

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CIÊNCIAS DA SAÚDE DE PORTO ALEGRE  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS DA NUTRIÇÃO**

**Natália Cristina Averbuch**

**EVOLUÇÃO PÓS-ENVASE DA QUALIDADE FÍSICO-QUÍMICA E SENSORIAL  
DE AZEITES DE OLIVA PRODUZIDOS NO SUL DO BRASIL**

**Porto Alegre  
2020**

**Natália Cristina Averbuch**

**EVOLUÇÃO PÓS-ENVASE DA QUALIDADE FÍSICO-QUÍMICA E SENSORIAL  
DE AZEITES DE OLIVA PRODUZIDOS NO SUL DO BRASIL**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências da Nutrição da Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências da Nutrição.

Orientador: Prof. Dr. Juliano Garavaglia

**Porto Alegre  
2020**

### Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Averbuch, Natália Cristina

Evolução pós-embalagem da qualidade físico-química e sensorial de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil / Natália Cristina Averbuch. - 2020.  
57 p. : il.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre, Programa de Pós-graduação Ciências da Nutrição, 2020.

Orientador: Juliano Garavaglia.

1. Azeite de oliva. 2. Qualidade. 3. Análise sensorial. 4. Armazenamento.  
5. Pós-embalagem. I. Garavaglia, Juliano. II. Título.

**Natália Cristina Averbuch**

**EVOLUÇÃO PÓS-ENVASE DA QUALIDADE FÍSICO-QUÍMICA E SENSORIAL  
DE AZEITES DE OLIVA PRODUZIDOS NO SUL DO BRASIL**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências da Nutrição da Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências da Nutrição.

Orientador: Prof. Dr. Juliano Garavaglia

Data de aprovação: 18 de dezembro de 2020.

1: \_\_\_\_\_  
Profa. Dra. Isabel Cristina Kasper Machado

2: \_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Enilton Fick Coutinho

3: \_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Ricardo Dourado Furtado

**Porto Alegre  
2020**

## RESUMO

Azeite de oliva virgem é o produto obtido das azeitonas unicamente por meios físicos e/ou mecânicos. A qualidade do azeite de oliva é influenciada por processos hidrolíticos e oxidativos que ocorrem ao longo do envelhecimento, podendo ser avaliada por meio de parâmetros físico-químicos e sensoriais. O objetivo do presente estudo foi avaliar os principais parâmetros de qualidade físico-química e sensorial de azeites de oliva do tipo extra virgem, produzidos no Sul do Brasil, durante seis meses de armazenamento pós-envase. As amostras foram constituídas por três tipos comerciais de azeites de oliva (KO, BL e AA), elaboradas com diferentes variedades de azeitonas e produzidas na safra de 2019 no Estado do Rio Grande do Sul. Acidez livre (AL), índice de peróxidos (IP), coeficientes da extinção específica (K232, K270 e  $\Delta K$ ), composição de ácidos graxos (CAG) e perfil sensorial foram analisados em todas as amostras de azeite de oliva até o sexto mês de armazenamento pós-envase. Com relação à AL, IP e CAG, não foram encontradas diferenças significativas em ambos os tipos de azeite de oliva ao longo do tempo. Contudo, os coeficientes da extinção específica apresentaram grande variabilidade, mas nenhuma tendência linear de aumento ou redução foi identificada. Sobre o perfil sensorial, observou-se para a amostra de azeite BL maior amargor no sexto mês pós-envase quando comparado ao primeiro mês. Todas as amostras estudadas apresentaram qualidade físico-química e sensorial satisfatórias durante o período de armazenamento de acordo com a legislação vigente. Conclui-se que os azeites de oliva avaliados podem permanecer classificados na categoria 'extra virgem' até o sexto mês de armazenamento pós-envase.

**Palavras-chave:** azeite de oliva, extra virgem, qualidade, análise sensorial, armazenamento, pós-envase.

## ABSTRACT

Virgin olive oil is the product obtained from olives solely by physical and/or mechanical means. The quality of olive oil is influenced by hydrolytic and oxidative processes that occur throughout aging, and can be assessed by physical-chemical and sensory parameters. The objective of the present study was to evaluate the main physical-chemical and sensory quality parameters of extra virgin olive oils (EVOO), produced in southern Brazil, during six months of post-bottling storage. The samples consisted of three commercial types of olive oils (KO, BL and AA), made with different varieties of olives and produced in the 2019 harvest in the State of Rio Grande do Sul. Free fatty acids (FFA), peroxide value (PV), specific extinction coefficients (K<sub>232</sub>, K<sub>270</sub> and  $\Delta K$ ), fatty acid composition (FAC) and sensory profile were analyzed in all olive oil samples until the sixth month of post-bottling storage. Concerning FFA, PV and FAC, no significant differences were found in both types of olive oil over storage. However, the specific extinction coefficients presented great variability, but no linear trend of increase or decrease was identified. Regarding sensory profile, a greater bitterness was observed for the BL oil sample in the sixth month post-bottling when compared to the first month. All samples studied showed satisfactory physical-chemical and sensory quality during the storage period according to the current legislation. It is concluded that the EVOO evaluated can remain classified in the 'extra virgin' category until the sixth month of post-bottling storage.

**Keywords:** olive oil, extra virgin, quality, sensory analysis, storage, post-bottling.

## SUMÁRIO

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1. REFERENCIAL TEÓRICO .....</b>                | <b>7</b>  |
| <b>1.1 A oliveira .....</b>                        | <b>7</b>  |
| 1.1.1 Histórico da olivicultura.....               | 7         |
| 1.1.2 A olivicultura no Rio Grande do Sul .....    | 8         |
| <b>1.2 A azeitona .....</b>                        | <b>9</b>  |
| 1.2.1 Produção nacional e gaúcha .....             | 11        |
| 1.2.2 Variedades de azeitonas .....                | 12        |
| <b>1.3 O azeite de oliva.....</b>                  | <b>13</b> |
| 1.3.1 Processo de extração .....                   | 15        |
| 1.3.2 Avaliação da qualidade .....                 | 16        |
| 1.3.3 Panorama mundial de produção e consumo ..... | 21        |
| 1.3.4 Armazenamento, envase e shelf life .....     | 22        |
| 1.3.5 Benefícios à saúde humana.....               | 24        |
| <b>2. JUSTIFICATIVA .....</b>                      | <b>26</b> |
| <b>3. OBJETIVOS.....</b>                           | <b>27</b> |
| 3.1 Objetivo geral.....                            | 27        |
| 3.2 Objetivos específicos .....                    | 27        |
| <b>REFERÊNCIAS .....</b>                           | <b>28</b> |
| <b>4. ARTIGO.....</b>                              | <b>34</b> |
| <b>5. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....</b>               | <b>57</b> |

## 1. REFERENCIAL TEÓRICO

### 1.1 A oliveira

A oliveira, *Olea europaea* L., é a única espécie da família botânica *Oleaceae* que produz frutos comestíveis aos seres humanos (1). É uma das árvores frutíferas mais antigas do mundo, cuja existência remonta ao décimo segundo milênio antes de Cristo (a.C.), segundo fósseis encontrados na Itália, Espanha e norte da África (2). Oriunda de uma região que se estende do sul do Cáucaso à zona costeira da Síria, foi domesticada há cerca de seis mil anos (1-3). É uma planta típica do clima mediterrâneo, o qual é caracterizado por verões quentes e secos e invernos frios e chuvosos (1; 3; 4). Apesar de tolerar condições adversas de clima e solo, a oliveira necessita de 600 a 1.000 milímetros (mm) por ano de umidade (seja com irrigação e/ou precipitações), temperaturas médias entre 16 e 23 graus Celsius (°C) e solos bem drenados, adequados em minerais e com pH entre 5,5 e 7,0 (1; 4).

#### 1.1.1 Histórico da olivicultura

A expansão da olivicultura iniciou na ilha de Chipre em direção à Ásia Menor, ilha de Creta e Egito (1-3). A partir do século 16 a.C., os fenícios passaram a disseminar as oliveiras nas ilhas e no continente grego (2-3). Muito tempo depois, no século 6 a.C., chegaram à Líbia, Tunísia e Itália, subindo em direção ao norte e ocupando toda a região da Gália. Ao final da terceira Guerra Púnica (146 a.C.), a olivicultura se espalhou nas áreas mediterrâneas e Península Ibérica, incluindo Portugal. Na Espanha, embora o cultivo das azeitonas tenha sido introduzido durante a dominação marítima em 1050 a.C., só houve desenvolvimento notório de 212 a.C. em diante, sobretudo com a chegada dos romanos em 45 a.C. (2).

Apenas em 1492, com o descobrimento da América, a olivicultura rompeu os limites do Mediterrâneo, por meio da instalação de olivais nas Índias Ocidentais e sua consequente expansão pelo México, Peru, Estados Unidos, Chile e Argentina (1-3). No Brasil, estima-se que as oliveiras tenham sido introduzidas há vários séculos, com maior presença nas Regiões Sul e Sudeste (1). Entretanto, sem sucesso, dado que no período colonial a Coroa Portuguesa acabou proibindo o

cultivo de azeitonas a fim de evitar a concorrência com os produtos lusitanos (1; 5). Atualmente, segundo estimativas do Instituto Brasileiro de Olivicultura (IBRAOLIVA), existem 6.500 hectares de área plantada com oliveiras no Brasil (6).

No Rio Grande do Sul, a olivicultura começou a se oficializar em 1947, com a publicação da Lei nº 59, que criou a Comissão de Estudo e Fomento do Cultivo da Oliveira e Industrialização; e no ano seguinte, em 3 de julho de 1948, com a criação do Serviço Oleícola na Secretaria da Agricultura (1; 5). Nas décadas de 1950 e 1960, mudas foram distribuídas por todo o território gaúcho, contudo, a maioria destes olivais acabou não persistindo até os dias de hoje. Nesta época, as grandes áreas de plantio se concentravam nos municípios de Uruguaiana, Pelotas, Arroio Grande e às margens do rio Jacuí (1; 5; 7).

### **1.1.2 A olivicultura no Rio Grande do Sul**

Em 2002, o interesse pela olivicultura foi retomado no Estado. Após o assunto voltar a ser discutido no 4º Fórum de Fruticultura da Metade Sul, em Santana do Livramento, um grupo de produtores de Caçapava do Sul solicitou apoio estatal para a implantação de olivais (5). Tal apoio ocorreu mais tarde, em 2005, com a liberação de recursos financeiros por parte da Secretaria de Agricultura para a aquisição de mudas espanholas. A partir de então o plantio de oliveiras foi ampliado para outros municípios, simultaneamente ao envolvimento de empresas públicas, tais como a Emater/RS-Ascar e a Embrapa Clima Temperado, em capacitações sobre o tema e assim, resultando no lançamento de um novo produto: o azeite de oliva gaúcho (5; 8).

Em 2008, a Secretaria da Agricultura criou um grupo técnico visando pesquisa e extensão na olivicultura, o que repercutiu em maior incentivo e novas áreas de cultivo no Estado do Rio Grande do Sul. Anos depois, a olivicultura continuou consolidando-se no solo gaúcho. Em 2012, houve a realização da 1ª Abertura Oficial da Colheita da Oliva e também a criação da Câmara Setorial da Olivicultura. Em 2015, o Programa Estadual de Desenvolvimento da Olivicultura (PRÓ-OLIVA) foi oficializado pelo Decreto 52.479. Por fim, em 2017, o Instituto Brasileiro de Olivicultura (IBRAOLIVA) foi criado durante a 40ª Expointer (5; 8). De acordo com dados do Cadastro Olivícola (2017), 56 municípios olivicultores estão registrados no

Estado, sendo os principais listados na **Tabela 1**. Em relação às mesorregiões do Rio Grande do Sul, as maiores áreas plantadas se concentram nas mesorregiões Sudeste (1.779 hectares), Sudoeste (600 hectares), Centro (453 hectares) e Metropolitana (422 hectares), enquanto as mesorregiões Nordeste (146 hectares) e Noroeste (65 hectares) possuem as menores extensões de cultivo (8-9).

**Tabela 1** – Área de plantio de oliveiras no Rio Grande do Sul, por município.

| Município             | Área (hectares) | %*   |
|-----------------------|-----------------|------|
| Canguçu               | 575,2           | 16,6 |
| Encruzilhada do Sul   | 568,5           | 16,4 |
| Pinheiro Machado      | 383,7           | 11,1 |
| Cachoeira do Sul      | 368,2           | 10,6 |
| Santana do Livramento | 136,0           | 3,9  |
| Bagé                  | 128,0           | 3,7  |
| Caçapava do Sul       | 115,1           | 3,3  |
| Barra do Ribeiro      | 103,5           | 3,0  |

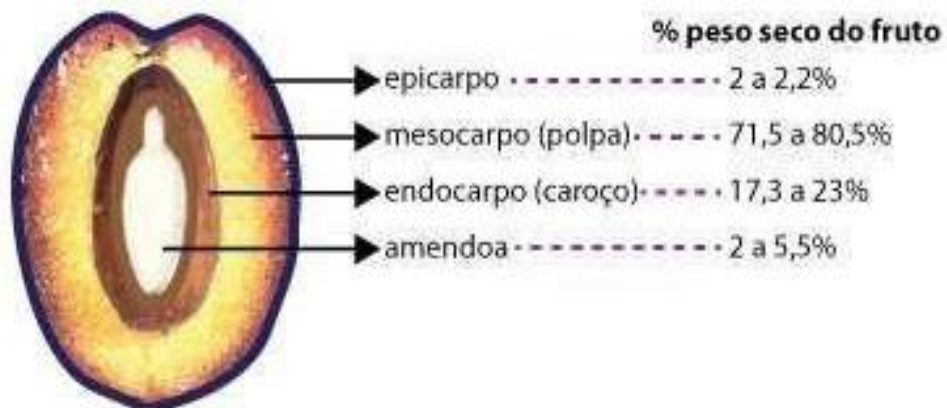
\* referente ao total de 3.465 hectares

Fonte: Cadastro Olivícola, 2017 (8).

## 1.2 A azeitona

A azeitona é o fruto da oliveira (*Olea europaea* L.), uma drupa (fruta de caroço único) em formato oval, com peso entre 2 e 12 gramas (g), formada por quatro partes: epicarpo, mesocarpo, endocarpo e amêndoa (**Figura 1**) (3; 4).

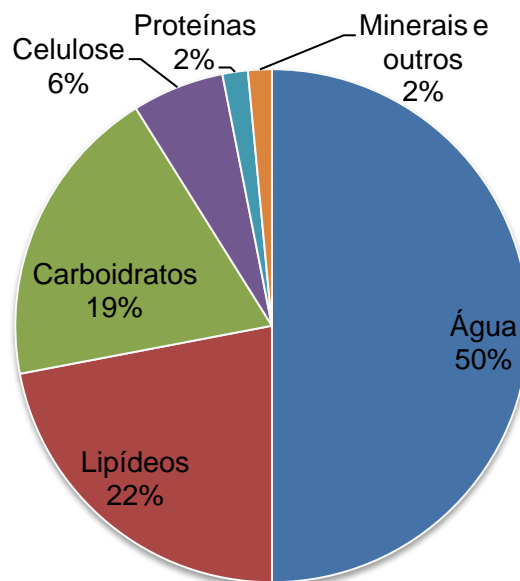
**Figura 1** – Partes constituintes do fruto da oliveira.



Fonte: Boskou D, 2006 (3).

O epicarpo corresponde à parte mais superficial (pele), variando entre as cores verde, amarelo e roxo, devido à presença de clorofila, carotenoides e antocianinas, dentre outros compostos (4). O mesocarpo (ou polpa) contém açúcares, proteínas, ácidos orgânicos, compostos fenólicos, pigmentos hidrossolúveis, fitoesteróis, vitaminas e compostos inorgânicos, bem como gotículas de óleo (95% do total), majoritariamente na forma de triglicerídeos (4). Já o endocarpo (envoltório e amêndoa) é constituído por celulose, hemicelulose e lignina. Além disso, há quantidades consideráveis de óleo na amêndoa, a qual é rica em ácido linoleico (4). A composição química média da azeitona é apresentada no **Gráfico 1** (3).

**Gráfico 1** – Composição química média da azeitona.



Fonte: Adaptado de Boskou D, 2006 (3).

As azeitonas podem variar em tamanho, cor, teor de lipídeos, perfil de ácidos graxos, entre outras características. Tais diferenças se devem a fatores intrínsecos (genéticos) e extrínsecos (clima, solo, condições de plantio e estágio de maturação na colheita) (3; 4). Em relação ao estágio de maturação, sabe-se que ele pode influenciar no processo de extração e na qualidade do azeite produzido. Frutos mais verdes são mais rígidos e requerem maior tempo de extração. Frutos pouco maduros (coloração verde-amarelada) além da melhor produtividade são ricos em

compostos fenólicos, originando azeites de sabor amargo e picante com notas aromáticas de grama cortada. Em contrapartida, frutos maduros de coloração roxa resultam em azeites de sabor frutado e frutos maduros de coloração preta produzem azeites com notas adocicadas (4).

