácido vanílico, siringaldeído e ácido siríngico. Esses compostos são derivados da lignina, que em contato com o etanol formam os aldeídos cinâmicos (coniferaldeído e sinapaldeído) e benzóicos (vanilina e siringaldeído), logo esses são oxidados aos seus respectivos ácidos (vanílico e siríngico) (Canas, 2017; Cerniserv, 2017). Essa correlação justifica o baixo teor dos compostos de vanilina e siringaldeído e, das maiores taxas para os ácidos vanílico e siríngico.

A maior quantidade de *chips* de madeira previamente tratados por ultrassom proporcionou a cerveja concentrações dos compostos vanilina, siringaldeído e ácido siríngico superiores, indicando um aumento no processo extrativo quando as matrizes vegetais são submetidas ao dispositivo ultrassônico. O composto ácido vanílico não seguiu o mesmo comportamento.

A degradação da lignina gera compostos antioxidantes, como os ácidos cumárico e ferúlico, os quais são precursores de 4-vinil-fenol (picante) e 4-vinil-guaiacol (cravo), respectivamente (Carvalho; Guido, 2022). Esses compostos, podem proporcionar aromas indesejáveis, descritos como determinantes no potencial envelhecimento, não percebidos na análise sensorial da cerveja, possivelmente pelos baixos teores apresentados nas cervejas.

Tabela 18 - Teor dos fenóis individuais (mg/L) no sexto mês de maturação com MOX e *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b).

compostos fenólicos	Controle	a	B	c	d	e	F	g	h	i	a	b	c	d	e	f	g	h	i
Ácido gálico	5,0^{l}±0,1	7,9^{k}±0,1	12,9^{cd}±0,8	9,3^{hi}±0,3	13,3^{cd}±0,5	8,8^{ijk}±0,1	10,1^{gh}±0,9	3,9^{m}±0,5	14,9^{b}±0,6	11,6^{ef}±0,3	8,2^{jk}±0,3	12,3^{de}±0,6	9,7^{hi}±0,7	13,8^{c}±0,5	8,9^{ij}±0,7	10,7^{fg}±1,1	3,9^{m} ±0,5	15,9^{a}± 0,4	11,3^{ef}± 0,6
5HMF	1,6^{h}±0,1	1,2^{l}±0,2	3,4^{c}±0,3	1,7^{h}±0,1	3,6^{bc}±0,5	1,8^{gh}±0,2	2,1^{f}±0,1	0,9^{l}±0,1	4,3^{a}±0,2	2,5^{de}±0,4	1,7^{h}±0,3	3,5^{c}±0,2	2,1^{fg}±0,1	3,9^{b}±0,1	2,2^{ef}±0,1	2,3^{ef}±0,2	0,9^{l}± 0,1	4,4^{a}±0,1	2,7^{d}±0,2
Furfural	1,9^{l}±0,4	3,8^{f}±0,1	5,0^{c}±0,1	4,5^{e}±0,2	5,1^{c}±0,1	3,8^{f}±0,1	4,5^{de}±0,1	0,6^{l}±0,1	5,5^{b}±0,1	4,9^{c}±0,1	2,2^{hi}±0,2	4,8^{cd}±0,1	3,2^{g}±0,3	5,5^{b}±0,3	2,4^{h}±0,3	3,5^{fg}±0,1	0,6^{l}±0,1	6,6^{a}±0,1	4,3^{e}±0,4
Ácido vanílico	1,5^{l}±0,2	2,6^{g}±0,1	3,7^{c}±0,2	2,7^{efg}±0,3	3,9^{c}±0,2	2,4^{g}±0,1	2,9^{def}±0,1	0,7^{l}±0,1	5,3^{a}±0,3	3,1^{d}±0,1	1,9^{h}±0,1	3,6^{c}±0,1	2,5^{g}±0,1	3,7^{c}±0,2	2,7^{fg}±0,1	3,1^{de}±0,5	0,7^{l}±0,1	4,8^{b}±0,1	3,2^{d}±0,4
Ácido siríngico	0,6^{lk}±0,1	0,6^{lk}±0,1	1,1^{defg}±0,1	0,8^{il}±0,2	1,2^{def}±0,1	0,8^{hij}±0,1	0,9^{ghi}±0,1	0,5^{k}±0,1	1,4^{bc}±0,2	1,0^{efgh}0,3	0,8^{il}±0,1	1,5^{ab}±0,1	0,9^{fghi}±0,1	1,6^{ab}±0,1	1,0^{efgh}±0,2	1,2^{cde}±0,1	0,5^{k}±0,1	1,7^{a}±0,2	1,4^{bcd}± 0,2
Vanilina	0,2^{k}±0,1	0,2^{lk}±0,1	0,5^{de}±0,1	0,3^{ghi}±0,1	0,5^{de}±0,1	0,3^{ij}±0,1	0,4^{fg}±0,1	0,1^{l}±0,1	0,6^{cd}±0,1	0,4^{fgh}±0,1	0,2^{k}±0,1	0,7^{ab}±0,1	0,3^{hij}±0,1	0,6^{bc}±0,1	0,3^{hij}±0,1	0,4^{fghi}±0,1	0,1^{l}±0,1	0,7^{a}±0,1	0,4^{ef}±0,1
Siringaldeído	0,4^{def}±0,1	0,2^{hi}±0,1	0,4^{d}±0,1	0,3^{gh}±0,1	0,5^{c}±0,1	0,2^{il}±0,1	0,3^{efg}±0,1	0,2^{il}±0,1	0,6^{b}±0,1	0,3^{fg}±0,1	0,2^{hi}±0,1	0,5^{bc}±0,1	0,2^{il}±0,1	0,6^{bc}±0,1	0,1^{l}±0,1	0,3^{fg}±0,1	0,2^{il}±0,1	0,8^{a}±0,1	0,4^{de}±0,1
Ácido cumárico	0,3^{c}±0,1	0,3^{c}±0,1	0,3^{c}±0,1	0,3^{c}±0,1	0,4^{b}±0,1	0,2^{d}±0,1	0,3^{c}±0,1	0,1^{e}±0,1	0,5^{ab}±0,1	0,4^{b}±0,1	0,2^{d}±0,1	0,4^{b}±0,1	0,2^{i}±0,1	0,5^{a}±0,1	0,3^{fghi}±0,1	0,3^{defgh}±0,2	0,1^{l}±0,1	0,4^{cde}±0,1	0,4^{cde}±0,1
Ácido ferúlico	0,5^{fgh}±0,1	0,5^{ef}±0,1	0,6^{def}±0,1	0,5^{ef}±0,1	0,8^{a}±0,1	0,4^{l}±0,1	0,6^{cde}±0,1	0,2^{l}±0,1	0,7^{bc}±0,1	0,6^{cd}±0,1	0,4^{l}±0,1	0,5^{ef}±0,1	0,4^{ghi}±0,1	0,7^{ab}±0,1	0,5^{fg}±0,1	0,4^{hi}±0,1	0,2^{l} ±0,1	0,8^{a}±0,1	0,5^{fg}±0,1
Ácido elágico	4,9^{i}±0,2	5,8^{h}±0,2	8,8^{ab}±0,3	6,9^{ef}±0,6	8,9^{ab}±0,3	6,1^{gh}±0,6	7,6^{cd}±0,4	3,8^{l}±0,5	9,3^{a}±0,1	8,0^{c}±0,4	6,0^{h}±0,3	8,9^{ab}±0,4	6,6^{fg}±0,1	8,8^{b}±0,3	5,8^{h}±0,2	7,3^{de}±0,2	3,8^{l}±0,5	9,2^{ab}±0,2	7,9^{cd}±0,4
TOTAL	**18,7**	**24,9**	**39,7**	**29,3**	**41,4**	**26,6**	**32,3**	**11,9**	**46,5**	**35,6**	**24,0**	**39,7**	**28,6**	**42,9**	**26,5**	**32,0**	**11,9**	**48,5**	**35,1**

Nota: Resultados expressos com média ± desvio padrão. Letras minúsculas diferentes na mesma coluna significam diferença significativa (p<0,05), de acordo com o teste de Fisher LSD. Letras dos tratamentos: ***a***= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; ***b***= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; ***c***= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; ***d***= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; ***e***= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; ***f***= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; ***g***= 5,9 mg/L/mês e 0 g/L; ***h***= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; ***i***= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L; ***j***= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente. A escala de cor, vermelho, laranja, amarelo e verde, varia nesta ordem, conforme a concentração de fenóis totais aumenta.

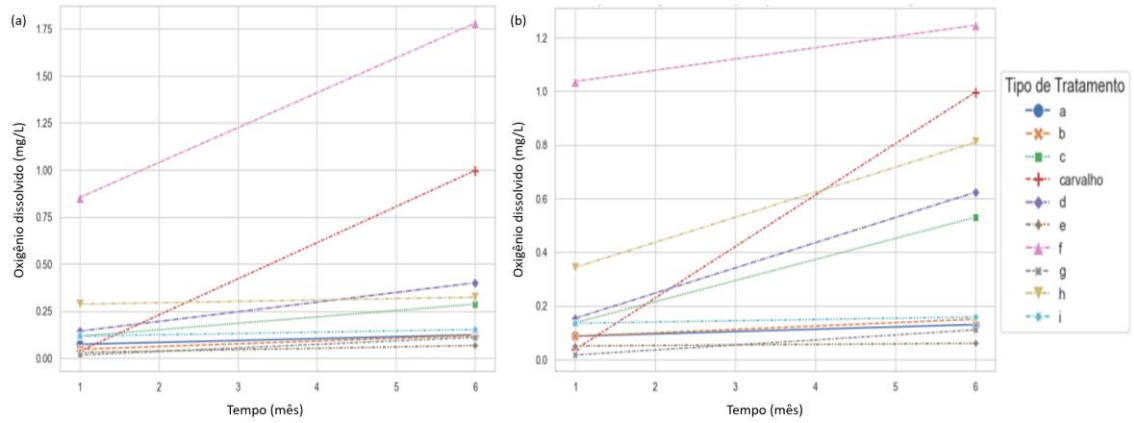
Determinação do Oxigênio Dissolvido

Verifica-se, na Figura 19, que apenas o experimento ‘f’ superou o oxigênio dissolvido da cerveja armazenada no barril de carvalho francês. Sendo que, esse experimento recebeu a maior concentração de micro-oxigenação à bebida, uma quantidade equivalente a 11,8 mg/L/mês.

Na Figura 19 (b), para os experimentos com *chips* de madeira previamente tratados com ultrassom, notou-se que os experimentos ‘c’, ‘d’ e ‘h’ obtiveram valores relativamente mais próximos ao oxigênio dissolvido na cerveja armazenada no barril de carvalho francês. Portanto, diferente dos experimentos ‘c’ e ‘d’ que receberam mais oxigênio durante o armazenamento, o tratamento ‘h’ possivelmente foi influenciado pela quantidade de *chips* de madeira adicionada.

Quando é adicionado *chips* de madeira a um vinho, estes encharcam, e liberam para a bebida o oxigênio aderido à sua superfície. Em geral, o cenário é bastante complexo, quando ocorre o contato da bebida com a madeira, há extração de compostos hidrossolúveis com disposição de consumir o oxigênio. Assim, o oxigênio dissolvido da bebida não reflete ao oxigênio aprovisionado da madeira, mas ao oxigênio remanescente em seguida à interação do oxigênio com os compostos liberados pela madeira (García-Estévez *et al*., 2017).

Figura 19 - Oxigênio dissolvido (mg/L) dos experimentos com MOX e *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b)

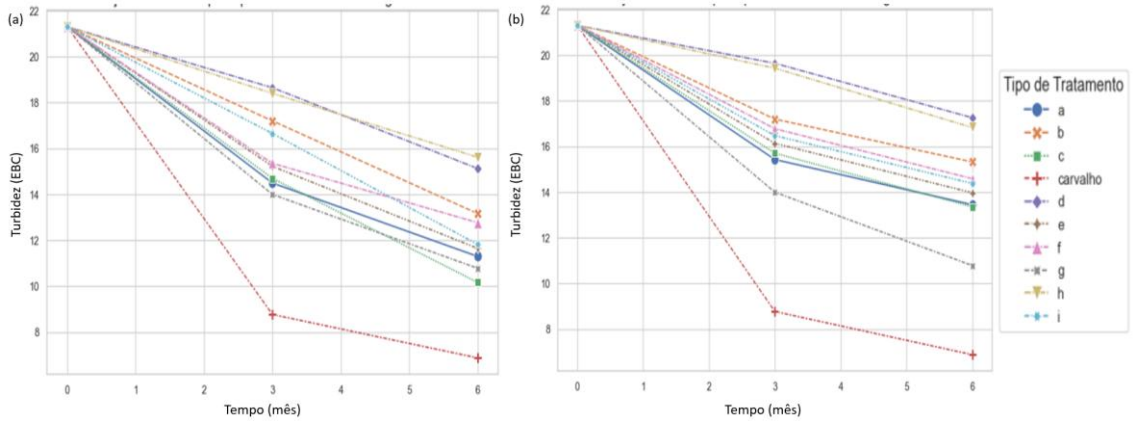


Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g=5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

Análise de Turbidez

Neste trabalho, conforme a Figura 20, a turbidez diminuiu conforme o esperado, pois as partículas em suspensão, um complexo de proteínas e polifenóis, decantaram. Os experimentos ‘d’ e ‘h’ resultaram em cervejas mais turvas, sobretudo aqueles que utilizam *chips* de madeira previamente tratados por ultrassom. No geral, as cervejas com maiores adições de *chips* de madeira obtiveram turbidez mais intensas, e as cervejas com menores adições, a turbidez foi moderada, e não sobrepôs a limpidez da cerveja armazenada no barril de carvalho francês.