### 1.2.1 Produção nacional e gaúcha

Com relação à produção nacional de azeitonas, observa-se um elevado crescimento na última década e sua concentração, desde o início, nas regiões Sul e Sudeste do Brasil. Em 2019, o estado que mais produziu azeitonas foi o Rio Grande do Sul, seguido por Minas Gerais e São Paulo (**Tabela 2**) (10).

**Tabela 2** – Produção de azeitonas no Brasil no período entre 2011 e 2019, por região e Estado, expressa em toneladas.

|                        | 2011      | 2012       | 2013       | 2014       | 2015       | 2016       | 2017         | 2018         | 2019         |
|------------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|------------|--------------|--------------|--------------|
| <b>Região Sul</b>      | <b>77</b> | <b>145</b> | <b>132</b> | <b>293</b> | <b>153</b> | <b>277</b> | <b>794</b>   | <b>976</b>   | <b>1.571</b> |
| Rio Grande do Sul      | 77        | 145        | 132        | 293        | 153        | 242        | 794          | 976          | 1.571        |
| Santa Catarina         | 0         | 0          | 0          | 0          | 0          | 35         | 0            | 0            | 0            |
| <b>Região Sudeste</b>  | <b>0</b>  | <b>146</b> | <b>133</b> | <b>219</b> | <b>282</b> | <b>370</b> | <b>456</b>   | <b>639</b>   | <b>929</b>   |
| Minas Gerais           | 0         | 146        | 133        | 171        | 191        | 273        | 277          | 528          | 527          |
| São Paulo              | 0         | 0          | 0          | 48         | 91         | 97         | 179          | 111          | 400          |
| Espírito Santo         | 0         | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0            | 0            | 2            |
| <b>Região Nordeste</b> | <b>0</b>  | <b>0</b>   | <b>0</b>   | <b>0</b>   | <b>0</b>   | <b>0</b>   | <b>0</b>     | <b>5</b>     | <b>5</b>     |
| Bahia                  | 0         | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0            | 5            | 5            |
| <b>Total</b>           | <b>77</b> | <b>291</b> | <b>265</b> | <b>512</b> | <b>435</b> | <b>647</b> | <b>1.250</b> | <b>1.620</b> | <b>2.505</b> |

Fonte: IBGE - Produção Agrícola Municipal, 2020 (10).

No Rio Grande do Sul (**Tabela 3**), a produção inicialmente se concentrou nas mesorregiões Centro Oriental, Sudoeste e Sudeste. Contudo, a partir de 2017 as mesorregiões Centro Ocidental e Metropolitana também começaram a se destacar na produção gaúcha de azeitonas. Atualmente, a maior produtora de azeitonas é a mesorregião Sudeste, seguida pelas mesorregiões Centro Ocidental e Metropolitana (10). Estima-se que, no mundo, cerca de 90% das azeitonas cultivadas são utilizadas para a produção de azeite de oliva enquanto os 10% restantes são consumidas como azeitonas de mesa (4).

**Tabela 3** – Produção de azeitonas no Rio Grande do Sul no período entre 2011 e 2019, por mesorregião, expressa em toneladas.

|                         | 2011      | 2012       | 2013       | 2014       | 2015       | 2016       | 2017       | 2018       | 2019         |
|-------------------------|-----------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|--------------|
| <b>Noroeste</b>         | 0         | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 0            |
| <b>Nordeste</b>         | 0         | 0          | 0          | 0          | 0          | 0          | 1          | 0          | 99           |
| <b>Centro Ocidental</b> | 0         | 0          | 0          | 0          | 17         | 20         | 114        | 246        | 377          |
| <b>Centro Oriental</b>  | 36        | 80         | 40         | 152        | 12         | 10         | 12         | 17         | 24           |
| <b>Metropolitana</b>    | 0         | 0          | 0          | 0          | 0          | 3          | 106        | 105        | 210          |
| <b>Sudoeste</b>         | 0         | 24         | 3          | 57         | 103        | 124        | 160        | 160        | 193          |
| <b>Sudeste</b>          | 41        | 41         | 89         | 84         | 21         | 85         | 401        | 448        | 668          |
| <b>Total</b>            | <b>77</b> | <b>145</b> | <b>132</b> | <b>293</b> | <b>153</b> | <b>242</b> | <b>794</b> | <b>976</b> | <b>1.571</b> |

Fonte: IBGE - Produção Agrícola Municipal, 2020 (10).

### 1.2.2 Variedades de azeitonas

No que se refere às variedades, de acordo com resultados de avaliações agrônômicas, recomenda-se o uso de oliveiras das variedades Arbequina, Koroneiki, Picual, Frontoio e Arbosana na região Sul do Brasil, devido às suas principais características de plantio (**Quadro 1**) (1; 4).

**Quadro 1** – Características de plantio das variedades recomendadas no Rio Grande do Sul.

| Cultivar  | Origem  | Vantagens                                    | Desvantagens                       |
|-----------|---------|--|------------------------------------|
| Arbequina | Espanha | Tolerante ao frio, seca e salinidade         | Sensível aos solos alcalinos       |
| Koroneiki | Grécia  | Tolerante à seca                             | Sensível ao frio e salinidade      |
| Picual    | Espanha | Tolerante ao frio e salinidade               | Sensível à seca e solos alcalinos  |
| Frontoio  | Itália  | Tolerante à seca e salinidade                | Sensível ao frio                   |
| Arbosana  | Espanha | Tolerante ao frio<br>Tolerante à verticilose | Susceptível à tuberculose e repilo |

Fonte: Coutinho EF et al., 2009; Kailis SG, 2017 (1; 4).

A maioria destas variedades, segundo o Cadastro Olivícola (2017), são cultivadas no território gaúcho, sendo as mais plantadas, em ordem decrescente:

Arbequina, Koroneiki, Picual, Arbosana, Frantoio, Manzanilla e Coratina (8-9). Tais dados foram confirmados em pesquisa realizada em 2018, com a participação de 60 olivicultores do Rio Grande do Sul, conforme mostrado na **Tabela 4** (11).

**Tabela 4** – Frequência absoluta e relativa das variedades de azeitona cultivadas no Rio Grande do Sul em 2018.

| <b>Variedade</b> | <b>n</b> | <b>%*</b> |
|------------------|----------|-----------|
| Arbequina        | 55       | 92        |
| Koroneiki        | 51       | 85        |
| Picual           | 49       | 82        |
| Frantoio         | 34       | 57        |
| Arbosana         | 32       | 53        |
| Manzanilha       | 25       | 42        |
| Coratina         | 18       | 30        |
| Ascolana         | 6        | 10        |
| Leccino          | 6        | 10        |

\* referente ao número (n) total de 60

Fonte: Gomes LS, 2018 (11).

Saueressig (2018), ao entrevistar 15 produtores de oliveiras do Estado, encontrou o uso das seguintes variedades para a produção de azeite de oliva: Frantoio, Coratina, Pendolino, Leccino, Ascolana e Grappolo (origem na Itália); Arbequina, Arbosana, Picual e Manzanilla (origem na Espanha); Koroneiki (origem na Grécia); Galega (origem em Portugal) e Maria da Fé (origem em Minas Gerais/Brasil). Neste trabalho, as variedades mais cultivadas pelos entrevistados foram Arbequina e Koroneiki (100%), Picual (93,3%), Arbosana (86,7%), Frantoio (80%) e Coratina (66,7%) (12).

### **1.3 O azeite de oliva**

O azeite de oliva é um produto derivado da azeitona, fruto da oliveira (*Olea europaea* L.), sendo considerado virgem quando obtido exclusivamente por meios mecânicos e/ou físicos e em condições, especialmente térmicas, que não causem

alterações ao óleo. Ainda, para tal denominação, não pode ser submetido a tratamentos que não sejam lavagem, decantação, centrifugação e filtração (13-15).

O azeite de oliva é composto por duas frações: 1- fração saponificável (98%) e 2- fração insaponificável (2%). A primeira, formada por triglicerídeos (98-99%), mono e diglicerídeos (1,5%), ácidos graxos livres, fosfolipídios, ésteres de esterois e ceras. Em relação ao perfil lipídico, há predomínio de ácidos graxos monoinsaturados, principalmente de ácido oleico (55-83% do total de ácidos graxos), e uma menor proporção de ácidos graxos poli-insaturados e saturados (4; 16).

Já a segunda, é constituída por componentes secundários, tais como: compostos alifáticos, álcoois triterpenos, esterois livres, hidrocarbonetos, compostos voláteis, tocoferóis, carotenoides e compostos fenólicos (secoiridoides [oleuropeína], álcoois fenólicos [hidroxitiroso], flavonoides e lignanas) (4; 16).

Alguns destes compostos secundários presentes no azeite de oliva possuem atividades bioativas e são associados a benefícios à saúde humana (17-19). Os compostos fenólicos constituem o maior grupo, com mais de 36 substâncias identificadas, apresentando efeitos antimicrobianos, antioxidantes e anti-inflamatórios (17-19).

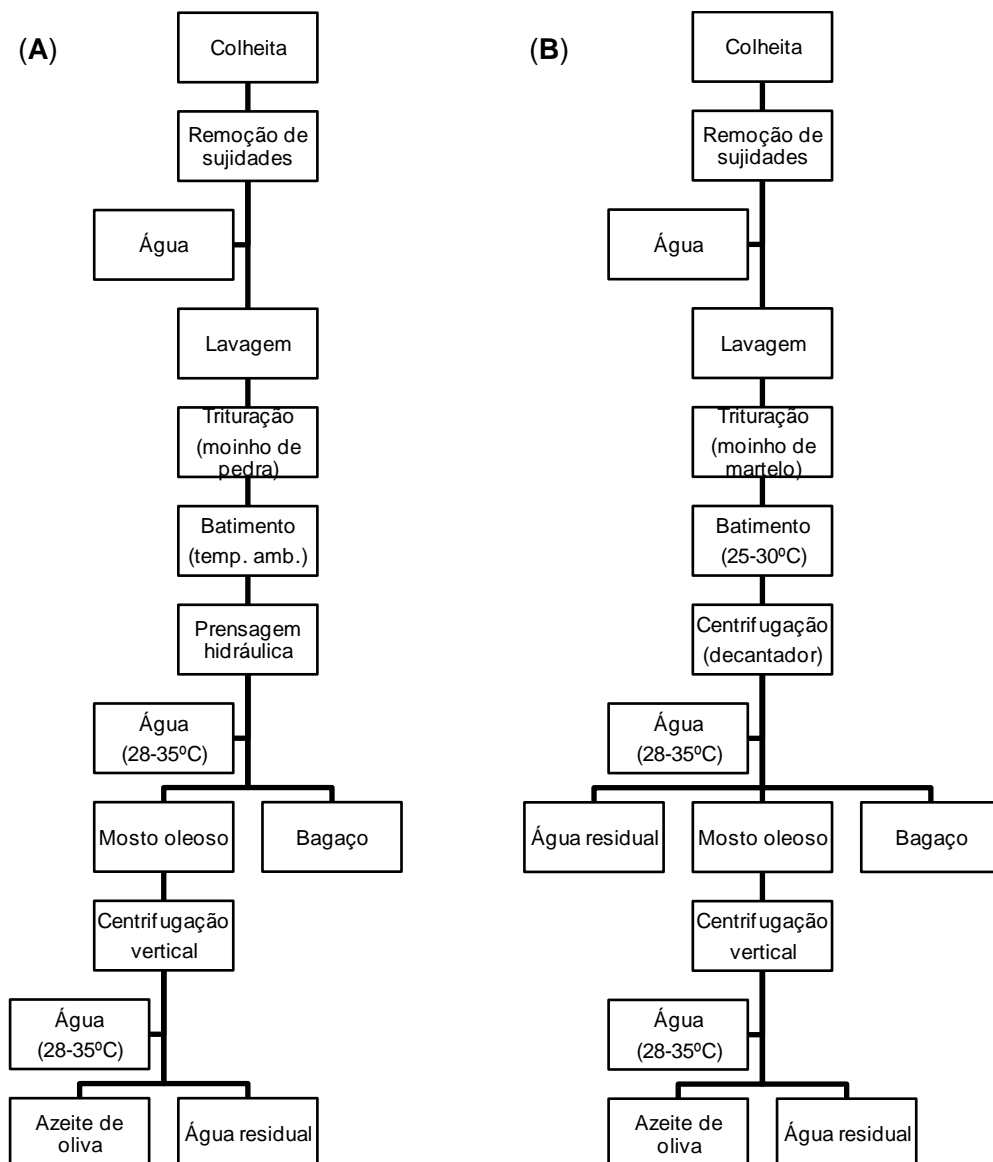
Além disso, os compostos fenólicos não voláteis são os responsáveis pelas percepções sensoriais amargas, picantes, adstringentes e metálicas do azeite de oliva. Referente à composição, a oleuropeína e o hidroxitiroso são os principais compostos fenólicos encontrados, nas quantidades médias de 2 miligramas por quilo (mg/kg) de azeite e de 0,5 a 14,4 mg/kg de azeite, respectivamente (19).

Outras substâncias bioativas do azeite de oliva são o esqualeno, os fitoesteróis e os tocoferóis. O esqualeno é um hidrocarboneto poli-insaturado do tipo triterpeno, lipofílico, que protege os ácidos graxos poli-insaturados da peroxidação lipídica e possui potencial efeito antitumoral. Já os fitoesteróis são componentes da membrana celular, que modulam sua fluidez e atividade enzimática e possuem comprovado efeito redutor de colesterol. Os fitoesteróis mais abundantes no azeite de oliva são  $\beta$ -sitosterol, campesterol e estigmasterol. Por fim, os tocoferóis ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\delta$ ,  $\gamma$ ) são substâncias que pertencem ao grupo da vitamina E e possuem importante atividade antioxidante. Dentre eles, o  $\alpha$ -tocoferol é composto mais comum do azeite de oliva (90%), em uma quantidade de 300 mg/kg de azeite, enquanto os demais compostos correspondem a apenas cerca de 25 mg/kg de azeite (19).

### 1.3.1 Processo de extração

A extração do azeite de oliva geralmente ocorre através de dois métodos livres de solventes, conforme **Fluxograma 1**. O primeiro, prensagem mecânica, baseia-se na prensagem hidráulica da matriz semissólida da azeitona. O segundo, extração aquosa, consiste na centrifugação da matriz semissólida da azeitona e sua separação em três fases (aquosa, oleosa e sólida) (19-20).

**Fluxograma 1** – Extração do azeite de oliva: **(A)** Extração por prensagem mecânica e **(B)** Extração aquosa.



Ambos os métodos compartilham etapas básicas, tais como colheita, remoção de sujidades, lavagem, trituração, batimento (mistura da matriz semissólida de azeitonas) e centrifugação vertical. As diferenças entre os dois métodos estão no tipo de moinho utilizado para a trituração das azeitonas (de pedra ou de martelo), na temperatura em que o batimento é realizado (temperatura ambiente ou de 25 a 30°C) e no método de separação de fases da matriz semissólida de azeitonas (prensagem hidráulica ou centrifugação trifásica/decantador) (19-20).

Atualmente, de acordo com a necessidade de manutenção da qualidade, o método de extração aquosa e por centrifugação é o mais utilizado, por proporcionar menor interferência nos parâmetros físico-químicos e, principalmente, sensoriais. Além disso, tal método facilita as operações de extração do azeite, podendo ser totalmente automatizado (19-20).

Para a produção de 1 litro de azeite de oliva virgem, estima-se que sejam necessários 5 quilos (kg) de azeitonas (4). Visando melhorar a produtividade e qualidade do azeite de oliva, alguns cuidados são recomendados. As azeitonas devem ser processadas o mais brevemente possível no período pós-colheita, por meio da limpeza de sujidades maiores e lavagem em água potável. Após, durante a trituração e processo de batimento, deve-se evitar o superaquecimento da matriz de semissólida de azeitonas e minimizar o tempo de exposição ao ar, para diminuir a oxidação. A adição de pectinases e celulases no decorrer do batimento pode levar ao aumento do rendimento e do teor de compostos fenólicos do azeite. Centrifugação e/ou filtração adicionais podem ser necessárias quando existem resíduos ou excesso de água de vegetação no azeite (azeite turvo) (4).

### **1.3.2 Avaliação da qualidade**

No Brasil, o azeite de oliva do tipo virgem, o qual é obtido exclusivamente por meios mecânicos e/ou físicos, é subclassificado em três categorias: extra virgem, virgem e lampante, de acordo com a Instrução Normativa nº 1/2012, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) (21) e com padrões internacionais (13-15) (**Tabela 5**).

As subcategorias extra virgem e virgem atendem a padrões de qualidade físico-química e sensorial que os tornam naturalmente aptos à alimentação humana.

Já o azeite de oliva virgem subcategoria lampante, não pode ser destinado diretamente ao consumo humano, devendo ser previamente refinado para dada finalidade (21).

**Tabela 5** – Classificação de azeites de oliva através de parâmetros de qualidade físico-química e sensorial.

|   | Extra virgem  | Virgem        | Lampante      |
|---|---------------|---------------|---------------|
| <b>Parâmetros de qualidade físico-química</b> |               |               |               |
| Acidez livre (%)                              | ≤ 0,80        | ≤ 2,00        | > 3,30        |
| Índice de peróxidos (mEq O <sub>2</sub> /kg)  | ≤ 20,0        | ≤ 20,0        | *             |
| K232  | ≤ 2,50        | ≤ 2,60        | *             |
| K270  | ≤ 0,22        | ≤ 0,25        | *             |
| ΔK  | ≤ 0,01        | ≤ 0,01        | *             |
| C14:0 - Ácido mirístico (%)                   | ≤ 0,03        | ≤ 0,03        | ≤ 0,03        |
| C16:0 - Ácido palmítico (%)                   | 7,50 a 20,00  | 7,50 a 20,00  | 7,50 a 20,00  |
| C16:1 - Ácido palmitoleico (%)                | 0,30 a 3,50   | 0,30 a 3,50   | 0,30 a 3,50   |
| C17:0 - Ácido heptadecanoico (%)              | ≤ 0,04        | ≤ 0,04        | ≤ 0,04        |
| C17:1 - Ácido heptadecenoico (%)              | ≤ 0,06        | ≤ 0,06        | ≤ 0,06        |
| C18:0 - Ácido esteárico (%)                   | 0,50 a 5,00   | 0,50 a 5,00   | 0,50 a 5,00   |
| C18:1 - Ácido oleico/ω9 (%)                   | 55,00 a 83,00 | 55,00 a 83,00 | 55,00 a 83,00 |
| C18:2 - Ácido linoleico/ω6 (%)                | 2,50 a 21,00  | 2,50 a 21,00  | 2,50 a 21,00  |
| C18:3 - Ácido α-linolênico/ω3 (%)             | ≤ 1,00        | ≤ 1,00        | ≤ 1,00        |
| C20:0 - Ácido araquídico (%)                  | ≤ 0,60        | ≤ 0,60        | ≤ 0,60        |
| C20:1 - Ácido gadoleico (%)                   | ≤ 0,50        | ≤ 0,50        | ≤ 0,50        |
| C22:0 - Ácido behênico (%)                    | ≤ 0,20        | ≤ 0,20        | ≤ 0,20        |
| C24:0 - Ácido lignocérico (%)                 | ≤ 0,20        | ≤ 0,20        | ≤ 0,20        |
| C18:1 t (%)                                   | ≤ 0,05        | ≤ 0,05        | ≤ 0,10        |
| C18:2 t + C18:3 t (%)                         | ≤ 0,05        | ≤ 0,05        | ≤ 0,10        |
| Esteróis totais (ET) (mg/kg)                  | ≥ 1000        | ≥ 1000        | ≥ 1000        |
| Colesterol (% ET)                             | ≤ 0,50        | ≤ 0,50        | ≤ 0,50        |
| Brassicasterol (% ET)                         | ≤ 0,10        | ≤ 0,10        | ≤ 0,10        |
| Campesterol (% ET)                            | ≤ 4,0         | ≤ 4,0         | ≤ 4,0         |
| Estigmasterol (% ET)                          | < campesterol | < campesterol | < campesterol |
| Δ-7-estigmastenol (% ET)                      | ≤ 0,50        | ≤ 0,50        | ≤ 0,50        |
| β-sitosterol (% ET)                           | ≥ 93,0        | ≥ 93,0        | ≥ 93,0        |
| Eritrodiol e Uvaol (% ET)                     | ≤ 4,50        | ≤ 4,50        | ≤ 4,50        |
| Ceras (mg/kg)                                 | ≤ 150         | ≤ 150         | ≤ 300         |
| Diferença do ECN 42 (%)                       | ≤ 0,20        | ≤ 0,20        | ≤ 0,30        |
| Estigmastadienos (mg/kg)                      | ≤ 0,05        | ≤ 0,05        | ≤ 0,50        |
| <b>Parâmetros de qualidade sensorial</b>      |               |               |               |
| Mediana sensorial do defeito (Md)             | = 0,0         | > 0,0 e ≤ 3,5 | > 6,0         |
| Mediana sensorial do frutado (Mf)             | > 0,0         | > 0,0         | *             |

\* não se aplica

Fonte: IOC, 2019; European Union, 2015 (13; 15).

Para o estabelecimento da categoria a qual um azeite de oliva será classificado, devem-se considerar os limites de tolerância para parâmetros de qualidade físico-química e sensorial, conforme recomendado pelo *International Olive Council* (IOC) e pela União Europeia (13; 15). No caso do Brasil, os mesmos limites de tolerância foram adotados, como preconizado pela Instrução Normativa nº 1/2012 do MAPA (21).

Os parâmetros de qualidade físico-química mais comumente avaliados em azeites de oliva são a acidez livre, o índice de peróxidos, a extinção específica no ultravioleta (K232, K270 e  $\Delta K$ ) e o perfil de ácidos graxos (22-24). Tais parâmetros possuem análises simples, rápidas, de baixo custo e bem estabelecidas em métodos oficiais do IOC (25-28).

A acidez livre, o mais antigo parâmetro utilizado para a avaliação da qualidade do azeite de oliva, é determinado através da titulação dos ácidos graxos livres presentes no azeite, diluídos em uma mistura de reagentes, com uma solução de hidróxido de sódio. Tal medida representa a extensão das atividades hidrolíticas a que as azeitonas foram submetidas, sendo expressa como % de ácido oleico. Azeitonas saudáveis processadas logo após a colheita, independente da cultivar, produzem azeites de oliva de muito baixa acidez livre. Já azeitonas que foram danificadas, seja por ataques de insetos ou por armazenamento prolongado antes do processamento, produzem azeites de oliva de maior acidez livre, o que se deve à ativação de enzimas hidrolíticas nos frutos. (29).

O índice de peróxidos é um parâmetro utilizado para analisar o grau de oxidação do azeite de oliva, relacionado às condições de armazenamento às quais o azeite de oliva foi submetido, como presença de oxigênio, exposição à luz, e também ao tempo e temperatura do armazenamento. É avaliado mediante um procedimento iodométrico, envolvendo a dissolução do azeite em uma mistura de ácido acético-clorofórmio e a adição de uma solução saturada de iodeto de potássio. O iodo formado é titulado com uma solução de tiosulfato de sódio e o nível de hidroperóxidos é expresso em miliequivalentes de oxigênio ativo por quilo (mEq  $O_2$ /kg) de azeite (29).

A extinção específica no ultravioleta (UV) e seus coeficientes (K232, K270 e  $\Delta K$ ) também são parâmetros que avaliam o grau de oxidação do azeite de oliva. A amostra de azeite é diluída em um reagente adequado e há a mensuração da

absorbância nos comprimentos de onda correspondentes às máximas absorções dos dienos e trienos conjugados, 232 nm (nanômetros) e 270 nm, respectivamente. Tais compostos são geralmente formados a partir de hidroperóxidos de ácidos graxos insaturados no processo de autoxidação e/ou prática de refino do azeite de oliva. O coeficiente  $\Delta K$  é calculado a partir dos valores de absorbância nos comprimentos de onda  $270 \pm 4$  nm, através da seguinte fórmula:  $\Delta K = K_{270} - [1/2 (K_{274} + K_{266})]$  (27; 29).

O perfil de ácidos graxos é um parâmetro de qualidade físico-química que avalia o grau de pureza do azeite de oliva e verifica a existência de possíveis adulterações, visto que cada óleo comestível possui determinado padrão de ácidos graxos. É analisado através da cromatografia gasosa de ésteres metílicos de ácidos graxos, após a transesterificação de triglicerídeos do azeite em colunas capilares polares. Amplas faixas percentuais são estabelecidas para os ácidos graxos mais abundantes, como o ácido oleico, que pode variar entre 55 e 83% do total de ácidos graxos; enquanto valores limites são fixados para os ácidos graxos menos abundantes, como o ácido  $\alpha$ -linolênico, que deve ser inferior a 1% do total de ácidos graxos (13; 28-29). Os limites de tolerância para todos os ácidos graxos presentes no azeite de oliva estão descritos na **Tabela 5**.

Embora existam inúmeros parâmetros físico-químicos para avaliar a qualidade dos azeites de oliva, a análise sensorial é uma técnica mandatória no que se refere à classificação dos azeites em virgem, extra virgem e lampante (13). Tal metodologia, conhecida como método teste do painel, foi desenvolvida em 1980 pelo IOC e posteriormente incluída na legislação da União Europeia (29).

O método envolve como instrumento um grupo de 8 a 12 pessoas, adequadamente selecionadas e treinadas para identificar e avaliar as intensidades das percepções sensoriais positivas e negativas (defeitos) do azeite de oliva (30). Os atributos sensoriais positivos e os principais defeitos sensoriais encontrados em azeites de oliva estão descritos no **Quadro 2**.

Em relação às amostras, devem ser compostas por 14 a 16 ml (12,8 a 14,6 g) de azeite de oliva, em temperatura de  $28 \pm 2$  °C, armazenadas em copos de vidro azul escuro e cobertas com vidro de relógio 60 mm. Todas necessitam ser codificadas com alfanuméricos de três dígitos aleatórios pelo líder do painel e

apresentadas de forma aleatória aos avaliadores, em diferentes sessões, com o máximo de cinco amostras por sessão (29-30).

Em relação ao ambiente da análise sensorial, deve ser iluminado, silencioso, composto por cabines individuais de degustação e mantido em temperatura de 20 a 25 °C. Quanto às análises, cada avaliador é responsável por avaliar a intensidade dos atributos positivos e negativos em uma ficha pré-elaborada com escala não estruturada de 10 cm de comprimento, classificada de 0 a 10 (29-30).

**Quadro 2** – Atributos sensoriais positivos e negativos (defeitos) do azeite de oliva.

| <b>Atributos</b>  | <b>Percepção sensorial</b>   |
|-------------------|--|
| <b>Positivos</b>  |  |
| Frutado           | Verde- sensação olfativa de grama cortada/folhas<br>Maduro- sensação olfativa de azeitonas frescas                             |
| Amargo            | Sabor primário característico do azeite obtido de azeitonas verdes ou pouco maduras  |
| Picante           | Sensação tátil característica do azeite obtido de azeitonas verdes   |
| <b>Negativos</b>  |  |
| Fermentado/Borras | Sabor característico do azeite obtido de azeitonas que passaram por fermentação anaeróbia ou ficaram em contato com sedimentos |
| Mofo/Terroso      | Sabor característico do azeite obtido de azeitonas armazenadas em condições úmidas ou mal lavadas                              |
| Avinado           | Sabor característico do azeite que passou por fermentação aeróbia, similar a vinho ou vinagre                                  |
| Azeitona gelada   | Sabor característico do azeite obtido de azeitonas danificadas por geada   |
| Ranço             | Sabor característico do azeite que sofreu um intenso processo de oxidação  |

Fonte: IOC, 2018 (30).

### 1.3.3 Panorama mundial de produção e consumo

Com relação ao panorama mundial, a produção é majoritariamente concentrada nos países do Mediterrâneo (31). No período de 2019 a 2020, 3.207 toneladas foram produzidas, sendo os maiores produtores a União Europeia (1.924 toneladas), Tunísia (350 toneladas), Turquia (225 toneladas), Marrocos (145 toneladas), Algéria (125,5 toneladas) e Síria (120 toneladas) (31).

Dentre os países da União Europeia, a Espanha foi a que mais produziu azeite de oliva (1.125 toneladas), neste mesmo período, seguido por Itália (366 toneladas), Grécia (275 toneladas) e Portugal (140 toneladas) (32).

Quanto ao Brasil, segundo estimativas do Instituto Brasileiro de Olivicultura (IBRAOLIVA), na safra de 2019 houve produção de cerca de 230 mil litros (209 toneladas) de azeite de oliva no país, e destes, 180 mil litros (164 toneladas) de azeite de oliva (78%), foram produzidos no Rio Grande do Sul (6). Resultados que podem ser interpretados como um grande crescimento na produção gaúcha atual, visto que a safra de 2017 foi de apenas 58 mil litros (53 toneladas), produzidos em oito unidades fabris (lagares) do Estado (8).

Sobre o consumo mundial de azeite de oliva, observa-se que quase duplicou em um intervalo de 30 anos, acompanhando o aumento da produção (31; 33). Para o período 2020/21, estima-se um consumo global de 3.186 toneladas, sendo cerca da metade apenas pela União Europeia (1.594 toneladas) (33). No caso do Brasil, espera-se um consumo de 97 toneladas, um valor ainda pequeno considerando a projeção populacional do país, de mais de 212 milhões de habitantes em 2020 (33-34).

Em relação à importação, no período 2019/20, os Estados Unidos foram os maiores importadores mundiais (391 toneladas), seguidos pela Espanha (144 toneladas), Brasil (104 toneladas), Itália (80 toneladas) e Japão (70 toneladas) (35-36).

Já os maiores exportadores, no mesmo período, foram a Espanha (429 toneladas), Tunísia (300 toneladas), Itália (211 toneladas), Portugal (80 toneladas) e Turquia (45 toneladas) (37-38). Os países que mais exportaram ao Brasil, no intervalo 2018/19, foram Portugal (56 toneladas), Espanha (13 toneladas), Argentina (6 toneladas), Chile (5 toneladas) e Itália (4 toneladas). As importações brasileiras

foram compostas em mais de 85% dos casos por azeites de oliva do tipo virgem (39).

#### 1.3.4 Armazenamento, envase e *shelf life*

O azeite de oliva, após o processo de extração, pode ser armazenado por vários meses. Entretanto, alguns cuidados devem ser tomados para evitar as deteriorações hidrolíticas e oxidativas que resultam em aumento da acidez livre e na rancificação dos azeites (40). Para tal, o azeite de oliva deve ser armazenado em tanques construídos com material inerte e impermeável ao óleo, protegido da luz, do oxigênio e de oscilações de temperatura (40). Preferencialmente, devem ser utilizados tanques de aço inoxidável, de fundo cônico (para depurar os sedimentos), com tampas flutuantes e/ou gás inerte, visando reduzir o processo de oxidação (4; 40).

Em relação ao armazenamento pós-envase, a composição da embalagem em que o azeite será acondicionado influenciará consideravelmente em sua estabilidade oxidativa e *shelf life* (prazo de validade). Dessa forma, três fatores são importantes na escolha da embalagem: impermeabilidade à gordura, impermeabilidade aos gases e proteção contra a luz (40).

Os materiais mais comumente utilizados no envase de azeites de oliva são o vidro, polietileno tereftalato (PET), estanho, cerâmica, papelão revestido de plástico (embalagem Tetra Pak) e bolsas multicamadas (embalagem *bag-in-box*) (40-41). No entanto, o vidro é o mais utilizado, visto ser um material inerte e resistente às trocas gasosas com o ambiente. O efeito protetor contra a luz pode variar, e por isso, aconselha-se o uso de vidros de coloração escura, verde ou âmbar, pois protegem o azeite de raios de luz na faixa de 300 a 500 nm, evitando a foto-oxidação do produto (40).

Lolis et al. (2020), estudaram o efeito de duas embalagens, *bag-in-box* e garrafa de vidro escuro colorido, em parâmetros de qualidade de azeites de oliva extra virgem, elaborados com a cultivar Koroneiki, ao longo de 18 meses em três diferentes temperaturas de armazenamento (15, 22 e 37 °C). Com base nos parâmetros acidez livre, índice de peróxidos e coeficientes da extinção específica (K232 e K270), as amostras acondicionadas em ambas as embalagens e

armazenadas a 15 e 22 °C mantiveram as características de qualidade e especificações para serem rotuladas como 'azeite de oliva extra virgem' por um período de até 9 meses (41).

Além do material da embalagem (41-43), fatores como temperatura (42; 44), exposição à luz (45), gás do *headspace* (espaço não preenchido acima do conteúdo em um recipiente lacrado) (46), filtração (47), perfil e níveis iniciais de compostos fenólicos (48-50) e o próprio tempo (43-44; 48-50) são responsáveis por influenciar a qualidade do azeite de oliva durante o período de armazenamento pós-envase.