Figura 20 - Turbidez (EBC) dos experimentos com MOX e *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b)



Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g= 5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

3.3.2 Análise Sensorial

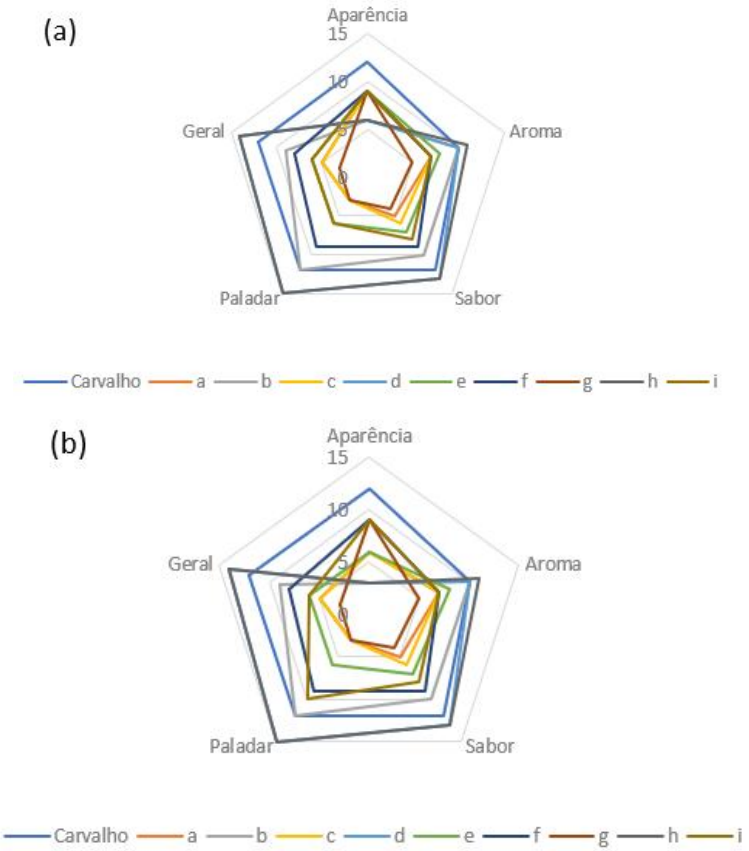
As avaliações sensoriais das cervejas, em contato com as madeiras de carvalho francês, podem ser verificadas na Figura 21, não houve distinção sensorial dos *chips* de madeira sem tratamento e com tratamento prévio em dispositivo ultrassônico, para o final do processo de maturação, conforme os atributos de aroma, sabor, paladar e análise geral. Apenas no atributo aparência foi perceptível a influência do tratamento dos *chips* de madeira, proporcionando uma cerveja mais escura e turva. Ainda, a descrição da coloração da cerveja *Barleywine* envelhecida sob essas condições foi de cobre.

Um aroma de álcool médio foi percebido pelos julgadores, para todos os experimentos. Para aqueles com 3,1 e 3,6 g/L de *chips* de madeira, a cerveja proporcionou aroma de malte médio, com notas de caramelo, foram perceptíveis também notas de baunilha, coco, madeira e *toffee*.

A duração do sabor variou de curta à média. O sabor de álcool forte foi descrito para todas as cervejas analisadas. O sabor do malte, médio, com nota de caramelo foi unânime pelos julgadores, assim como o dulçor médio.

Dois experimentos, 10,1 mg/L/mês mais 3,1 g/L e, 5,9 mg/L/mês com 3,6 g/L, de micro-oxigenação e *chips* de madeira, respectivamente, apresentaram nota geral superior ao barril de carvalho francês, mesmo que os experimentos tenham proporcionado cervejas com final adstringente e, retrogosto amadeirado superior ao barril.

Figura 21 - Análise sensorial dos experimentos com MOX e *chips* de madeira sem tratamento prévio (a) e com tratamento prévio com ultrassom (b)



Nota: CF= carvalho francês; a= 1,7 mg/L/mês e 0,5 g/L; b= 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L; c= 10,1 mg/L/mês e 0,5 g/L; d= 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L; e= 0 mg/L/mês e 1,8 g/L; f= 11,8 mg/L/mês e 1,8 g/L; g= 5,9 mg/L/mês e 0 g/L; h= 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L; i= 5,9 mg/L/mês e 1,8 g/L, de micro-oxigenação e chips de madeira, respectivamente.

3.4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O processo de maturação da cerveja em contato com a madeira interfere nas características da bebida. A utilização de *chips* de madeira no lugar do barril é uma alternativa viável quanto à praticidade do processo e ao baixo custo do fragmento de madeira. Assim, percebeu-se neste estudo como o formato da madeira influencia na maturação da cerveja.

Em termos do teor de fenóis totais, a quantidade de *chips* de madeira foi fundamental, uma vez que os três tratamentos que superaram o valor do barril de carvalho francês proporcionaram: 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L, 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L, e 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L de micro-oxigenação e *chips* de madeira, respectivamente. Ainda, mesmo o tratamento de ultrassom nos *chips* de madeira não elevando o teor de fenóis totais no final do envelhecimento, esses *chips* diminuíram em 90 dias, o valor do barril de carvalho francês, enquanto o uso dos *chips* sem tratamento prévio reduziu em 60 dias o processo.

Para os experimentos com 10,1 mg/L/mês com 3,1 g/L e 5,9 mg/L/mês com 3,6 g/L de micro-oxigenação e *chips* de madeira, respectivamente, houveram maiores extrações dos congêneres de maturação no sexto mês de maturação. Entretanto, o tratamento dos *chips* de madeira com dispositivo ultrassônico não proporcionou mais eficiência na extração desses fenóis individuais.

Os três experimentos, 1,7 mg/L/mês e 3,1 g/L, 10,1 mg/L/mês e 3,1 g/L, e 5,9 mg/L/mês e 3,6 g/L de micro-oxigenação e *chips* de madeira, respectivamente, influenciaram diretamente na qualidade do amargor da cerveja, cor e turbidez. Inclusive, os valores foram superiores para a cerveja cujo *chips* passaram pelo tratamento prévio de ultrassom.

Ainda, os experimentos, com 10,1 mg/L/mês mais 3,1 g/L e, 5,9 mg/L/mês com 3,6 g/L, de micro-oxigenação e *chips* de madeira, respectivamente, foram preferíveis pelos julgadores no aspecto geral, inclusive, sobrepujaram a prioridade pela cerveja maturada no barril de madeira de carvalho francês.

CONCLUSÃO

A técnica de mosturação através da Rampa de *Schmitz* se mostrou eficiente para a produção de uma cerveja do estilo *Barleywine*. Os resultados, do tempo de drenagem total e do rendimento na brassagem, indicam que esta técnica permite uma produção de cerveja mais rápida e admite uma racionalidade das matérias-primas amiláceas.

O processo de maturação da cerveja *Barleywine* foi influenciado pela origem da madeira e este fator foi relevante para o aspecto químico e, principalmente, no perfil sensorial da cerveja. O barril de amburana proporcionou à cerveja aroma e sabor em excesso. Em contrapartida, conferiu para a cerveja maior teor de fenóis totais, e apresentou um líquido mais escuro e turvo. Sensorialmente, a cerveja em contato com o carvalho francês apresentou os maiores resultados de aceitabilidade.

As características da cerveja maturadas em madeira foram marcadamente influenciadas pelo formato, barril ou *chips*, e pelo tempo do processo. No geral, as cervejas com maiores adições de *chips* de madeira obtiveram características físico-químicas mais intensas. O tratamento de ultrassom nos *chips* de madeira interferiu, especialmente, nas análises de amargor, cor e turbidez. Este tratamento prévio nos *chips* de madeira também influenciou na aparência da cerveja, porém de maneira negativa, em contrapartida os julgadores não foram capazes de identificar diferenças nos demais atributos sensoriais, que competem ao aroma, paladar e sabor.