Conforme observado em estudos recentes (22; 51-53), diferentes formulações, em termos de cultivares de azeitonas, influenciam o perfil e os níveis de compostos fenólicos do azeite de oliva, e estes por sua vez, impactam na qualidade físico-química e sensorial do produto com o transcorrer do tempo (48-49). Esposto et al. (2020), ao avaliarem 14 azeites de oliva com diferentes concentrações iniciais de compostos fenólicos, durante 22 meses, encontraram que os azeites de oliva com os maiores níveis iniciais de compostos fenólicos totais (750-1400 mg/kg) tiveram a menor redução em compostos derivados da oleuropeína ao longo do tempo. Ainda, foi observada correlação negativa entre compostos fenólicos totais e alguns tipos de secoiridoides com a duração do armazenamento em temperatura ambiente e em condições escuras (49).

Castillo-Luna et al. (2021), analisaram o efeito do armazenamento durante 12 meses, em local escuro, sob temperatura de 20°C nos níveis de compostos fenólicos totais de 160 azeites de oliva do tipo extra virgem. Observaram diminuição de  $42,0 \pm 24,3\%$  nas concentrações totais iniciais e uma relação dependente do perfil fenólico. Azeites de oliva extra virgem com predominância basal de oleaceína e oleocantal (> 200 mg/kg) tiveram maior redução no conteúdo fenólico total comparado a azeites com predominância de outros compostos. Também foi possível observar que após o período de armazenamento houve aumento nas quantidades de hidroxitirosol e de ácido oleocantálico, pressupondo-os como possíveis marcadores de envelhecimento no azeite (48).

Em relação à qualidade físico-química, Esposto et al. (2020), observaram correlação positiva entre o índice de peróxidos, K232 e K270 com a duração do tempo de armazenamento, evidenciando a deterioração oxidativa do azeite de oliva ao longo do envelhecimento. Uma relação estrita entre compostos voláteis

comumente associados ao defeito ranço e o tempo de armazenamento também foi verificada (49).

No mesmo estudo, foi possível o estabelecimento do tempo requerido para exceder os limites legais da alegação 'extra virgem' em cada amostra, considerando os principais parâmetros relacionados ao processo oxidativo. A amostra que continha os maiores níveis iniciais de compostos fenólicos totais (A:  $1.476,7 \pm 4,4$  mg/kg) permaneceu dentro das especificações de 'azeite de oliva extra virgem' por mais tempo do que a amostra que continha os menores níveis basais de compostos fenólicos (D:  $18,1 \pm 0,8$  mg/kg). A amostra A se manteve adequada aos limites de tolerância dos parâmetros índice de peróxidos, K232 e K270 por 22 meses enquanto a amostra D se manteve adequada ao índice de peróxidos por oito meses e aos coeficientes K232 e K270 por apenas seis meses (49).

### 1.3.5 Benefícios à saúde humana

O azeite de oliva é um dos principais componentes da dieta mediterrânea (16), conhecida por seus inúmeros efeitos positivos sobre a saúde cardiovascular (54-55). Parte destes benefícios é atribuída ao azeite de oliva (56-58), devido à sua composição em ácidos graxos monoinsaturados (ácido oleico/ $\omega 9$ ), poli-insaturados (ácido linoleico/ $\omega 6$  e ácido  $\alpha$ -linolênico/ $\omega 3$ ), compostos fenólicos e tocoferóis (17-18; 55; 59-61).

Em 2014, meta-análise realizada com 32 estudos observacionais prospectivos demonstrou que o tercil superior de consumo de azeite de oliva foi associado à redução de 23% no risco de morte por todas as causas, à redução de 28% no risco de eventos cardiovasculares e à redução de 40% no risco de acidente vascular cerebral, quando comparado ao tercil inferior de consumo (59).

Dados do estudo PREDIMED (*Prevención con Dieta Mediterránea*), realizado em pacientes de alto risco cardiovascular e idade entre 55 e 80 anos, também mostraram que o maior consumo basal de azeite de oliva foi associado à redução de 48% no risco de mortalidade cardiovascular (HR: 0,52; IC 95%: 0,29 a 0,93) (56). Ainda, observou-se que o aumento de 10 g por dia no consumo de azeite de oliva extra virgem reduziu o risco de doenças cardiovasculares e o risco de mortalidade, em 10% e 7%, respectivamente (56). Schwingshackl et al. (2019), ao avaliarem o impacto de diferentes tipos azeites de oliva (1- azeite de oliva refinado, 2- azeite de

oliva misto (blend entre azeite de oliva virgem e refinado), 3- azeite de oliva extra virgem (AOEV) com baixo teor de compostos fenólicos (< 200 mg/kg) e 4- AOEV com alto teor de compostos fenólicos ( $\geq$  200 mg/kg)) em fatores de risco cardiovascular, identificaram que o consumo de AOEV com alto teor de compostos fenólicos foi responsável por melhorar o LDL-colesterol oxidado quando comparado ao consumo de azeite de oliva refinado (SDM: -0,68; IC: -1,31 a -0,04) (62).

Além dos compostos fenólicos, o perfil de ácidos graxos do azeite de oliva desempenha um importante papel no que diz respeito aos benefícios de seu consumo à saúde humana (55; 59-61; 63). Cheng et al. (2016), observaram que a maior ingestão de ácidos graxos monoinsaturados (AGM) foi associada a um risco reduzido de acidente vascular encefálico (AVE) do tipo hemorrágico quando comparada à menor ingestão (RR = 0,68 [IC 95%, 0,49 - 0,96]) (60).

Schwingshackl et al. (2011), ao compararem ensaios clínicos randomizados (ECR) que avaliaram intervenções dietéticas com diferentes percentuais de AGM (> 12% vs.  $\leq$ 12%) em adultos durante o período mínimo 6 meses, encontraram resultados favoráveis ao maior consumo de AGM (>12%) em relação à massa gorda (-1,94 kg [IC de 95%, -3,72, -0,17; p = 0,03]), pressão arterial sistólica (-2,26 milímetros de mercúrio (mmHg) [IC 95%, -4,28, -0,25; p = 0,03]) e diastólica (-1,15 mm Hg [IC 95%, -1,96, -0,34; p = 0,005]) (61).

Ainda referente à composição de ácidos graxos, segundo Simopoulos (2002), uma adequada razão de ácidos graxos poli-insaturados  $\omega$ 6/ $\omega$ 3 na alimentação, com variação de 1:1 a 4:1, é um importante fator determinante de saúde, visando melhorar o equilíbrio entre o estado pró e anti-inflamatório (63).

## 2. JUSTIFICATIVA

Considerando o crescimento da olivicultura no Brasil, especialmente no Rio Grande do Sul, os benefícios do azeite de oliva à saúde humana e seu potencial econômico (valor agregado do produto), torna-se relevante avaliar a qualidade dos azeites de oliva produzidos no Estado.

Tal avaliação pode ser realizada por meio de parâmetros físico-químicos e sensoriais mensurados a partir de técnicas simples, rápidas e de baixo custo, conforme métodos oficiais de instituições internacionais, visando à correta classificação dos azeites de oliva nas categorias extra virgem, virgem e lampante.

Considerando as alterações que o azeite de oliva pode sofrer durante o período de armazenamento pós-envase, torna-se necessário analisar por quanto tempo o produto mantém a qualidade físico-química e as características sensoriais, avaliando e identificando as alterações que decorrem do processo de envelhecimento. Com base nestas avaliações, pode-se determinar a partir de qual momento a denominação 'azeite de oliva extra virgem' torna-se inadequada frente aos critérios estabelecidos pela legislação brasileira e internacional, ou seja, a partir de qual momento o azeite de oliva deixa de apresentar a máxima qualidade físico-química e sensorial.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1 Objetivo geral**

Avaliar os principais parâmetros de qualidade físico-química e sensorial de azeites de oliva comerciais do tipo extra virgem, produzidos no Estado do Rio Grande do Sul - Brasil, durante seis meses de armazenamento pós-envase.

#### **3.2 Objetivos específicos**

1. Determinar os parâmetros acidez livre (% de ácido oleico), índice de peróxidos (mEq O<sub>2</sub>/kg de azeite) e os coeficientes da extinção específica no ultravioleta (K232, K270 e ΔK);
2. Determinar o perfil de ácidos graxos;
3. Determinar o perfil sensorial: atributos positivos, defeitos e aromas;
4. Comparar diferentes azeites de oliva comerciais do tipo extra virgem ao longo do tempo de armazenamento pós-envase;
5. Avaliar em qual período pós-envase a denominação 'azeite de oliva extra virgem' torna-se inadequada frente aos critérios estabelecidos pela legislação brasileira e internacional.

## REFERÊNCIAS

1. Coutinho EF, Ribeiro FC, Cappellaro TH (Ed.). Cultivo de Oliveira (*Olea europaea* L.). Pelotas: Embrapa Clima Temperado; 2009.
2. International Olive Council. Olive World: The Olive Tree. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/olive-world/olive-tree/>>.
3. Boskou D. Characteristics of the Olive Tree and Olive Fruit. In: Boskou D, editor. Olive Oil: Chemistry and Technology. 2nd ed. New York: AOCS Press; 2006. p. 13-9.
4. Kailis SG. Olives. In: Thomas B, Murray BG, Murphy DJ, editores. Encyclopedia of Applied Plant Sciences. 2nd ed. Oxford (United Kingdom): Academic Press; 2017. p. 236-45.
5. Secretaria da Agricultura, Pecuária e Desenvolvimento Rural do Estado do Rio Grande do Sul. Pró-oliva: Antecedentes e Situação Atual. Disponível em: <<https://www.agricultura.rs.gov.br/pro-oliva>>.
6. Instituto Brasileiro de Olivicultura. Projeção do mercado oleícola para os próximos anos. Disponível em: <<https://www.ibraoliva.com.br/sobre>>.
7. Gomes RP. A olivicultura no Brasil. 2. ed. rev. São Paulo: Nobel; 1979.
8. João PL, de Almeida GTF, Ambrosini LB. Nota Técnica: Cadastro Olivícola 2017. Porto Alegre (RS): Secretaria da Agricultura, Pecuária e Irrigação, Câmara Setorial das Oliveiras; 2017.
9. Almeida GTF. Mapeamento do cultivo da oliveira no Estado do Rio Grande do Sul [trabalho de conclusão de curso]. Porto Alegre (RS): Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2018.
10. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Produção Agrícola Municipal. Disponível em: <[www.sidra.ibge.gov.br/tabela/1613](http://www.sidra.ibge.gov.br/tabela/1613)>.
11. Gomes LS. Produção de oliveiras e diversificação produtiva: uma abordagem sobre o potencial estratégico para o desenvolvimento territorial [dissertação]. Pelotas (RS): Universidade Federal de Pelotas; 2018.
12. Saueressig D. O desenvolvimento da olivicultura no Rio Grande do Sul: potencialidades e desafios [dissertação]. Porto Alegre (RS): Universidade Federal do Rio Grande do Sul; 2018.
13. International Olive Council (2019). Trade standard on olive oils and olive-pomace oils. COI/T.15/NC No 3/ Rev.14.

14. Codex Alimentarius Commission (2015). Standard for olive oils and olive pomace oils. CODEX STAN 33-1981. rev. 3. Amendment in 2009 and 2013. FAO/WHO, Rome.
15. European Union (2015). Commission Delegated Regulation (EU) 2015/1830 of 8 July 2015 amending Regulation (EEC) No 2568/91 on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis.
16. Sánchez-Villegas A, Sánchez-Tainta A. Virgin Olive Oil: A Mediterranean Diet Essential. In: Sánchez-Villegas A, Sánchez-Tainta A. The Prevention of Cardiovascular Disease Through the Mediterranean Diet. London (United Kingdom): Academic Press; 2018. p. 59-87.
17. Romani A, Ieri F, Urcioli S, Noce A, Marrone G, Nediani C, et al. Health Effects of Phenolic Compounds Found in Extra-Virgin Olive Oil, By-Products, and Leaf of *Olea europaea* L. *Nutrients*. 2019; 11(8):1776-808.
18. Souza PAL, Marcadenti A, Portal VL. Effects of Olive Oil Phenolic Compounds on Inflammation in the Prevention and Treatment of Coronary Artery Disease. *Nutrients*. 2017; 9(10):1087-108.
19. Seçmeler O, Galanakis CM. Olive Fruit and Olive Oil. In: Galanakis CM. Innovations in Traditional Foods. Duxford (United Kingdom): Woodhead Publishing; 2019. p. 193-220.
20. Petrakis C. Olive Oil Extraction. In: Boskou D, editor. Olive Oil: Chemistry and Technology. 2nd ed. New York: AOCS Press; 2006. p. 191-223.
21. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 1, de 30 de janeiro de 2012. Regulamento Técnico do Azeite de Oliva e do Óleo de Bagaço de Oliva. DOU 01/02/2012. Brasil; 2012.
22. Zago L, Squeo G, Bertoncini EI, Difonzo G, Caponio F. Chemical and sensory characterization of Brazilian virgin olive oils. *Food Res Int*. 2019; 126:108588.
23. Rodrigues JF, Resende LMB, da Silva LFO, Pedrosa MP, Pinheiro ACM, Nunes CA. Quality of olive oils from southeastern Brazil. *Bragantia*. 2019; 78(4):479-89.
24. Borges TH, Pereira JA, Cabrera-Vique C, Lara L, Oliveira AF, Seiquer I. Characterization of Arbequina virgin olive oils produced in different regions of Brazil and Spain: Physicochemical properties, oxidative stability and fatty acid profile. *Food Chem*. 2017; 215:454-62.

25. International Olive Council (2017). Determination of free fatty acids, cold method. COI/T.20/Doc. No 34/Rev. 1.
26. International Olive Council (2017). Determination of peroxide value. COI/T.20/Doc. No 35/Rev. 1.
27. International Olive Council (2019). Spectrophotometric investigation in the ultraviolet. COI/T.20/Doc. No 19/Rev. 5.
28. International Olive Council (2017). Determination of fatty acid methyl esters by gas chromatography. COI/T.20/Doc. No 33/Rev. 1.
29. Angerosa F, Campestre C, Giansante L. Analysis and Authentication. In: Boskou D, editor. Olive Oil: Chemistry and Technology. 2nd ed. New York: AOCS Press; 2006. p. 191-223.
30. International Olive Council (2018). Sensory analysis of olive oil – method for the organoleptic assessment of virgin olive oil. COI/T.20/Doc. No 15/Rev. 10.
31. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: World Olive Oil Figures. World Production. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/12/HO-W901-23-11-2020-P.pdf>>.
32. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: World Olive Oil Figures. European Union Production. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/12/HO-CE901-23-11-2020-P.pdf>>.
33. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: World Olive Oil Figures. World Consumption. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/12/HO-W901-23-11-2020-C.pdf>>.
34. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (2020). Projeção da população do Brasil e das Unidades da Federação. Disponível em: <<https://www.ibge.gov.br/apps/populacao/projecao/>>.
35. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: World Olive Oil Figures. World Imports. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/12/HO-W901-23-11-2020-I.pdf>>.

36. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: World Olive Oil Figures. European Union Imports. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/12/HO-CE901-23-11-2020-I.pdf>>.
37. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: World Olive Oil Figures. World Exports. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/12/HO-W901-23-11-2020-E.pdf>>.
38. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: World Olive Oil Figures. European Union Exports. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/12/HO-CE901-23-11-2020-E.pdf>>.
39. International Olive Council (2020). Economic Affairs and Promotion Unit: Exports and Imports. Brazil Olive Oil Imports. Disponível em: <<https://www.internationaloliveoil.org/wp-content/uploads/2020/04/IOC-Import-profiles-Brazil-2018-19-rev.1.html>>.
40. Boskou D. Storage and Packing. In: Boskou D, editor. Olive Oil: Chemistry and Technology. 2nd ed. New York: AOCS Press; 2006. p. 233-41.
41. Lolis A, Badeka AV, Kontominas MG. Quality retention of extra virgin olive oil, Koroneiki cv. packaged in bag-in-box containers under long term storage: A comparison to packaging in dark glass bottles. Food Packaging Shelf. 2020; 26:100549.
42. Sanmartin C, Venturi F, Sgherri C, Nari A, Macaluso M, Flamini G, Quartacci MF, Taglieri I, Andrich G, Zinnai A. The effects of packaging and storage temperature on the shelf-life of extra virgin olive oil. Heliyon. 2018; 4(11):e00888.
43. Dabbou S, Gharbi I, Brahmi F, Nakbi A, Hammami M. Impact of packaging material and storage time on olive oil quality. Afr. J. Biotechnol. 2011; 10:16937-47.
44. Gómez-Alonso S, Mancebo-Campos V, Salvador MD, Fregapane G. Evolution of major and minor components and oxidation indices of virgin olive oil during 21 months storage at room temperature. Food Chem. 2007; 100:36-42.

45. Esposito S, Taticchi A, Urbani S, Selvaggini R, Veneziani G, Di Maio I, Sordini B, Servili M. Effect of light exposure on the quality of extra virgin olive oils according to their chemical composition. *Food Chem.* 2017; 229:726-33.
46. Iqdiam BM, Welt BA, Goodrich-Schneider R, Sims CA, Baker GL, Marshall MR. Influence of headspace oxygen on quality and shelf life of extra virgin olive oil during storage. *Food Packaging Shelf.* 2020; 23:100433.
47. Bubola KB, Lukic M, Mofardin I, Butumovic A, Koprivnjak O. Filtered vs. naturally sedimented and decanted virgin olive oil during storage: Effect on quality and composition. *LWT - Food Sci Technol.* 2017; 84:370-7.
48. Castillo-Luna A, Criado-Navarro I, Ledesma-Escobar CA, López-Bascón MA, Priego-Capote F. The decrease in the health benefits of extra virgin olive oil during storage is conditioned by the initial phenolic profile. *Food Chem.* 2021; 336:127730.
49. Esposito S, Selvaggini R, Taticchi A, Veneziani G, Sordini B, Servili M. Quality evolution of extra-virgin olive oils according to their chemical composition during 22 months of storage under dark conditions. *Food Chem.* 2020; 311:126044.
50. Fregapane G, Gomez-Rico A, Inarejos AI, Salvador MD. Relevance of minor components stability in commercial olive oil quality during the market period. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 2013; 115:541-48.
51. Bruscatto MH, Zambiasi RC, Crizel-Cardoso M, Piatnicki CMS, Mendonça CRB, Dutra FLG, Coutinho EF. Chemical characterization and oxidative stability of olive oils extracted from olive trees of Southern Brazil. *Pesq. agropec. bras.* 2017; 52(12):1231-40.
52. Ballus CA, Meinhart AD, Júnior ASC, da Silva LFO, Oliveira AF, Godoy HT. A quantitative study on the phenolic compound, tocopherol and fatty acid contents of monovarietal virgin olive oils produced in the southeast region of Brazil. *Food Res Int.* 2014; 62:74-83.
53. Miho H, Moral J, López-González MA, Diéz CM, Priego-Capote F. The phenolic profile of virgin olive oil is influenced by malaxation conditions and determines the oxidative stability. *Food Chem.* 2020; 314:126183.
54. Sánchez-Villegas A, Zuzpa I. A Healthy-Eating Model Called Mediterranean Diet. In: Sánchez-Villegas A, Sánchez-Tainta A. *The Prevention of*

- Cardiovascular Disease Through the Mediterranean Diet. London (United Kingdom): Academic Press; 2018. p. 1-24.
55. Schwingshackl L, Morze J, Hoffmann G. Mediterranean diet and health status: Active ingredients and pharmacological mechanisms. *Br J Pharmacol.* 2020;177(6):1241-57.
  56. Guasch-Ferré M, Hu FB, Martínez-González MA, Fitó M, Bulló M, Estruch R, et al. Olive oil intake and risk of cardiovascular disease and mortality in the PREDIMED Study. *BMC Med.* 2014; 12:78.
  57. Massaro M, Scoditti E, Carluccio MA, Calabriso N, Santarpino G, Verri T et al. Effects of Olive Oil on Blood Pressure: Epidemiological, Clinical, and Mechanistic Evidence. *Nutrients.* 2020; 12(6):1548-69.
  58. Gaforio JJ, Visioli F, Alárcon-de-la-Lastra C, Castañer O, Delgado-Rodríguez M, Fitó M et al. Virgin Olive Oil and Health: Summary of the III International Conference on Virgin Olive Oil and Health Consensus Report, JAEN (Spain) 2018. *Nutrients.* 2019; 11, 2039-73.
  59. Schwingshackl L, Hoffmann G. Monounsaturated fatty acids, olive oil and health status: a systematic review and meta-analysis of cohort studies. *Lipids Health Dis.* 2014; 13:154.
  60. Cheng P, Wang J, Shao W. Monounsaturated Fatty Acid Intake and Stroke Risk: A Meta-analysis of Prospective Cohort Studies. *J Stroke Cerebrovasc Dis.* 2016; 25(6):1326-34.
  61. Schwingshackl L, Strasser B, Hoffmann G. Effects of monounsaturated fatty acids on cardiovascular risk factors: a systematic review and meta-analysis. *Ann Nutr Metab.* 2011; 59(2-4):176-86.
  62. Schwingshackl L, Krause M, Schmucker C, Hoffmann G, Rucker G, Meerpohl J. Impact of different types of olive oil on cardiovascular risk factors: A systematic review and network meta-analysis. *Nutr Metab Cardiovasc Dis.* 2019; 29(10):1030-39.
  63. Simopoulos, A. The importance of the ratio of omega-6/omega-3 essential fatty acids. *Biomed. Pharmacother.* 2002; 56(8):365-79.

#### 4. ARTIGO

O presente artigo será submetido ao periódico *Food Research International*, de fator de impacto 4.972 e Qualis A1 na área Ciência de Alimentos e Nutrição.

### **Evolução pós-envase da qualidade físico-química e sensorial de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil**

Natália Cristina Averbuch<sup>a\*</sup>, Lucas Tolio Silva<sup>b</sup>, Juliano Garavaglia<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Programa de Pós-graduação em Ciências da Nutrição da Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre, RS, Brasil.

<sup>b</sup>Curso de Gastronomia da Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre, RS, Brasil.

\*Corresponding author. Tel.: +55 5199892485. E-mail address: natalia.averbuch@gmail.com (Natália Cristina Averbuch).

**Resumo:** Azeite de oliva virgem é o produto obtido das azeitonas unicamente por meios físicos e/ou mecânicos. A qualidade do azeite de oliva é influenciada por processos hidrolíticos e oxidativos que ocorrem ao longo do envelhecimento, podendo ser avaliada por parâmetros físico-químicos e sensoriais. O objetivo do presente estudo foi avaliar os principais parâmetros de qualidade físico-química e sensorial de azeites de oliva do tipo extra virgem, produzidos no Sul do Brasil, durante seis meses de armazenamento pós-envase. As amostras foram constituídas por três tipos comerciais de azeites de oliva (KO, BL e AA), elaboradas com diferentes variedades de azeitonas e produzidas na safra de 2019 no Estado do Rio Grande do Sul. Acidez livre (AL), índice de peróxidos (IP), coeficientes da extinção específica (K232, K270 e  $\Delta K$ ), composição de ácidos graxos (CAG) e perfil sensorial foram analisados em todas as amostras de azeite de oliva até o sexto mês de armazenamento pós-envase. Com relação à AL, IP e CAG, não foram encontradas diferenças significativas em ambos os tipos de azeite de oliva ao longo do tempo. Contudo, os coeficientes da extinção específica apresentaram grande variabilidade, mas nenhuma tendência linear de aumento ou redução foi identificada. Sobre o perfil sensorial, observou-se na amostra de azeite BL maior amargor no sexto mês pós-envase quando comparado ao primeiro mês. Todas as amostras estudadas apresentaram qualidade físico-química e sensorial satisfatórias durante o período de armazenamento de acordo com a legislação vigente. Conclui-se que os azeites de oliva avaliados podem permanecer classificados na categoria 'extra virgem' até o sexto mês de armazenamento pós-envase.

**Palavras-chave:** azeite de oliva, extra virgem, qualidade, análise sensorial, armazenamento, pós-envase.

## 4.1 Introdução

O azeite de oliva é um produto obtido exclusivamente do fruto da oliveira (*Olea europaea* L.), sendo considerado virgem quando apenas meios mecânicos e/ou físicos são utilizados para sua extração (IOC, 2019a; European Union, 2015; Codex Alimentarius Commission, 2015). É um dos principais componentes da dieta mediterrânea (Sánchez-Villegas & Sánchez-Tainta, 2018), conhecida por seus inúmeros efeitos benéficos à saúde humana (Schwingshackl, Morze & Hoffmann, 2020; Sánchez-Villegas & Zuzpa, 2018). Tais benefícios são especialmente atribuídos ao consumo regular do azeite de oliva (Massaro et al., 2020; Schwingshackl et al., 2019; Guasch-Ferré et al., 2014) e à sua composição, que inclui gorduras mono e poli-insaturadas, compostos fenólicos e tocoferóis (Romani et al., 2019; Souza, Marcadenti & Portal, 2017; Schwingshackl & Hoffmann, 2014).

A qualidade do azeite de oliva depende de fatores como cultivar de azeitona, clima, solo, método de extração, embalagem e condições de armazenamento (Iqdam et al., 2020; Sanmartin et al., 2018; Borges et al., 2017; Bruscatto et al., 2017; Esposito et al., 2017; Ballus et al., 2014; Ruiz-Dominguez, Raigón & Prohens, 2013; Ben-Hassine et al., 2013; Dabbou, Gharbi, Brahmi, Nakbi & Hammami, 2011), podendo ser avaliada por meio de técnicas simples, rápidas, de baixo custo e regulamentadas internacionalmente (IOC, 2019b; IOC, 2018; IOC, 2017a; IOC, 2017b; IOC, 2017c). Azeites de oliva do tipo extra virgem, considerados de maior qualidade, devem atender a limites de tolerância mais rígidos em relação a parâmetros físico-químicos, como por exemplo, acidez livre  $\leq 0,80$ , índice de peróxidos  $\leq 20$  mEq O<sub>2</sub>/kg de azeite, K232  $\leq 2,50$ , K270  $\leq 0,22$  e  $\Delta K \leq 0,01$  (IOC, 2019a; European Union, 2015). Além disso, devem apresentar um perfil específico de ácidos graxos e características sensoriais adequadas, definidas como mediana de frutado superior a zero ( $> 0$ ) e mediana de defeitos igual a zero ( $= 0$ ) (IOC, 2019a; IOC, 2018; European Union, 2015).

Alterações em parâmetros de qualidade físico-química e sensorial do azeite de oliva são frequentemente observadas ao longo do tempo de armazenamento pós-envase, devido aos processos hidrolíticos e oxidativos decorrentes do envelhecimento (Esposito et al., 2020; Gómez-Alonso, Mancebo-Campos, Salvador & Fregapane, 2007). Esposito et al. (2020), encontraram que azeites de oliva extra

virgem podem permanecer adequados à esta denominação por um prazo que varia entre 6 e 22 meses, se acondicionados em temperatura ambiente e ao abrigo da luz, dependendo da composição basal do produto, especialmente no que diz respeito à composição e níveis iniciais de compostos fenólicos. Outros estudos também identificaram que a diminuição na qualidade do azeite de oliva do tipo extra virgem durante o período de armazenamento pode ser condicionada pelos compostos fenólicos basais (Castillo-Luna, Criado-Navarro, Ledesma-Escobar, López-Bascón & Priego-Capote, 2021; Fregapane, Gomez-Rico, Inarejos & Salvador, 2013).

No Brasil a olivicultura ainda ocupa uma pequena parcela do mercado agrícola, contudo, é uma área em ascensão e de grande interesse econômico para o país, que teve a produção de 230 mil litros (209 toneladas) de azeite na safra de 2019 (IBRAOLIVA, 2020). Conforme demonstrado em estudos recentes, os azeites de oliva brasileiros apresentam elevada qualidade físico-química e sensorial (Zago, Squeo, Bertoncini, Difonzo & Caponio, 2019; Rodrigues et al., 2019; Bruscatto et al., 2017; Ballus et al. 2014), entretanto, ainda há pouca informação referente ao período de tempo em que permanecem adequados à designação 'extra virgem' durante o armazenamento pós-envase.

Assim, o objetivo do presente estudo foi avaliar os principais parâmetros de qualidade físico-química e o perfil sensorial de azeites de oliva produzidos no Estado do Rio Grande do Sul - Brasil, até o sexto mês de armazenamento pós-envase.

## **4.2 Materiais e Métodos**

### **4.2.1 Amostras**

As amostras foram constituídas de azeites de oliva comerciais do tipo extra virgem, produzidos no Estado do Rio Grande do Sul - Brasil, na safra de 2019. Três tipos de azeite de oliva, elaborados a partir de diferentes variedades de azeitonas, foram estudados até o sexto mês de armazenamento pós-envase, em três tempos: T0- 15 dias pós-envase; T3- 75 dias pós-envase e T6- 165 dias pós-envase. As amostras foram mantidas em suas embalagens de origem: garrafas de vidro escuro com proteção UV e volume de 250 ml. A temperatura de armazenamento, embora sem medições por meio de termômetro e, conseqüentemente, registros detalhados,

variou entre 20 e 37°C (temperatura ambiente). Todas as amostras foram armazenadas com ausência de luz natural ou artificial durante todo o período de armazenamento. As amostras foram retiradas destas condições apenas na data específica (T0, T3 e T6) onde foram manipuladas para as análises físico-químicas e sensoriais.

#### 4.2.2 Parâmetros de qualidade físico-química

A qualidade físico-química dos azeites de oliva foi avaliada através dos parâmetros acidez livre (expressa como % de ácido oleico), índice de peróxidos (expresso como mEq O<sub>2</sub>/Kg de azeite), extinção específica no ultravioleta (K232, K270 e ΔK) e perfil de ácidos graxos. Todos os experimentos foram realizados de acordo com os métodos padrões preconizados pelo *International Olive Council* (IOC) (IOC, 2019b; IOC, 2017a; IOC, 2017b; IOC, 2017c).

Para a análise do perfil de ácidos graxos foi utilizada a cromatografia gasosa acoplada a um detector de massas, utilizando o cromatógrafo GCMS-QP2010 Ultra (Shimadzu, Tóquio, Japão). Em um tubo de ensaio com tampa de rosca de 5 ml foi pesado cerca de 0,1 g de amostra e, em seguida, houve adição de 2 ml de heptano e agitação. Após, foi acrescentado 0,2 ml de solução hidróxido de potássio metanólico e o tubo foi tampado e agitado vigorosamente por 30 segundos. A solução foi deixada em repouso para sua estratificação e decantação e a fase contendo os ésteres metílicos de ácidos graxos foi coletada (IOC, 2017c).

Foi realizada injeção automática, no modo split, na razão de 1:50, utilizando-se uma coluna capilar Elite-WAX com comprimento de 30 m, diâmetro interno de 0,25 cm e espessura do filme de 0,25 μm (Pekin-Elmer, Waltham, MA, USA). A temperatura inicial da coluna foi de 50°C durante 1 minuto, sendo aumentada a uma taxa de 25°C/minuto até a temperatura de 200°C. Após, a temperatura continuou sendo aumentada a uma taxa de 3°C/minuto até a temperatura final de 230°C, permanecendo por 18 minutos. O gás de arraste utilizado foi o hélio e a temperatura do injetor foi de 250°C. A identificação dos ácidos graxos ocorreu por meio de varredura de massas na faixa de 35 até 400 m/z. Tanto a temperatura da fonte como da interface foi de 250°C e o tempo de corte foi de 2,6 minutos. Utilizou-se padrão

interno com 37 ésteres metílicos de ácidos graxos (Sigma-Aldrich, St-Louis, MO, USA) (IOC, 2017c).

A partir da composição de ácidos graxos (expressa em %), foi calculada a razão de ácidos graxos poli-insaturados  $\omega 6/\omega 3$ , por meio da divisão do % de ácidos graxos linoleicos (C18:2 -  $\omega 6$ ) pelo % de ácidos graxos  $\alpha$ -linolênicos (C18:3 -  $\omega 3$ ).

#### 4.2.3 Perfil sensorial

Um painel de análise sensorial, do Departamento de Nutrição da Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre (UFCSPA), composto por oito avaliadores treinados, foi responsável por analisar as amostras dos azeites. Todas as avaliações ocorreram em laboratório de análise sensorial, seguindo as normas e regulamentações do IOC (IOC, 2018). O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da UFCSPA (CAAE número 62324516.8.0000.5345) e todos os avaliadores assinaram o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE).

As amostras foram pesadas (12,8 a 14,6 g) e codificadas com alfanuméricos de três dígitos aleatórios pelo líder do painel. Posteriormente, foram fornecidas aos provadores na temperatura de  $28 \pm 2^\circ\text{C}$  em copos de vidro azul escuro, tapadas com vidro de relógio 60 mm. As amostras foram apresentadas aleatoriamente, em diferentes sessões, com o máximo de cinco amostras por sessão e duas fichas de avaliação (IOC, 2018).

A primeira ficha foi composta pelos atributos sensoriais positivos (frutado, amargo, picante) e negativos/defeitos (fermentado/borras, mofo/terroso, avinado, azeitona gelada e ranço), de acordo com o método oficial de análise do IOC (IOC, 2018). A segunda ficha, um teste de Análise Descritiva Quantitativa (ADQ), foi composta pelas notas sensoriais aromáticas de maçã, tomate, banana, cítrico, amêndoa, caramelo, alcachofra, untuoso, adocicado e herbáceo. A intensidade das variáveis em ambas as fichas foi aferida através de uma escala não estruturada de 10 cm com limites mínimo (delicado) e máximo (robusto), conforme sugerido para a avaliação de denominação de origem para azeites de oliva (IOC, 2018).