O tratamento prévio com ultrassom nos *chips* de madeira acelerou, em um mês, o valor do teor de fenóis totais do barril de carvalho francês, quando comparado ao uso dos *chips* sem tratamento prévio. Recomenda-se utilizar o tratamento prévio nos *chips* de madeira com dispositivo ultrassônico e maturar a cerveja *Barleywine* com quantidade de 3,6 g/L deste fragmento, em conjunto com 5,9 mg/L/mês de micro-oxigenação.

REFERÊNCIAS

AGUIAR, D.; PEREIRA, A. C.; MARQUES, J. C. The influence of transport and storage conditions on beer stability – a systematic review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 15, p. 1477 – 1494, 2022.

ALENCAR, N. M. M.; RIBEIRO T. G.; BARONE, B.; BARROS, A. P. A.; MARQUES, A. T. B.; BEHRENS, J. H. Sensory profile and check-all-that-apply (cata) as tools for evaluating and characterizing syrah wines aged with oak chips. **Food Research International**, v. 124, p. 156–164, 2019.

ANGELONI, L. H. P. **Cerveja envelhecida em barril de madeira, aspectos químicos e microbiológicos**. 2016. 94 p. Tese (Doutorado em Ciência) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2016.

ANLI, R. E.; CAVULDAK, O. A. A review of microoxygenation application in wine. **Journal of The Institute of Brewing**, v. 118, n. 4, 2013.

BARBOSA, R. B.; SANTIAGO, W. D.; ALVARENGA, G. F.; OLIVEIRA, R. E.S.; FERREIRA, V. R. F.; NELSON, D; L.; CARDOSO, M. G. Physical–chemical profile and quantification of phenolic compounds and polycyclic aromatic hydrocarbons in cachaça samples aged in oak (*Quercus* sp.) barrels with different heat treatments. **Food and Bioprocess Technology**, v. 15, n. 9, p. 1977–1987, 2022.

BALCEREK, M.; PIELECH-PRZYBYLSKA, K.; DZIEKONSKA-KUBCZAK, U.; PATELSKI, P.; STRAK, E. Changes in the chemical composition of plum distillate during maturation with oak chips under different conditions. **Food Technology and Biotechnology**, v. 55, p. 333–359, 2017.

BETTENHAUSEN, H. M.; BARR, L.; BROECKLING, C. D.; CHAPARRO, J. M.; HOLBROOK, C.; SEDIN, D.; HEUBERGER, A. L. Influence of malt source on beer chemistry, flavor, and flavor stability. **Food Research International**, v. 113, p. 487–504, 2018.

BONATTO, D. The diversity of commercially available ale and lager yeast strains and the impact of brewer’s preferential yeast choice on the fermentative beer profiles. **Food Research International**, v. 141, p. 110125, 2021.

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

BORTOLETTO, A. M.; ALCARDE, A. R. Aging marker profile in cachaça is influenced by toasted oak chips. **Institute of Brewing e Distiling**, v. 121, p. 70 – 77, 2015.

BORTOLETTO, A. M.; SILVELLO, G. C.; ALCARDE, A. R. Aromatic profiling of flavor active compounds in sugarcane spirits aged in tropical wooden barrels. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 24, p. 1–14, 2021.

BOSSAERT, S.; KOCIJAN, T.; WINNE, V.; SCHLICH, J.; HERRERA-MALAVER, B.; VERSTREPEN, K. J.; OPSTAELE, F. V.; ROUCK, G.; CRAUWELS, S.; LIEVENS, B. Beer ethanol and iso-α-acid level affect microbial community establishment and beer chemistry throughout wood maturation of beer. **International Journal of Food Microbiology**, v. 374, 2022.

BOSSAERT, S.; WINNE, V.; OPSTAELE, F. V.; BUYSE, J.; VERRETH, C.; HERRERA-MALAVER, B.; VERTREPEN, K. J.; ROUCK, G.; CRAUWELS, S.; LIEVENS, B. Impact of wood species on microbial community composition, beer chemistry and sensory characteristics during barrel-ageing of beer. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 57, n. 2, p. 1122–1136, 2021.

BRENDEL, S.; HOFMANN, T.; GRANVOGL, M. Characterization of Key Aroma Compounds in Pellets of Different Hop Varieties (*Humulus lupulus* L.) by Means of the Sensomics Approach. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 67, p. 12044-12053, 2019.

CANAS, S.; DANALACHE, F.; ANJOS, O.; FERNANDES, T. A.; CALDEIRA, I.; SANTOS, N.; FARGETON, L.; BOISSIER, B.; CATARINO, S. Behaviour of low molecular weight compounds, iron and copper of wine spirit aged with chestnut staves under different levels of micro-oxygenation. **Molecules**, v. 25, n. 22, 2020.

CANAS, S.; ANJOS, O.; CALDEIRA, I.; FERNANDES, T. A.; SANTOS, N.; LOURENÇO S.; GRANJA-SOARES, J.; FARGETON, L.; BOISSIER, B.; CATARINO, S. Micro-oxygenation level as a key to explain the variation in the colour and chemical composition of wine spirits aged with chestnut wood staves. **LWT - Food Science and Technology**, v. 154, 2022.

CANAS, S. Phenolic composition and related properties of aged wine spirits: Influence of barrel characteristics. a review. **Beverages**, v. 3, n. 4, 2017.

CANAS, S.; CALDEIRA, I.; ANJOS, O.; LINO J.; SOARES, A.; BELCHIOR, A. P. Physicochemical and sensory evaluation of wine brandies aged using oak and chestnut wood simultaneously in wooden barrels and in stainless steel tanks with staves. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 12, p. 2537–2545, 2016.

CARPENA, M.; PEREIRA, A. G.; PRIETO, M. A.; SIMAL-GANDARA, J. Wine aging technology: fundamental role of wood barrels. **Foods**, v.9, 2020.

CARRASCO-QUIROZ, M.; ALAMO-SANZA, M.; MARTÍNEZ-GIL, A. M.; SÁNCHEZ-GÓMEZ, R.; MARTÍNEZ-MARTÍNEZ, V.; NEVARES, I. Influence of Oxygen Management on Color and Phenolics of Red Wines. **Molecules**, v. 28, p. 1-19, 2023.

CASTRO, M. C.; BORTOLETTO, A. M.; SILVELLO, G. C.; ALCARDE, A. R. Lignin-derived phenolic compounds in cachaça aged in new barrels made from two oak species. **Heliyon**, v. 6, 2020.

CATANIA, A.; LERNO, L.; SARI, S.; FANZONE, M.; CASASSA, F.; OBERHOLSTER, A. Impact of micro-oxygenation timing and rate of addition on color stabilization and

chromatic characteristics of cabernet sauvignon wines. **LWT - Food Science and Technology**, v. 149, p. 111776, 2021.

CARVALHO, D. O.; GUIDO, L. F. A review on the fate of phenolic compounds during malting and brewing: Technological strategies and beer styles. **Food Chemistry**, v.372, p.1-14, 2022.