#### 4.2.4 Análise Estatística

Todas as análises foram realizadas em duplicata. Os resultados obtidos foram tabelados e analisados no software PSPP versão livre (*GNU Operating System*). Diferenças estatísticas foram avaliadas através da Análise de Variância (ANOVA) de uma via e teste post-hoc de Tukey, sendo os dados apresentados como média e desvio padrão ( $\pm$ ). Valores de  $p < 0,05$  foram considerados significativos. Uma Análise de Componentes Principais (ACP) foi realizada com os dados obtidos na análise sensorial das amostras de azeites nos diferentes tempos de armazenamento. Um dendograma foi construído a partir da análise de agrupamento hierárquico para identificar eventuais diferenças entre as amostras, por meio do cálculo Euclidiano quadrático multidimensional dos escores, aplicando-se o método de ligação única. Estas análises foram realizadas com o complemento do software XLSTAT, versão 2019.2.1.59219.

#### 4.3 Resultados

Os três tipos comerciais de azeite de oliva (**Tabela 1**) foram avaliados até o sexto mês de armazenamento pós-envase nos seguintes tempos: T0- 15 dias pós-envase, T3- 75 dias pós-envase e T6- 165 dias pós-envase.

**Tabela 1** – Caracterização dos tipos comerciais de azeite de oliva estudados.

| Tipo | Categoria    | Cultivares de azeitonas   | Cidade          | Região     |
|------|--------------|---|-----------------|------------|
| KO   | Monovarietal | Koroneiki   | Caçapava do Sul | Sudeste/RS |
| BL   | Blend        | Arbequina, Arbosana,<br>Koroneiki, Picual, Frontoio,<br>Galega, Coratina e Manzanilla | Caçapava do Sul | Sudeste/RS |
| AA   | Bivarietal   | Arbequina e Arbosana  | Canguçu         | Sudeste/RS |

### 4.3.1 Parâmetros de qualidade físico-química

Os parâmetros acidez livre, índice de peróxidos e extinção específica no ultravioleta (K232, K270 e  $\Delta K$ ) são apresentados na **Tabela 2**.

**Tabela 2** – Acidez livre, índice de peróxidos e extinção específica de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil ao longo do tempo de armazenamento pós-envase.

|           |    | Acidez<br>(%)             | IP<br>(mEq O <sub>2</sub> /Kg) | K232                      | K270                      | $\Delta K$                 |
|-----------|----|---------------------------|--------------------------------|---------------------------|---------------------------|----------------------------|
| AOEV*     |    | ≤0,80                     | ≤20,00                         | ≤2,50                     | ≤0,22                     | ≤0,01                      |
| <b>KO</b> | T0 | 0,27 ± 0,02 <sup>aA</sup> | 7,48 ± 3,53 <sup>aA</sup>      | 1,94 ± 0,00 <sup>aA</sup> | 0,16 ± 0,00 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup>  |
|           | T3 | 0,26 ± 0,00 <sup>aA</sup> | 9,97 ± 0,01 <sup>aA</sup>      | 1,83 ± 0,00 <sup>bA</sup> | 0,16 ± 0,00 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup>  |
|           | T6 | 0,27 ± 0,02 <sup>aA</sup> | 9,94 ± 0,03 <sup>aA</sup>      | 1,93 ± 0,00 <sup>cA</sup> | 0,15 ± 0,00 <sup>bA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>bA</sup>  |
| <b>BL</b> | T0 | 0,21 ± 0,03 <sup>aA</sup> | 7,49 ± 3,52 <sup>aA</sup>      | 2,03 ± 0,00 <sup>aB</sup> | 0,16 ± 0,00 <sup>aB</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aB</sup>  |
|           | T3 | 0,20 ± 0,02 <sup>aB</sup> | 9,89 ± 0,03 <sup>aA</sup>      | 1,82 ± 0,00 <sup>bB</sup> | 0,12 ± 0,00 <sup>bB</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>bB</sup>  |
|           | T6 | 0,21 ± 0,00 <sup>aA</sup> | 9,97 ± 0,02 <sup>aA</sup>      | 1,94 ± 0,00 <sup>cB</sup> | 0,13 ± 0,00 <sup>cB</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>cB</sup>  |
| <b>AA</b> | T0 | 0,22 ± 0,01 <sup>aA</sup> | 9,97 ± 0,03 <sup>aA</sup>      | 1,79 ± 0,00 <sup>aC</sup> | 0,12 ± 0,00 <sup>aC</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aC</sup>  |
|           | T3 | 0,18 ± 0,02 <sup>aB</sup> | 7,47 ± 3,54 <sup>aA</sup>      | 1,99 ± 0,00 <sup>bC</sup> | 0,12 ± 0,00 <sup>bC</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>bC</sup>  |
|           | T6 | 0,21 ± 0,03 <sup>aA</sup> | 9,93 ± 0,02 <sup>aA</sup>      | 1,84 ± 0,00 <sup>cC</sup> | 0,12 ± 0,00 <sup>cC</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>abC</sup> |

IP, índice de peróxidos; AOEV, azeite de oliva extra virgem; KO, Koroneiki; BL, Blend; AA, Arbequina:Arbosana; T0, 15 dias pós-envase; T3, 75 dias pós-envase e T6, 165 dias pós-envase.

\*Valores de referência para azeite de oliva extra virgem (COI, 2019).

Letras minúsculas diferentes entre as linhas de cada grupo (KO, BL e AA) ou letras maiúsculas diferentes entre as linhas de cada tempo (T0, T3 e T6) representam diferença estatística no teste post-hoc de Tukey ( $p < 0,05$ ).

Dados apresentados como média ± desvio padrão.

Em relação à comparação intragrupo (T0 vs. T3 vs. T6), nenhum dos tipos de azeite apresentou diferença estatística nos parâmetros acidez livre e índice de peróxidos ao longo do armazenamento pós-envase. Quanto à extinção específica, observou-se variabilidade significativa. No parâmetro K232, todos os tipos de azeite de oliva apresentaram diferença estatística entre todos os tempos pós-envase. No

parâmetro K270, os azeites BL e AA apresentaram diferença estatística entre todos os tempos pós-enchimento. Já no K270, para o azeite KO, T6 foi diferente de T0 e de T3, porém T0 e T3 equivaleram-se. Tal resultado também se repetiu para o azeite KO no parâmetro  $\Delta K$ . Ainda sobre o  $\Delta K$ , o azeite BL apresentou diferença estatística entre todos os tempos pós-enchimento e o azeite AA apenas apresentou diferença significativa entre T0 e T3.

Com relação à comparação intergrupo (KO vs. BL vs. AA), apenas no T3, observou-se maior acidez livre no azeite KO quando comparado aos azeites BL e AA ( $0,26 \pm 0,00$  vs.  $0,20 \pm 0,02$  e  $0,18 \pm 0,02$ , respectivamente;  $p=0,018$ ). Quanto ao índice de peróxidos, não foram encontradas diferenças significativas na comparação intergrupo em nenhum dos tempos pós-enchimento. Já na comparação intergrupo da extinção específica, observou-se diferença estatística entre todos os tipos de azeite em todos os tempos pós-enchimento e em relação a todas as variáveis analisadas (K232, K270 e  $\Delta K$ ).

Dados referentes aos principais componentes do perfil de ácidos graxos dos azeites de oliva estudados são apresentados na **Tabela 3**. Na comparação intragrupo, não foram observadas diferenças estatísticas em nenhum dos tipos de azeite ao longo do tempo pós-enchimento, considerando os parâmetros C16:0 (ácido palmítico), C18:1 (ácido oleico/  $\omega 9$ ), C18:2 (ácido linoleico/  $\omega 6$ ), C18:3 (ácido  $\alpha$ -linolênico/  $\omega 3$ ) e  $\omega 6/\omega 3$  (razão de ácidos graxos  $\omega 6/\omega 3$ ).

Já na avaliação intergrupo, algumas diferenças entre os tipos de azeite foram encontradas ao longo do armazenamento pós-enchimento. Em relação ao ácido palmítico (C16:0), em T0 e T6, o azeite BL foi estaticamente maior em comparação ao azeite KO, enquanto o azeite AA foi equivalente a ambos. Quanto ao ácido oleico (C18:1), em todos os tempos pós-enchimento o azeite KO obteve maior valor em comparação aos azeites BL e AA. Sobre o ácido linoleico (C18:2), em todos os tempos pós-enchimento ambos os azeites foram significativamente diferentes entre si, sendo os valores de  $AA > BL > KO$ . Quanto ao ácido  $\alpha$ -linolênico (C18:3), observou-se menor teor no azeite AA em comparação aos tipos KO e BL somente 15 e 165 dias após o enchimento. Por fim, a razão de ácidos graxos  $\omega 6/\omega 3$ , nos tempos T0 e T6, apresentou diferença estatística entre todos os tipos de azeite, sendo a razão de  $KO < BL < AA$ . Contudo, em T3, o azeite KO foi significativamente menor apenas quando comparado ao azeite AA, enquanto o azeite BL foi equivalente a ambos.

**Tabela 3** – Perfil de ácidos graxos de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil ao longo do tempo de armazenamento pós-embalagem.

|              |    | <b>C16:0 (%)</b>            | <b>C18:1 (%)</b>           | <b>C18:2 (%)</b>           | <b>C18:3 (%)</b>          | <b>ω6/ω3</b>                |
|--------------|----|-----------------------------|----------------------------|----------------------------|---------------------------|-----------------------------|
| <b>AOEV*</b> |    | <b>7,5-20,0</b>             | <b>55,0-83,0</b>           | <b>2,5-21,0</b>            | <b>≤1,0</b>               | <b>-</b>                    |
| <b>KO</b>    | T0 | 15,34 ± 0,01 <sup>aA</sup>  | 60,95 ± 0,09 <sup>aA</sup> | 9,94 ± 0,06 <sup>aA</sup>  | 0,76 ± 0,03 <sup>aA</sup> | 13,10 ± 0,42 <sup>aA</sup>  |
|              | T3 | 15,55 ± 0,18 <sup>aA</sup>  | 59,83 ± 1,07 <sup>aA</sup> | 9,84 ± 0,22 <sup>aA</sup>  | 0,88 ± 0,12 <sup>aA</sup> | 11,34 ± 1,31 <sup>aA</sup>  |
|              | T6 | 15,37 ± 0,02 <sup>aA</sup>  | 60,77 ± 0,39 <sup>aA</sup> | 9,89 ± 0,11 <sup>aA</sup>  | 0,76 ± 0,01 <sup>aA</sup> | 13,09 ± 0,02 <sup>aA</sup>  |
| <b>BL</b>    | T0 | 16,26 ± 0,21 <sup>aB</sup>  | 56,13 ± 0,04 <sup>aB</sup> | 13,79 ± 0,01 <sup>aB</sup> | 0,75 ± 0,00 <sup>aA</sup> | 18,38 ± 0,01 <sup>aB</sup>  |
|              | T3 | 16,33 ± 0,20 <sup>aA</sup>  | 55,70 ± 0,24 <sup>aB</sup> | 13,84 ± 0,05 <sup>aB</sup> | 0,74 ± 0,01 <sup>aA</sup> | 18,82 ± 0,25 <sup>aAB</sup> |
|              | T6 | 16,42 ± 0,07 <sup>aB</sup>  | 55,90 ± 0,03 <sup>aB</sup> | 13,82 ± 0,08 <sup>aB</sup> | 0,75 ± 0,01 <sup>aA</sup> | 18,42 ± 0,24 <sup>aB</sup>  |
| <b>AA</b>    | T0 | 15,89 ± 0,20 <sup>aAB</sup> | 55,41 ± 0,35 <sup>aB</sup> | 14,71 ± 0,04 <sup>aC</sup> | 0,66 ± 0,01 <sup>aB</sup> | 22,45 ± 0,30 <sup>aC</sup>  |
|              | T3 | 16,01 ± 0,25 <sup>aA</sup>  | 55,56 ± 0,32 <sup>aB</sup> | 14,75 ± 0,02 <sup>aC</sup> | 0,54 ± 0,08 <sup>aA</sup> | 27,33 ± 3,86 <sup>aB</sup>  |
|              | T6 | 16,13 ± 0,32 <sup>aAB</sup> | 55,23 ± 0,04 <sup>aB</sup> | 14,57 ± 0,20 <sup>aC</sup> | 0,63 ± 0,01 <sup>aB</sup> | 23,31 ± 0,59 <sup>aC</sup>  |

C16:0, ácido palmítico; C18:1, ácido oleico; C18:2, ácido linoleico; C18:3, ácido α-linolênico; ω6/ω3, razão de ácidos graxos ω6/ω3; AOEV, azeite de oliva extra virgem; KO, Koroneiki; BL, Blend; AA, Arbequina:Arbosana; T0, 15 dias pós-embalagem; T3, 75 dias pós-embalagem e T6, 165 dias pós-embalagem.

\*Valores de referência para azeite de oliva extra virgem (COI, 2019).

Letras minúsculas diferentes entre as linhas de cada grupo (KO, BL e AA) ou letras maiúsculas diferentes entre as linhas de cada tempo (T0, T3 e T6) representam diferença estatística no teste post-hoc de Tukey ( $p < 0,05$ ).

Dados apresentados como média ± desvio padrão.

#### 4.3.2 Perfil sensorial

Os atributos sensoriais positivos e negativos (defeitos) dos azeites avaliados são apresentados na **Tabela 4**. Em relação à comparação intragrupo dos atributos frutado, picante e defeitos, nenhum azeite apresentou diferença estatística durante o armazenamento pós-embalagem. Quanto ao atributo amargo, não se observou diferença significativa entre os tempos pós-embalagem nos azeites KO e AA. Já no azeite BL, encontrou-se maior amargor no T6 quando comparado ao T0 ( $4,88 \pm 1,53$  vs.  $2,41 \pm 1,86$ , respectivamente;  $p=0,022$ ).

**Tabela 4** – Atributos sensoriais positivos e negativos (defeitos) de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil ao longo do tempo de armazenamento pós-envase.

|           |              | <b>Frutado</b>            | <b>Amargo</b>              | <b>Picante</b>            | <b>Defeitos</b>           |
|-----------|--------------|---------------------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|
|           | <b>AOEV*</b> | <b>&gt; 0,00</b>          | <b>-</b>                   | <b>-</b>                  | <b>= 0,00</b>             |
| <b>KO</b> | T0           | 4,61 ± 2,06 <sup>aA</sup> | 4,50 ± 2,91 <sup>aA</sup>  | 4,07 ± 2,45 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
|           | T3           | 4,06 ± 1,78 <sup>aA</sup> | 4,71 ± 2,15 <sup>aA</sup>  | 3,64 ± 2,33 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
|           | T6           | 4,74 ± 2,22 <sup>aA</sup> | 4,75 ± 1,94 <sup>aAB</sup> | 4,85 ± 2,21 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
| <b>BL</b> | T0           | 3,94 ± 1,65 <sup>aA</sup> | 2,41 ± 1,86 <sup>aA</sup>  | 2,97 ± 1,80 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
|           | T3           | 4,75 ± 1,93 <sup>aA</sup> | 4,23 ± 1,85 <sup>abA</sup> | 3,70 ± 1,96 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
|           | T6           | 4,15 ± 1,66 <sup>aA</sup> | 4,88 ± 1,53 <sup>bA</sup>  | 4,55 ± 1,38 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
| <b>AA</b> | T0           | 4,59 ± 1,03 <sup>aA</sup> | 2,99 ± 1,37 <sup>aA</sup>  | 2,74 ± 1,88 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
|           | T3           | 4,38 ± 1,97 <sup>aA</sup> | 2,83 ± 1,15 <sup>aA</sup>  | 2,96 ± 1,26 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |
|           | T6           | 4,59 ± 1,57 <sup>aA</sup> | 2,61 ± 1,87 <sup>ab</sup>  | 3,60 ± 2,33 <sup>aA</sup> | 0,00 ± 0,00 <sup>aA</sup> |

AOEV, azeite de oliva extra virgem; KO, Koroneiki; BL, Blend; AA, Arbequina:Arbosana; T0, 15 dias pós-envase; T3, 75 dias pós-envase e T6, 165 dias pós-envase.

\*Valores de referência para azeite de oliva extra virgem (COI, 2019).

Letras minúsculas diferentes entre as linhas de cada grupo (KO, BL e AA) ou letras maiúsculas diferentes entre as linhas de cada tempo (T0, T3 e T6) representam diferença estatística no teste post-hoc de Tukey ( $p < 0,05$ ).

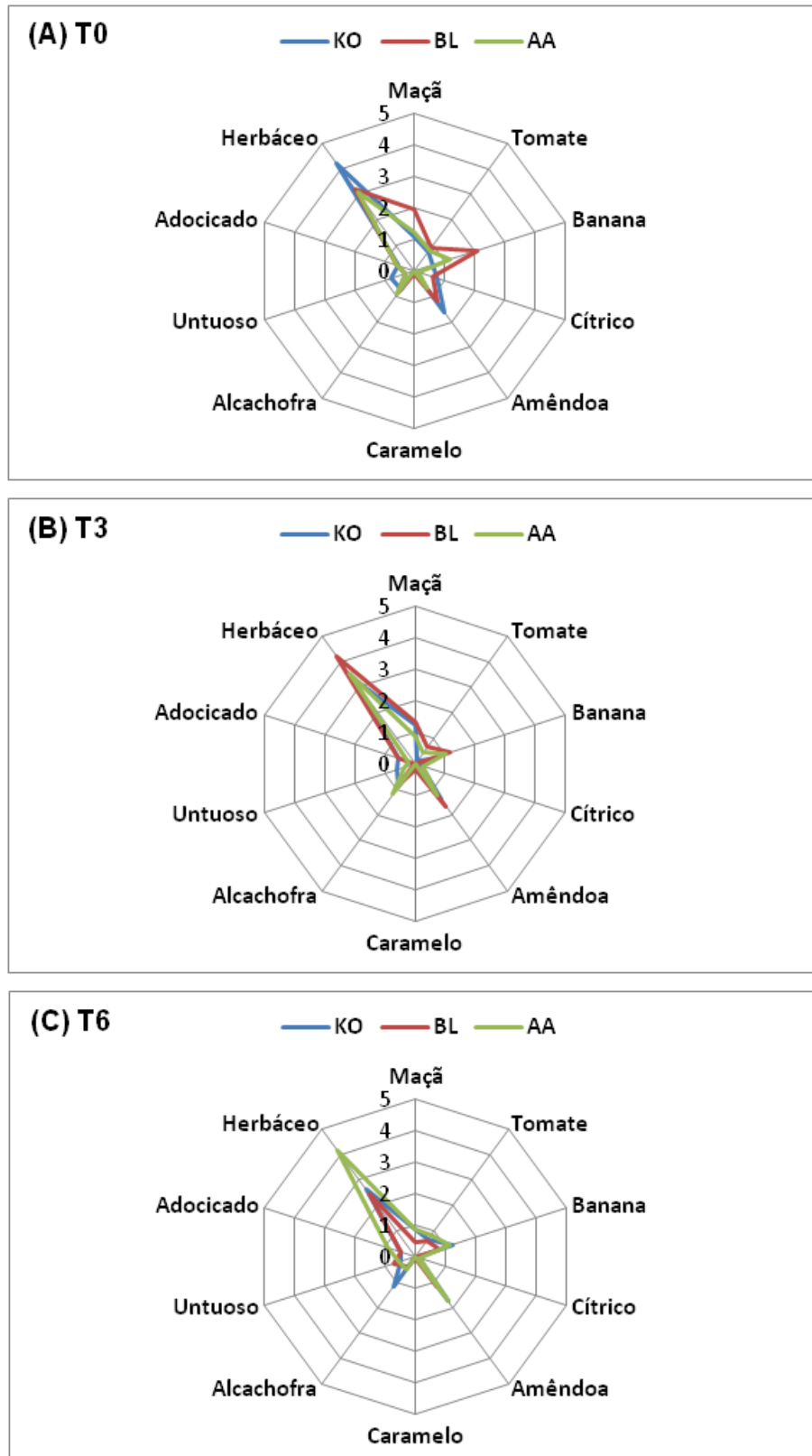
Dados apresentados como média ± desvio padrão.

Referente à análise intergrupo, apenas 165 dias após o envase, observou-se maior amargor no azeite BL quando comparado ao azeite AA ( $4,88 \pm 1,53$  vs.  $2,61 \pm 1,87$ , respectivamente;  $p=0,033$ ). Os demais atributos positivos (frutado e picante) e os defeitos não apresentaram diferença estatística na comparação intergrupo em nenhum dos tempos pós-envase.

As notas sensoriais aromáticas dos azeites de oliva ao longo do tempo de armazenamento são apresentadas nas **Figuras 1** (intragrupo) e **2** (intergrupo).



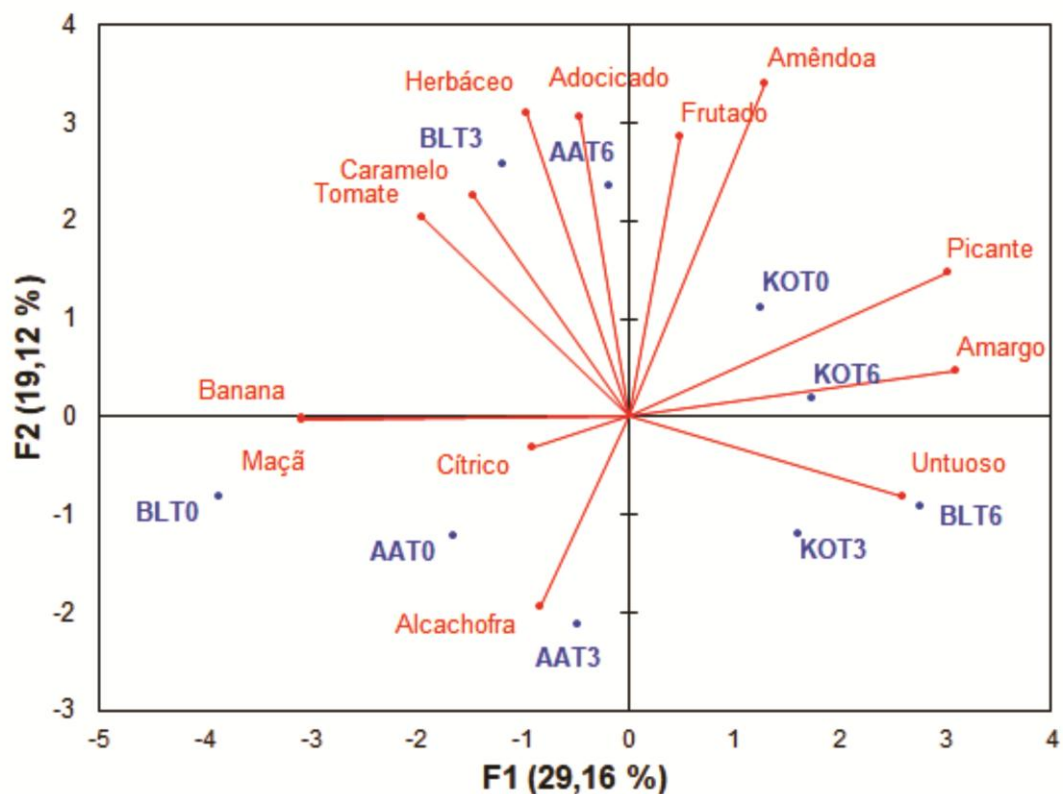
**Figura 2** – Notas sensoriais aromáticas de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil ao longo do tempo de armazenamento pós-embalagem: **(A) T0** - 15 dias pós-embalagem, **(B) T3** - 75 dias pós-embalagem e **(C) T6** - 165 dias pós-embalagem. KO, Koroneiki; BL, Blend e AA, Arbequina:Arbosana.



Em ambas as comparações, intragrupo e intergrupo, não houve diferença significativa nas notas aromáticas apresentadas durante o período de armazenamento pós-embalagem e entre os tipos de azeite de oliva estudados.

Sobre a Análise dos Componentes Principais (ACP) do perfil sensorial dos azeites, os resultados podem ser observados na **Figura 3**.

**Figura 3** – Projeção bidimensional da Análise de Componentes Principais (ACP) do perfil sensorial de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil ao longo do tempo de armazenamento pós-embalagem. KO, Koroneiki; BL, Blend; AA, Arbequina:Arbosana; T0, 15 dias pós-embalagem; T3, 75 dias pós-embalagem e T6, 165 dias pós-embalagem.

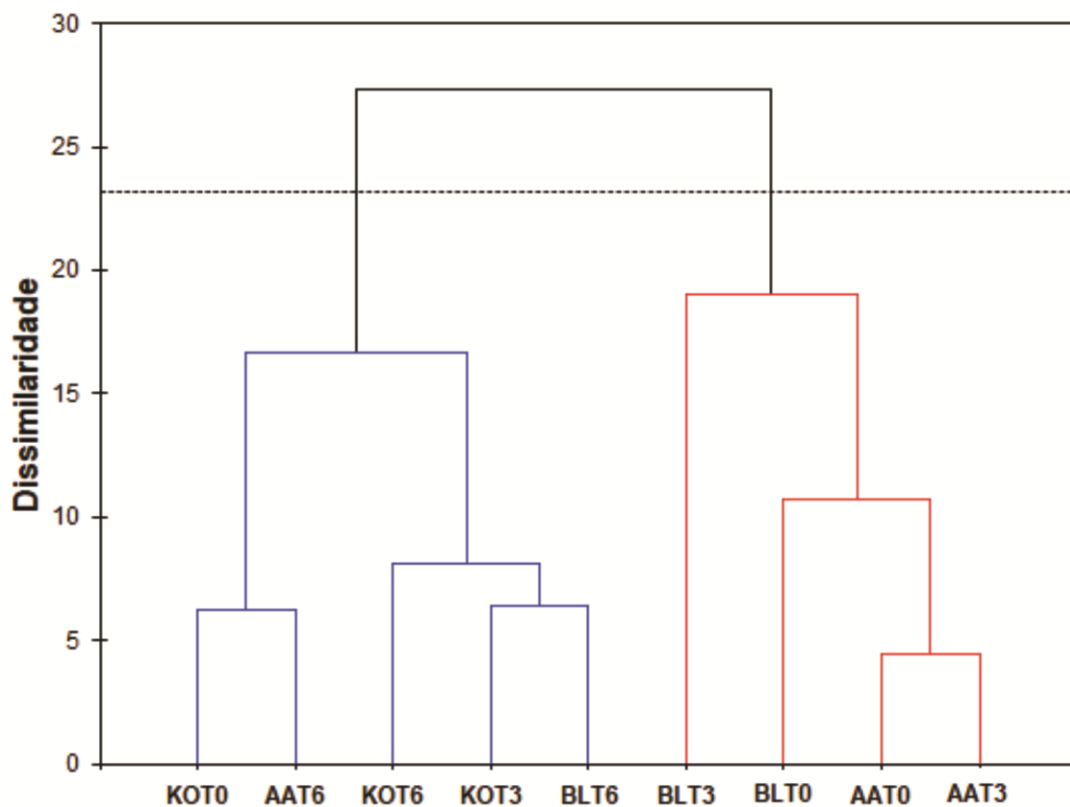


Os componentes 1 (picante, amargo e untuoso) e os componentes 2 (tomate, caramelo, herbáceo, adocicado, frutado e amêndoa) explicam 29,16% e 19,12% da variação total dos resultados, respectivamente, totalizando 48,28%. Nesta análise, as amostras foram separadas a partir dos componentes iguais que possuem, estando próximas aos vetores aos quais estão correlacionadas. Observam-se, à direita do gráfico, as amostras KOT0, KOT3, KOT6 e BLT6 próximas aos vetores das percepções sensoriais picante, amargo e untuoso. Já na parte superior do gráfico, associadas aos componentes 2, estão as amostras BLT3 e AAT6. Ainda, visualizam-

se no quadrante inferior esquerdo, as amostras BLT0, AAT0 e AAT3, relacionadas às notas aromáticas alcachofra, cítrico, maçã e banana.

Para diferenciar as amostras quanto ao perfil sensorial, realizou-se a Análise de Dissimilaridade (**Figura 4**). Observa-se, inicialmente, a subdivisão das amostras em dois grandes grupos (azul e vermelho).

**Figura 4** – Dendograma de Dissimilaridade de azeites de oliva produzidos no sul do Brasil ao longo do tempo de armazenamento pós-embalagem. KO, Koroneiki; BL, Blend; AA, Arbequina:Arbosana; T0, 15 dias pós-embalagem; T3, 75 dias pós-embalagem e T6, 165 dias pós-embalagem.



O grupo azul foi formado por todas as amostras do azeite Koroneiki (KOT0, KOT3, KOT6) e pelas amostras mais velhas (T6) dos azeites Blend e Arbequina:Arbosana (BLT6 e AAT6), estando associado aos atributos sensoriais frutado, amargo, picante, adocicado, amêndoa e untuoso. Em relação aos subgrupos, foram similares em termos de frutado e amêndoa, a amostra mais jovem do azeite KO (KOT0) e a amostra mais velha do azeite AA (AAT6). Todas as amostras do azeite KO (KOT0, KOT3 e KOT6) foram associadas aos atributos

positivos picante e amargo, sendo as amostras mais velhas (KOT3 e KOT6), em conjunto com a amostra mais velha do azeite BL (BLT6), também relacionadas à percepção de untuoso.

O grupo vermelho foi constituído pelas amostras T0 e T3 dos azeites Blend e Arbequina:Arbosana (BLT0, BLT3, AAT0 e AAT3), estando relacionado às percepções sensoriais de herbáceo, caramelo, tomate, banana, maçã, cítrico e alcachofra. Sobre a subanálise, as amostras mais jovens do azeite AA (AAT0 e AAT3) se correlacionaram com a nota aromática de alcachofra enquanto as amostras mais jovens do azeite BL se associaram aos aromas de maçã e banana (BLT0) e de tomate, caramelo e herbáceo (BLT3).

### **4.3.3 Avaliação global da qualidade**

Todos os tipos de azeites, nos três tempos de armazenamento pós-envase, sofreram alterações físico-químicas e sensoriais, porém sem afetar significativamente a qualidade, permanecendo na classificação inicial 'azeite de oliva extra virgem' até o sexto mês de armazenamento.

## **4.4 Discussão**

### **4.4.1 Parâmetros de qualidade físico-química**

No presente estudo, nos parâmetros acidez livre e índice de peróxidos não foram observadas diferenças significativas ao longo do período de armazenamento em ambos os tipos comerciais de azeites estudados.

Sanmartin et al. (2018) também não encontraram alterações no parâmetro acidez livre em azeites de oliva extra virgem em 125 dias após o envase, independente da embalagem (estanho ou vidro verde) e temperatura (6 e 26 °C) de armazenamento. Dados confirmados por Dabbou et al. (2011), que avaliaram azeites de oliva extra virgem por 12 meses sob temperatura ambiente e presença de luz difusa. Em ambos os estudos, os azeites de oliva se mantiveram classificados como 'extra virgem' quanto à acidez livre ( $\leq 0,80$ ) durante todo o período de acondicionamento.

Quanto ao índice de peróxidos, a literatura tem apresentado dados divergentes. Esposto et al. (2020) avaliaram azeites de oliva com diferentes concentrações iniciais de compostos fenólicos ao longo de 22 meses, sob temperatura ambiente (22°C) e ao abrigo total da luz e encontraram correlação positiva entre o índice de peróxidos e o tempo de armazenamento pós-envase. Ainda, o tempo requerido para exceder o limite legal da alegação 'extra virgem', ( $\leq 20$  mEq O<sub>2</sub>/kg), foi condicionado pelos níveis basais de compostos fenólicos dos azeites avaliados, sendo as amostras com os menores níveis iniciais as que excederam o limite mais precocemente, aos 8 e 10 meses. Já no estudo de Gómez-Alonso et al. (2007), apesar de haver aumento linear do índice de peróxidos durante os 21 meses de armazenamento pós-envase, nenhuma amostra de azeite de oliva ultrapassou os níveis de tolerância para a classificação 'extra virgem'.

No presente trabalho, observou-se grande variabilidade nos coeficientes da extinção específica (K232, K270 e  $\Delta K$ ) ao longo do tempo, contudo, nenhum parâmetro apresentou um padrão linear de aumento ou redução. Esposto et al. (2020), assim como em relação ao índice de peróxidos, encontraram correlação positiva entre os parâmetros K232 e K270 e o tempo de armazenamento pós-envase. Tal resultado é explicado pelo fato de ambos os parâmetros serem importantes marcadores do estado oxidativo do azeite, que geralmente aumenta conforme o envelhecimento do produto. Os autores também identificaram o coeficiente K232 como sendo o mais sensível para monitorar a evolução da qualidade do azeite de oliva, pois foi o parâmetro que mais precocemente excedeu o limite legal da classificação 'extra virgem' ( $\leq 2,50$ ), independente dos níveis iniciais de compostos fenólicos, na maioria das amostras. Resultado também visualizado por Gómez-Alonso et al. (2007).