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

CHEMAT, F.; ROMBAUT, N.; SICAIRE, A. G.; MEULLEMIESTRE, A.; FABIANO-TIXIER, A. S.; ABERT-VIAN, M. Ultrasound assisted etraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols, and applications. A review. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 34, p. 540 – 560, 2017.

CHOI, E. J.; PARK, J. W.; KIM, J. H.; KIM, W. J. Biological acidification, and beer quality: addition of lactic acid bacteria isolated from malt. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 126, n. 2, p. 176–183, 2020.

CIOCH-SKONECZNY, M.; BAJERSKI, M.; KLIMCZAK, K.; SATORA, P.; SKONECZNY, S. Influence of oak chips addition on the physicochemical properties of beer. **European Food Research and Technology**, v. 249, p. 183-197, 2023.

DALBERTO, G.; ROSA, M. R.; NIEMES, J. P.; LEITE, K.; KUTKOSKI, R. F.; ROSA, E. A. Cold Mash in Brewing Process: Optimization of Innovative Method for Low-Alcohol Beer Production. **ACS Food Science and Technology**, v. 1, n. 3, p. 374–381, 2021.

DEL FRESNO, J. M.; MORATA, A.; SILVA, R.; ESCOTT, C.; LOIRA, I.; SUÁREZ-LEPE, J. A. Modification of the polyphenolic and aromatic fractions of red wines aged on less assisted with ultrasoun. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 54, p. 2690-2699, 2019.

DELGADO-GONZÁLEZ, M. J.; SÁNCHEZ-GUILLÉM, M. M.; GARCÍA-MORETO, M. V.; RODRÍGUEZ-DODERO, M. C.; GARCÍA-BARROSO, C.; GUILLÉN-SÁNCHEZ, D. A. Study of a laboratory-scaled new method for the accelerated continuous ageing of wine spirints by applying ultrasound energy. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 36, p. 226 – 235, 2017.

DE MOURA, F. P.; MATHIAS, T. R. D. S. A comparative study of dry and wet milling of barley malt and its influence on granulometry and wort composition. **Beverages**, v. 4, n. 3, p. 4–11, 2018.

DOS SANTOS, T. P. M.; ALBERTI, A.; JUDACEWSKI, P.; ZIELINSKI, A. A. F.; NOGUEIRA, A. Effect of sulphur dioxide concentration added at different processing stages on volatile composition of ciders. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 124, n. 3, p. 261–268, 2018.

DUMITRIU, G. D.; LERMA, N. L.; COTEA, V. V.; ZAMFIR, C. I.; PEINADO, R. A. Effect of aging time, dosage and toasting level of oak chips on the color parameters,

phenolic compounds and antioxidant activity of red wines (var. Fetească neagră). **European Food Research and Technology**, v. 242, n. 12, p. 2171–2180, 2016.
DURELLO, R. S.; SILVA, L. M.; BOGUSZ, S. J. Química do Lúpulo. **Química Nova**, v. 42, n. 8, p. 900–919, 2019.

ELENA-CORNELIA, F; LUCHIAN, C. E.; COLIBABA, L. C.; SCUTURASU, E. C.; POPIRDA, A.; FOCEA, M. C.; COTEA, V. V. Application of ultrasounds to improve oak aging of white wines, **Bio Web of Conferences**, 2023.

FILIPOWSKA, W.; JASKULA-GOIRIS, B.; DITRYCH, M.; TRUEBA, P. B.; ROUCK, G.; AERTS, G.; POWELL, C.; COOK, D.; COOMAN, L. On the contribution of malt quality and the malting process to the formation of beer staling aldehydes: a review. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 127, pg. 107 – 126, 2021.

GABRIEL, P.; SKODA, J.; BENESOVÁ, K.; MATOULKOVÁ, D. Direct detection of beer photodegradation in commercial bottles and introduction of a new light-struck flovour susceptibility index. **Kvasný Prumysl**, v. 68, p. 656 – 662, 2022.

GALLO, M.; MONTESANO, D.; CIARAVOLO, M.; PAOLA, F.; POGGETTO, G. D.; NAVIGLIO, D. Kinetics of Formation of Flavano-C-Glycosidic Ellagitannins (Acutissimin A and B) in Model Solutions Containing Medium Toasted Oak Chips and Catechin for Wine Aging. **Macromolecular Symposia**, v. 395, n. 1, p. 9–11, 2021.

GASIŃSKI, A.; KAWA-RYGIELSKA, J.; PASZKET, J.; PIETRZAK, W.; SNIEGOWSKA, J.; SUMNY, A. Second life of hops: Analysis of beer hopped with hop pellets previously used to dry-hop a beer. **LWT - Food Science and Technology**, v. 159, 2022.

GERNAT, D. C.; BROUWER, E.; OTTENS, M. Aldehydes as wort off-flavours in alcohol-free beers – origin and control. **Food and Bioprocess Technology**, v. 13, p. 195 – 216, 2020.

GOLLIHUE, J.; POOK, V. G.; BOLT, S. Sources of variation in bourbon whiskey barrels: a review. **Journal of The Institute of Brewing**, v. 127, ed. 3, p. 210-223, 2021.

GOMBAU, J.; CANANILLAS, P.; MENA, A.; PÉREZ-NAVARRO, J.; RAMOS, J.; TORNER, A.; FORT, F.; GÓMEZ-ALONSO, S.; GARCÍA-ROMERO, E.; CANALS, J. M.; ZAMORA, F. Comparative study of volatile substances and ellagitannins released into wine by *Quercus pyrenaica, Quercus petraea* and *Quercus alba* barrels. **Oeno One**, v. 56, n. 3, p. 233–245, 2022.

GÓMEZ-PLAZA, E.; CANO-LÓPEZ, M. A review on micro-oxygenation of red wines: Claims, benefits and the underlying chemistry. **Food Chemistry**, v. 125, n. 4, p. 1131–1140, 2011.

GRANJA-SOARES, J.; ROQUE, R.; CABRITA, M. J.; ANJOS, O.; BELCHIOR, A. P.; CALDEIRA, I.; CANAS, S. Effect of innovative technology using staves and micro-oxygenation on the odorant and sensory profile of aged wine spirit. **Food Chemistry**, v. 333, p. 127450, 2020.

GUIMARÃES, B. P.; NEVEZ, L. E. P.; GUIMARÃES, M. G.; GHESTI, G. F. Evaluation of maturation congeners in beer aged with Brazilian woods. **Journal of Brewing and Distilling**, v. 9, p. 1-7, 2020.

HAN, G.; WEBB, M. R.; RICHTER, C.; PARSONS, J.; WATERHOUSE, A. L. Yeast alter micro-oxygenation of wine: oxygen consumption and aldehyde production. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 97, n. 11, p. 3847–3854, 2017.

HAN, G.; WEBB, M. R.; WATERHOUSE, A. L. Acetaldehyde reactions during wine bottle storage. **Food Chemistry**, p. 208-215, 2019.

HAUSER, D. G.; LAFONTAINE, S. R.; SHELLHAMMER, T. H. Extraction Efficiency of Dry-Hopping. **Journal of the American Society of Brewing Chemists**, v. 77, n. 3, p. 188–198, 2019.

HERNÁNDEZ-ORTE, P.; FRANCO, E.; HUERTA, C. G.; GARCIA, J. M.; CABELLOS, M.; SUBERVIOLA, J.; ORRIOLS, I.; CACHO, J. Criteria to discriminate between wines aged in oak barrels and macerated with oak fragments. **Food Research International**, v. 57, p. 234–241, 2014.

HUANG, Y.; TIPPMANN, J.; BECKER, T. Kinetic studies of main wort flavor compounds and iso-α-acids during wort boiling: a review. **European Food Research and Technology**, v. 243, n. 9, p. 1485–1495, 2017.

JI, J.; HENSCHEN, C. W.; NGUYEN, T. H.; MA, L.; WATERHOUSE, A. L. Yeasts induce acetaldehyde production in wine micro-oxygenation treatments. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 68, n. 51, p. 15216–15227, 2020.

JIMÉNEZ-SÁNCHEZ, M.; CASTRO, R.; RODRÍGUEZ-DODERO, C.; DURÁN-GUERRERO E. The impact of ultrasound, micro-oxygenation, and oak wood type on the phenolic and volatile composition of a Tempranillo red wine. **LWT - Food Science and Technology**, v. 163, n. May, 2022.

JIMÉREZ-SÁNCHEZ, M.; DURÁN-GUERRERO, E.; RODRÍGUEZ-DODERO, C.; BARROSO, C. G.; CASTRO, R. Use of ultrasoun at a pilot scale to accelerate the aging of sherry vinegar. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 69, 2020.

JURKOVA, M.; CEJKA, P.; STERBA, K.; OLSOVSKA, J. Determination of the total carbohydrate content in beer using its pre-column enzymatic cleavage and HPLC-RI. **Food Analytical Methods**, p. 1677-1686, 2014.

KANDIC, V.; DODIG, D.; SECANSKI, M.; PRODANOVIC, S.; BRANKOVIC, .; TITAN, P. Grain yield, agronomic traits, and protein content of two- and six-row barley genotypes under terminal drought conditions. **Chilean Journal of Agricultural**, v. 79, n. 4, p. 648-657, 2019.

KLIMCZAK, K.; CIOCH-SKONECZNY, M. Changes in beer bitterness level during the beer production process. **European Food Research & Technology**, n. 249, p. 13-22, 2023.

KOK, Y. J.; YE, L.; MULLER, J.; OW, D. S. W.; B, X. Brewing with malted barley or raw barley: what makes the difference in the processes? **Applied Microbiology and Biotechnology**, v. 103, n. 3, p. 1059–1067, 2019.

KOREN, D.; VECSERI, B. H.; KUN-FARKAS, G.; URBIN, A.; NYITRAI, A.; SIPOS, L. How to objectively determine the color of beer? **Journal of Food Science and Technology**, n. 57, p. 1183-1189, 2020.

KRUGER, R. T.; ALBERTI, A.; LOS, P. R.; SCHNITZLER, E.; NOGUEIRA, A. Application of ultrasound in wood chips on the accelerated aging of apple liqueur**.** **Food Science Technology**, 2023

KRUGER, R. T.; ALBERTI, A.; NOGUEIRA, A. Current technologies to accelerate the aging process of alcoholic beverages: a review. **Beverages**, v. 8, n. 65, 2022.

KUCHARCZYK, K.; ZYŁA, K.; TUSZYŃSKI, T. Simultaneous optimization of acetaldehyde and DMS concentrations for better sensory quality of beer fermented on an industrial scale. **Foods**, v. 9, n. 8, 2020.

LAFONTAINE, S. R.; SHELLHAMMER, T. H. Investigating the factors impacting aroma, flavor, and stability in dry-hopped beers. **Technical Quarterly**, v. 56, n. 1, 2019.

LEÃO, M. M. **Influência do termotratamento na composição química da madeira de (*Amburana cearensis*), Cabreúva (*Myroxylon balsamum*) e carvalho (*Quercus* sp.) e o impacto no aroma de um modelo de cahaça**. 2006. 86 p. Dissertação (Mestrado em Recursos Florestais com opção em Tecnologia de Produtos Florestais) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Piracicaba, 2006.

LIÉGEOIS, C.; MEURENS, N.; BADOT, C.; COLLIN, S. Release of deuterated (E)-2-nonenal during beer aging from labeled precursors synthesized before boiling. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 50, n. 26, p. 7634–7638, 2002.
LINARES, G.; ROJAS, M. L. Ultrasound-assisted extraction of natural pigments from food processing by–products: a review. **Nutrition and Food Science Technology**, v. 9, 2022.

MACHADO, J. C.; NICOLA, P. D. M.; VIEGAS, O.; SANTOS, M. C.; FARIA, M. A.; FERREIRA, I. M. P. L. V. O. Bioactive properties and phenolic composition of wood-aged beers: influence of oak origin and the use of pale and dark malts. **Foods**, v. 12, 2023.

MARTÍNEZ-GIL, A. M.; GARDE-CERDAN, T.; MARTÍNEZ, L.; ALONSO, G. L.; SALINAS, R. Effect of oak extract application to Verdejo grapevines on grape and wine aroma. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 59, n. 7, p. 3253–3263, 2011.

MARTÍNEZ-GIL, A. M.; ALAMO-SOUZA, M.; NEVARES, I.; SANCHEZ-GÓMEZ, R.; GALLEGO, L. Effect of size, seasoning and toasting level of *Quercus pyrenaica*

Willd. wood on wine phenolic composition during maturation process with micro-oxygenation. **Food Research International**, v. 128, p. 108703, 2020.

MARTÍNEZ-GIL, A. M.; ALAMO-SANZA, M.; BARRIO-GALÁN, R.; NEVARES, I. Alternative woods in oenology: volatile compounds characterisation of woods with respect to traditional oak and effect on aroma in wine, a review. **Applied Sciences**, v. 12, 2022.

MOUTSOGLOU, M. E.; DEARDEN, A. C. Effect of the respiro-fermentative balance during yeast propagation on fermentation and wort attenuation. **Journal of the Institute of Brewing**, v. 126, n. 3, p. 289–297, 2020.

MUÑOZ-GARCÍA, R.; MARTÍNEZ-LAPUENTE, L.; GUADALUPE, Z.; AYESTARÁN, B.; MARCHANTE, L.; DÍAZ-MAROTO, M. C.; PORRAS, P. P.; ORTÍN, A. B. B.; GÓMEZ-PLAZA, E.; PÉREZ-COELLO, M. S. P. Ultrasound and microwave techniques for assisting aging on lees of red wines. **Food Chemistry**, v. 426, 2023.

MUTZ, Y. S.; ROSARIO, D. K. A.; CONTE-JUNIOR, C. A. Insights into chemical and sensorial aspects to understand and manage beer aging using chemometrics. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 19, n. 6, p. 3774–3801, 2020.

OJHA, K. S.; MASON, T. J.; O'DONNELL, C.; KERRY, J. P.; TIWARI, B. K. Ultrasound technology for food fermentation applications. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 34, p. 410 – 417, 2017

OLIVEIRA-ALVES, S.; LOURENÇO, S.; ANJOS, O.; FERNANDES, T. A.; CALDEIRA, I.; CATARINO S.; CANAS, S. Influence of the storage in bottle on the antioxidant activities and related chemical characteristics of wine spirits aged with chestnut staves and micro-oxygenation. **Molecules**, v. 27, n. 1, 2022.

OOZEKI, M.; SOTOME, T.; HARUYAMA, N.; YAMAGUCHI, M.; WATANABLE, H.; OKIYAMA, T.; KATO, T.; TAKAYAMA, T.; OYAMA, M.; NAGAMINE, T.; SUZUKI, Y.; TOYOSHIMA, T.; SEKIWA, T.; OONO, K.; SAITO, T.; USUI, M.; ARAI, S.; KUMEKAWA, T.; SUZUKI, E.; SHIRAMA, K.; KIHARA, M.; HOKI, T.; MATSUBARA, H.; OHSAWA, R. The two-row malting barley cultivar 'new sachiho golden'with null lipoxygenase-1 improves flavor stability in beer and was developed by marker-assisted selection. **Breeding Science**, v. 67, p. 165 – 171, 2017.

PÉREZ-MAGARIÑO, S.; ORTEGA-HERAS, M.; CANO-MOZO, E.; GONZÁLEZ-SANJOSÉ, L. The influence of oak wood chips, micro-oxygenation treatment, and grape variety on colour, and anthocyanin and phenolic composition of red wines. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 22, n. 3, p. 204–211, 2009.

PICARD, M.; NONIER, M. F.; VIVAS, N.; VIVAS, N. The dynamic of roasted aroma compounds release from oak wood: investigation of the heating barrel process and some spirit maturation parameters. **Wood Science and Technology**, v. 55, n. 6, p. 1821–1839, 2021.

PICÓ, Y. Ultrasound-assisted extraction for food and environmental samples. **Trends in Analytical Chemistry**, v. 43, 2013.

PIRES, E. J.; TEIXEIRA, J. A.; BRÁNYIK. Yeast: the soul of beer's aroma – a review of flavour-active esters and higher alcohols produced by the brewing yeast. **Microbiol Biotechnol**, v. 98, p. 1937 – 1949, 2014.

PIZARRO, C.; RODRIGUEZ-TECEDOR, S.; ESTEBAN-DIEZ, I.; PÉREZ, N.; GONZÁLEZ-SAIZ, J. M. Experimental design approach to evaluate the impact of oak chips and micro-oxygenation on the volatile profile of red wines. **Food Chemistry**, v. 148, p. 357–366, 2014.

PRUSOVA, B.; BARON, M. Effect of controlled micro-oxygenation on white wine. **Ciência e Técnica Vitivinícola**, v. 33, p. 78 – 89 2018.

PULIGUNDLA, P.; SMOGROVICOCA, D.; MOK, C.; OBULAM, V. S. R. Recent developments in high gravity beer-brewing. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 64, 2020.

PUNČOCHÁŘOVÁ, L.; PORIZKA, J.; DIVIS, P.; STURSA, V. Study of the influence of brewing water on selected analytes in beer. **Potravinarstvo Slovak Journal of Food Sciences**, v. 13, n. 1, p. 507–514, 2019.

PUNIA, S. Barley starch modifications: Physical, chemical and enzymatic - A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 144, p. 578–585, 2020.

RANI, H.; BHARDWAJ, R. D. Quality attributes for barley malt: "The backbone of beer". **Journal of Food Science**, v. 86, n. 8, p. 3322–3340, 2021.

RODRÍGUEZ-SOLANA, R.; RODRÍGUEZ-FREIGEDO,S.; SALGADO, J. M.; DOMÍNGUEZ, J. M.; CORTÉS-DIÉGUEZ, S. Optimisation of accelerated aging of grape marc distillate on a micro-scale process using a Box-Benhken design: influence of oak origun, fragment size and toast level on the composition of the final product. **Australian Journal of Grape and Wine Research**, v. 23, n. 1, p. 5-14, 2016.

RÖGENER, F. Filtration technology for beer and beer yeast treatment. *IOP Conference Series:* **Earth and Environmental Science**, v. 941, n. 1, 2021.
RUBIO-BRETÓN, P.; GARDE-CERDÁN, T.; MARTÍNEZ, J. Use of oak fragments during the aging of red wines. Effect on the phenolic, aromatic, and sensory composition of wines as a function of the contact time with the wood. **Beverages**, v. 4, n. 4, 2018.

SAARNI, A.; MILLER, K. V.; BLOCK, D. E. A multi-parameter, predictive model of starch hydrolysis in barley beer mashes. **Beverages**, v. 4, n. 60, 2020.
SÁNCHEZ-GÓMEZ, R.; ALAMO-SANZA, M.; MARTINEZ-GIL, A. M.; NEVARES, I. Red wine aging by different micro-oxygenation systems and oak wood—effects on anthocyanins, copigmentation and color evolution. **Processes**, v. 8, n. 10, p. 1–17, 2020.

SANTIAGO, W. D.; CARDOSO, M. G.; SANTIAGO, J. A.; GOMES, M. S.; RODRIGUES, L. M. A.; BRANDÃO, R. M.; CARDOSO, R. R.; D'AVILA, G. B.; SILVA, B. L.; CAETANO, A. R. S. Comparison and quantification of the development of phenolic compounds during the aging of cachaça in oak (*Quercus* sp) and Amburana (*Amburana cearensis*) barrels. **American Journal of Plant Sciences**, v. 5, p. 3140 – 3150, 2014.

SANTIAGO, W. D.; CARDOSO, M. G.; SANTIAGO, J. A.; TEIXEIRA, M. L.; BARBOSA, R. B.; ZACARONI, L. M.; SALES, P. F.; NELSON, D. L. Physicochemical profile and determination of volatile compounds in cachaça stored in new oak (*Quercus* sp.), amburana (*Amburana cearensis*), jatoba (*Hymenaeae carbouril*), balsam (Myroxylon peruiferum) and peroba (Paratecoma peroba) casks by SPME-GC-MS. **Journal of The Institute of Brewing**, v. 122, p. 624-634, 2016.

SEO, S. H.; KIM, E. J.; PARK, S. E.; PARK, D. H.; PARK, K. M.; NA, C. S.; SON, H. S. GC/MS-based metabolomics study to investigate differential metabolites between ale and lager beers. **Food Bioscience**, v. 36, p. 100671, 2020.

SILVA, H. G.; SILVA, H. G.; SOUZA, P. G.; PINHEIRO, C. L. Avaliação físico-química e sensorial da cerveja artesanal estilo Wood e Barrel Aged adicionada de chip de jatobá (*Hymenaea courbaril* L.). **Brazilian Journal of Science**, v. 3, p. 23 – 29, 2022.

SILVELLO, G. C. **Qualidade química e perfil sensorial da cerveja envelhecida em barri de diferentes madeiras**. 2019. 97 p. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2019.

STERCZYŃSKA, M.; STACHNIK, M.; POREDA, A.; PIEPIÓRKA-STEPUK, J.; ZDANIEWICZ, M.; JAKUBOWSKI, M. The improvement of flow conditions in a whirlpool with a modified bottom: An experimental study based on particle image velocimetry (PIV). **Journal of Food Engineering**, v. 289, 2021.

SORIA, A. C.; VILLAMIEL, M. Effect of ultrasound on the technological properties and bioactivity of food: a review. **Trends in Food Science e Technology**, v. 21, p. 323 – 331, 2010.

STERCZYŃSKA, M.; JAKUBOWSKI, M. Research on Particles' Velocity Distribution in a Whirlpool Separator Using the PIV Method of Measurement. **International Journal of Food Engineering**, v. 13, n. 6, 2017.

STEWART, G. G. *Saccharomyces* species in the production of beer. **Beverages**, v. 2, n. 4, 2016.

TARKO, T.; KRANKOWSKIE, F.; DUDA-CHODAK, A. The impact of compounds extracted from wood on the quality of alcoholic beverages. **Molecules**, v. 28, 2023, TEIXEIRA, L. V. Análise sensorial na indústria de alimentos. **Revista Institucional Latic**., v. 64, n. 366, 2009.

TOAPANTA-RAMOS, F.; GONZÁLEZ-ROJAS; CALERO, E.; CALDERÓN, B.; QUITIAQUEZ, W. Numerical Study of a Helical Heat Exchanger for Wort Cooling in the Artisanal Beer Production Process. **Revista Facultad de Ingenieria**, v. 29, n. 54, 2020.

VANDERHAEGEN, B.; NEVEN, H.; VERACHTERT, H.; DERDELINCKX, G. The chemistry of beer aging - A critical review. **Food Chemistry**, v. 95, n. 3, p. 357–381, 2006.

VIDGREN, V.; KANKAINEN, M.; LONDESBOROUGH, J.; RUOHONEN, L. Identification of regulatory elements in the AGT1 promoter of ale and lager strains of brewer's yeast. **Yeast**, v. 28, n. 8, p. 579-594, 2011.

VIDGREN, V.; MULTANEN. J. P.; RUOHONEN, L.; LONDESBOROUGH, J. The temperature dependence of maltose transport in ale and lager strains of brewer's yeast. *FEMS* **Yeast Research**, v. 10, n. 4, p. 402–411, 2010.

WANNENMACHER, J.; GASTL, M.; BECKER , T. Phenolic Substances in Beer: Structural Diversity, Reactive Potential and Relevance for Brewing Process and Beer Quality. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v.17, n.4, p.1-36, 2018.

WEFING, P.; CONRADI, F.; TRILLING, M.; NEUBAUER, P.; SCHNEIDER, J. Approach for modeling the extract formation in a continuous conducted "β-amylase rest" as part of the production of beer mash with targeted sugar content. **Biochemical Engineering Journal**, v. 164, p. 107765, 2020.

WYLER, P. **Influência da madeira de carvalho na qualidade da cerveja**. 2013. 92 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2013.

WYLER, P.; ANGELONI, L. H. P.; ALCARDE, A. R.; CRUZ, S. H. Effect of oak wood on the quality of beer. **Journal of the Institute of Brewing**, v.121, p. 62-69, 2015.

YANG, G.; NIE, C.; ZHANG, H.; SUN, S.; WANG, X.; WANG, X.; ZHANG, J.; XU, H. The tolerance of brewing-related microorganisms to isomerized hop products and the effect on beer stability and quality. **European Food Research and Technology**, v. 247, pg. 555 – 567, 2021.

YU, W. W.; ZHAI, H. L.; XIA, G. B.; TAO, K. Y.; LI, C.; YANG X. Q.; LI, L. H. Starch fine molecular structures as a significant controller of the malting, mashing, and fermentation performance during beer production. **Trends in Food Science & Technology**, v. 105, p. 296-307, 2020.

ANEXO A - ROTEIRO DE DEGUSTAÇÃO E AVALIAÇÃO DE CERVEJAS

APARÊNCIA	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Líquido	claro | borbulhante | calmo | agitado |turvo | opaco | sujo
Partículas suspensas	pouco | médio | bastante | flutuantes | no fundo | claras | escuras
Coloração	palha | amarelo | dourado | âmbar | âmbar escuro | cobre | cobre escuro | marrom claro | marrom | marrom escuro | preto
AROMA	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Malte	leve | médio | intenso | exagerado | pão | biscoito | rapadura | caramelo | cereais | feno | palha | aveia | chocolate | café | toffee | tostado | defumado | queimado | nozes | amêndoas
Lúpulo	leve | médio | intenso | exagerado | flores | perfume | ervas | aipo | grama | pinho | árvore | resina | cítrico | uva | laranja | limão | lima | pimenta | maracujá | abacaxi | manga | alho | cebola | queijo | terroso
Levedura	leve | médio | intenso | exagerado | massas | doce | cavalo | curral | couro | sopa | carne | presunto | bolor
Álcool	leve | médio | forte | balanceado
Diversos	banana | chiclete | cravo | damasco | uva passa | ameixa seca | frutas secas | frutas cristalizadas | ameixa | maça | maça verde | pêra | pêssego | abacaxi | cereja | framboesa | frutas vermelhas | frutas amarelas | cassis | vinho do porto | madeira | manteiga | fumaça | carvão | licor | mel | maple syrup | baunilha | pimenta | temperos | noz-moscada | canela | gengibre | tabaco | poeira | legumes | milho | papelão | papel | solvente | bandaid | cloro | gambá | leite | vinagre | ovo | metal
SABOR	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Duração	curto | médio | longo
Malte	leve | médio | intenso | exagerado | rapadura | caramelo | cereais | feno | palha | aveia | chocolate | café | toffee | tostado | defumado | queimado | nozes | amêndoas
Lúpulo	leve | médio | intenso | exagerado | flores | perfume | ervas | aipo | grama | pinho | árvore | resina | cítrico | uva | laranja | limão | lima | pimenta | maracujá | abacaxi | manga | alho | cebola | queijo | terroso
Levedura	leve | médio | intenso | exagerado | massas | doce | cavalo | curral | couro | sopa | carne | presunto | bolor
Álcool	leve | médio | forte | balanceado
Diversos	banana | chiclete | cravo | damasco | uva passa | ameixa seca | frutas secas | frutas cristalizadas | ameixa | maça | maça verde | pêra | pêssego | abacaxi | cereja | framboesa | frutas vermelhas | frutas amarelas | cassis | vinho do porto | madeira | manteiga | fumaça | carvão | licor | mel | maple syrup | baunilha | pimenta | temperos | noz-moscada | canela | gengibre | tabaco | poeira | legumes | milho | papelão | papel | solvente | bandaid | cloro | gambá | leite | vinagre | ovo | metal
Dulçor	leve | moderado | intenso | exagerado
Amargor	leve | moderado | intenso | exagerado
Acidez	leve | moderado | intenso | exagerado
Outros	vinagre | sal | minerais
PALADAR	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
Corpo	leve | médio | intense
Textura	aguada | macia | oleosa | cremosa | pegajosa | escorregadio | alcoólica | licorosa | metálica | arenoso | frizante
Final	fugaz | duradouro | metálico | calcáreo | astringente | amargo | adocicado | seco
GERAL	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
COMENTÁRIOS E NOTA FINAL	