Sobre o perfil de ácidos graxos, na presente pesquisa, não houve diferença significativa quanto aos principais ácidos graxos no decorrer do tempo pós-envase em ambos os tipos de azeites avaliados. Dados confirmados por Esposto et al. (2020), que também não identificaram associação entre a composição de ácidos graxos de azeites de oliva extra virgem e o tempo de armazenamento pós-envase. Já Gómez-Alonso et al. (2007), observaram poucas alterações em ácidos graxos insaturados de azeites ao longo de 21 meses de armazenamento em temperatura ambiente (25°C) e condições escuras. Após 93 semanas de armazenamento, não

foram identificadas alterações no ácido oleico. Entretanto, houve redução dos valores do ácido  $\alpha$ -linolênico/ $\omega$ 3 (de 5,8 a 10% do total) e do ácido linoleico/ $\omega$ 6 (de 2,1 a 3,8% do total).

Apesar de no presente estudo não terem sido observadas diferenças significativas na composição de ácidos graxos dos azeites ao longo do tempo de armazenamento, foram encontradas diferenças entre os três tipos de azeites nos principais parâmetros lipídicos avaliados. O ácido oleico (C18:1) foi maior no azeite KO em comparação aos azeites BL e AA em todos os tempos pós-embalagem. Já o ácido linoleico (C18:2) foi maior no azeite AA quando comparado aos demais azeites durante todo o período de armazenamento. Sobre a razão de ácidos graxos  $\omega$ 6/ $\omega$ 3, houve menor razão no azeite KO, em todos os tempos, quando comparado ao azeite AA.

Com relação às diferenças intergrupo identificadas nesta pesquisa, sabe-se que podem ser consequência de inúmeros fatores, tais como condições climáticas e geográficas, variedades de azeitonas utilizadas na elaboração do azeite e métodos de extração empregados (Rodrigues et al., 2019; Bruscatto et al., 2017; Borges et al., 2017; Ballus et al. 2014; Ruiz-Domínguez, Raigón & Prohens, 2013; Ben-Hassine et al., 2013).

A influência da variedade de azeitona na qualidade do azeite de oliva foi estudada por Rodrigues et al. (2019), ao avaliarem sete azeites de oliva monovarietais e um azeite de oliva blend produzidos sob as mesmas condições climáticas e geográficas e com o mesmo método de processamento. Grandes variações nos teores de ácido oleico (de  $65,72 \pm 1,02$  a  $82,78 \pm 1,01$ ), ácido linoleico (de  $4,48 \pm 0,23$  a  $12,48 \pm 0,03$ ) e ácido  $\alpha$ -linolênico (de  $0,49 \pm 0,05$  a  $0,97 \pm 0,03$ ) foram observadas, confirmando a importância da variedade de azeitona sobre o perfil lipídico do azeite de oliva.

Bruscatto et al. (2017) também encontraram diferenças na composição de ácidos graxos de azeites em decorrência da cultivar de azeitona utilizada em sua elaboração. O azeite de oliva monovarietal Koroneiki foi o mais rico em ácido oleico ( $76,47 \pm 0,11$ ), assim como o azeite KO (Koroneiki) no presente estudo. Já o azeite de oliva monovarietal Arbequina foi o mais rico em ácido linoleico ( $15,79 \pm 0,07$ ), de forma similar ao observado no azeite AA (Arbequina:Arbosana) na presente pesquisa.

Quanto às diferenças encontradas na razão de ácidos graxos poli-insaturados  $\omega_6/\omega_3$  entre os azeites KO e AA, observou-se uma tendência semelhante no estudo de Xiang et al. (2017). O azeite de oliva produzido com a variedade Koroneiki também apresentou menor razão de ácidos graxos  $\omega_6/\omega_3$  (4,61:1) quando comparado a azeites de oliva produzidos com outras variedades, como Barnea (13,92:1), Coratina (7,51:1) e Manzanilla (9,61:1).

#### 4.4.2 Perfil sensorial

O perfil sensorial dos azeites de oliva estudados foi caracterizado por meio de atributos positivos (frutado, amargo e picante), defeitos e notas aromáticas perceptíveis. Ao longo do tempo de armazenamento pós-envase, foi encontrada diferença estatística quanto ao atributo amargo, sendo o azeite BL mais amargo no T6 quando comparado ao T0. Já em relação às notas aromáticas, não foram observadas diferenças significativas.

Ao contrário do presente estudo, Sanmartin et al. (2018) identificaram outras alterações no perfil sensorial de azeites de oliva de oliva 'extra virgem' armazenados por 125 dias em diferentes temperaturas e embalagens. Foi observada redução significativa no atributo frutado verde com o transcorrer do tempo, em todas as amostras, sendo tal redução mais perceptível em azeites armazenados a 26 °C quando comparados aos acondicionados a 6 °C. Também houve redução na percepção de notas aromáticas como herbáceo, alcachofra e tomate e aumento na percepção do defeito ranço após 125 dias de armazenamento, sendo tais resultados condicionados pelo tipo de embalagem e pela temperatura de armazenamento, onde amostras embaladas com estanho e/ou armazenadas a 26 °C apresentaram os piores perfis sensoriais.

Resultados semelhantes também foram observados por Ben-Hassine et al. (2013), que avaliaram dois tipos de azeites de oliva produzidos com diferentes cultivares (Chemlali e Coratina) e métodos de extração e armazenados sob distintas condições durante 9 meses. Antes do armazenamento, ambos os azeites apresentavam grau similar de frutado, porém o azeite Coratina foi considerado mais amargo e picante. Após o período de 9 meses, os dois tipos de azeites tiveram redução na percepção de seus atributos positivos (frutado e amargo). Ainda, ao

longo do tempo, foi observado aumento na percepção de defeitos como ranço, mofo e borras, dependendo do método de extração e material da embalagem aos quais os azeites foram submetidos durante o acondicionamento.

#### **4.4.3 Avaliação global da qualidade**

Considerando os parâmetros físico-químicos e sensoriais analisados, os três tipos de azeite de oliva estudados apresentaram resultados satisfatórios durante todo o período de armazenamento, podendo continuar na classificação inicial 'azeite de oliva extra virgem' até o sexto mês de armazenamento pós-envase.

Praticamente inexitem relatos, na literatura, sobre pesquisas que avaliaram a qualidade pós-envase de azeites de oliva brasileiros. Assim sendo, sugere-se que novas ações sejam realizadas, com especial atenção para a ampliação da qualidade do azeite ao longo do tempo de armazenamento, uma vez que novas cultivares de oliveiras tendem a ser lançadas no mercado, além dos "blends" que são constantemente elaborados pelos produtores, influenciando diretamente nos aspectos físicos, químicos e sensoriais dos produtos.

#### **4.5 Conclusão**

Os três tipos comerciais de azeite de oliva estudados, categoria 'extra virgem', produzidos no Estado do Rio Grande do Sul - Brasil, apresentaram parâmetros de qualidade físico-química e sensorial satisfatórios durante todo o período de armazenamento, conforme as legislações nacionais e internacionais vigentes. Assim, a classificação 'extra virgem', de acordo com os limites de tolerância estabelecidos para os parâmetros analisados, permanece adequada até o sexto mês de armazenamento pós-envase.

#### **4.6 Agradecimentos**

Agradeço à Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre, por viabilizar a realização desta pesquisa. Agradeço também aos técnicos de laboratório

que auxiliaram nas análises físico-químicas e aos participantes do painel de análise sensorial do azeite de oliva.

#### 4.7 Financiamento

Esta pesquisa foi financiada pela Universidade Federal de Ciências da Saúde de Porto Alegre (UFCSPA).

#### 4.8 Conflito de interesses

Os autores declaram não haver conflito de interesses.

#### Referências

- Ballus, C.A., Meinhart, A.D., Júnior, A.S.C., da Silva, L.F.O., Oliveira, A.F., & Godoy, H.T. (2014). A quantitative study on the phenolic compound, tocopherol and fatty acid contents of monovarietal virgin olive oils produced in the southeast region of Brazil. *Food Research International*, 62, 74-83.
- Ben-Hassine, K., Taamalli, A., Ferchini, S., Mlaouah, A., Benincasa, C., Romano, E., Flamini, G., Lazzez, A., Grati-kamoun, N., Perri, E., Malouche, D., & Hammami, M. (2013). Physicochemical and sensory characteristics of virgin olive oils in relation to cultivar, extraction system and storage conditions. *Food Research International*, 54, 1915-1925.
- Borges, T.H., Pereira, J.A., Cabrera-Vique, C., Lara, L., Oliveira, A.F., & Seiquer, I. (2017). Characterization of Arbequina virgin olive oils produced in different regions of Brazil and Spain: Physicochemical properties, oxidative stability and fatty acid profile. *Food Chemistry*, 215, 454-462.
- Bruscatto, M.H., Zambiasi, R.C., Crizel-Cardoso, M., Piatnicki, C.M.S., Mendonça, C.R.B., Dutra, F.L.G., & Coutinho, E.F. (2017). Chemical characterization and oxidative stability of olive oils extracted from olive trees of Southern Brazil. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*, 52(12), 1231-1240.
- Castillo-Luna, A., Criado-Navarro, I., Ledesma-Escobar, C.A., López-Bascón, M.A., & Priego-Capote, F. (2021). The decrease in the health benefits of extra virgin olive oil during storage is conditioned by the initial phenolic profile. *Food Chemistry*, 336, 127730.
- Codex Alimentarius Commission. (2015). Standard for olive oils and olive pomace oils. CODEX STAN 33-1981. rev. 3. Amendment in 2009 and 2013. FAO/WHO, Rome.

- Dabbou, S., Gharbi, I., Brahmi, F., Nakbi, A., & Hammami, M. (2011). Impact of packaging material and storage time on olive oil quality. *African Journal of Biotechnology*, 10, 16937-16947.
- Esposito, S., Selvaggini, R., Taticchi, A., Veneziani, G., Sordini, B., & Servili, M. (2020). Quality evolution of extra-virgin olive oils according to their chemical composition during 22 months of storage under dark conditions. *Food Chemistry*, 311, 126044.
- Esposito, S., Taticchi, A., Urbani, S., Selvaggini, R., Veneziani, G., Di Maio, I., Sordini, B., & Servili, M. (2017). Effect of light exposure on the quality of extra virgin olive oils according to their chemical composition. *Food Chemistry*, 229, 726-733.
- European Union. (2015). Commission Delegated Regulation (EU) 2015/1830 of 8 July 2015 amending Regulation (EEC) No 2568/91 on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis.
- Fregapane, G., Gomez-Rico, A., Inarejos, A. I., & Salvador, M. D. (2013). Relevance of minor components stability in commercial olive oil quality during the market period. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 115, 541–548.
- Gómez-Alonso, S., Mancebo-Campos, V., Desamparados Salvador, M., & Fregapane, G. (2007). Evolution of major and minor components and oxidation indices of virgin olive oil during 21 months storage at room temperature. *Food Chemistry*, 100, 36–42.
- Guasch-Ferré, M., Hu, F.B., Martínez-González, M.A., Fitó, M., Bulló, M., Estruch, R., et al. (2014). Olive oil intake and risk of cardiovascular disease and mortality in the PREDIMED Study. *BMC Medicine*, 12, 78.
- International Olive Council (2017a). Determination of free fatty acids, cold method. COI/T.20/Doc. No 34/Rev. 1.
- International Olive Council (2017b). Determination of peroxide value. COI/T.20/Doc. No 35/Rev. 1.
- International Olive Council (2017c). Determination of fatty acid methyl esters by gas chromatography. COI/T.20/Doc. No 33/Rev. 1.
- International Olive Council (2018). Sensory analysis of olive oil – method for the organoleptic assessment of virgin olive oil. COI/T.20/Doc. No 15/Rev. 10.
- International Olive Council (2019a). Trade standard on olive oils and olive-pomace oils. COI/T.15/NC No 3/ Rev.14.
- International Olive Council (2019b). Spectrophotometric investigation in the ultraviolet. COI/T.20/Doc. No 19/Rev. 5.
- Iqdiem, B.M., Welt, B.A., Goodrich-Schneider, R., Sims, C.A., Baker, G.L., & Marshall, M.R. (2020). Influence of headspace oxygen on quality and shelf life of extra virgin olive oil during storage. *Food Packaging and Shelf Life*, 23, 100433.

- Massaro, M., Scoditti, E., Carluccio, M.A., Calabriso, N., Santarpino, G., Verri, T. et al. (2020). Effects of Olive Oil on Blood Pressure: Epidemiological, Clinical, and Mechanistic Evidence. *Nutrients*, 12(6), 1548-1569.
- Rodrigues, J.F., Resende, L.M.B., da Silva, L.F.O., Pedroso, M.P., Pinheiro, A.C.M., & Nunes, C.A. (2019). Quality of olive oils from southeastern Brazil. *Bragantia*, 78(4), 479-489.
- Romani, A., Ieri, F., Urciuoli, S., Noce, A., Marrone, G., Nediani, C., et al. (2019). Health Effects of Phenolic Compounds Found in Extra-Virgin Olive Oil, By-Products, and Leaf of *Olea europaea* L. *Nutrients*, 11(8), 1776-1808.
- Ruiz-Domínguez, M.L., Raigón, M.D., & Prohens, J. (2013). Diversity for olive oil composition in a collection of varieties from the region of Valencia (Spain). *Food Research International*, 2013, 54, 1941-1949.
- Sánchez-Villegas, A., & Sánchez-Tainta, A. (2018). Virgin Olive Oil: A Mediterranean Diet Essential. In: Sánchez-Villegas, A., & Sánchez-Tainta, A. *The Prevention of Cardiovascular Disease Through the Mediterranean Diet*. London (United Kingdom): *Academic Press*, p. 59-87.
- Sánchez-Villegas, A., & Zuzpa, I. (2018). A Healthy-Eating Model Called Mediterranean Diet. In: Sánchez-Villegas, A., & Sánchez-Tainta, A. *The Prevention of Cardiovascular Disease through the Mediterranean Diet*. London (United Kingdom): *Academic Press*, p. 1-24.
- Sanmartin, C., Venturi, F., Sgherri, C., Nari, A., Macaluso, M., Flamini, G., Quartacci, M.F., Taglieri, I., Andrich, G., & Zinnai, A. (2018). The effects of packaging and storage temperature on the shelf-life of extra virgin olive oil. *Heliyon*, 4(11), e00888.
- Schwingshackl, L., & Hoffmann, G. (2014). Monounsaturated fatty acids, olive oil and health status: a systematic review and meta-analysis of cohort studies. *Lipids in Health and Disease*, 13, 154.
- Schwingshackl, L., Krause, M., Schmucker, C., Hoffmann, G., Rucker, G., & Meerpohl, J. (2019). Impact of different types of olive oil on cardiovascular risk factors: A systematic review and network meta-analysis. *Nutrition, Metabolism & Cardiovascular Diseases*, 29(10), 1030-1039.
- Schwingshackl, L., Morze, J., & Hoffmann, G. (2020). Mediterranean diet and health status: Active ingredients and pharmacological mechanisms. *British Journal of Pharmacology*, 177(6), 1241-1257.
- Souza, P.A.L., Marcadenti, A., & Portal, V.L. (2017). Effects of Olive Oil Phenolic Compounds on Inflammation in the Prevention and Treatment of Coronary Artery Disease. *Nutrients*, 9(10), 1087-1108.
- Xiang, C., Xu, Z., Liu, J., Li, T., Yang, Z., & Ding, C. (2017). Quality, composition, and antioxidant activity of virgin olive oil from introduced varieties at Liangshan. *LWT - Food Science and Technology*, 78, 226-234.

Zago, L., Squeo, G., Bertoncini, E.I., Difonzo, G., & Caponio, F. (2019). Chemical and sensory characterization of Brazilian virgin olive oils. *Food Research International*, 126, 108588.

## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho avaliou azeites de oliva do tipo extra virgem, produzidos no Estado do Rio Grande do Sul - Brasil, durante seis meses de armazenamento pós-envase. Todos os azeites de oliva analisados apresentaram parâmetros de qualidade físico-química e sensorial satisfatórios, podendo permanecer classificados na categoria 'extra virgem' até o sexto mês pós-envase, de acordo com os limites de tolerância estabelecidos pela legislação brasileira e internacional vigente.

Algumas limitações, decorrentes da pandemia de COVID-19, foram encontradas no decorrer do desenvolvimento deste estudo. O fechamento das universidades, e conseqüentemente, dos laboratórios das mesmas, impossibilitou que análises complementares fossem realizadas nas amostras, tais como compostos fenólicos totais, tocoferóis, compostos voláteis, oleuropeína e hidroxitirosol. O acompanhamento dos azeites ao longo do armazenamento pós-envase também foi prejudicado, considerando o planejamento inicial de monitoramento dos produtos pelo prazo de 15 meses.

A olivicultura no Brasil ainda é uma área pouco estudada, apesar de seu grande potencial econômico (valor agregado do produto) para o país. Os azeites de oliva possuem inúmeros nutrientes benéficos à saúde humana, tais como compostos fenólicos, especialmente quando condições de cultivo e métodos de extração adequados são empregadas na elaboração. A avaliação pós-envase dos azeites é essencial para definir o período de tempo em que permanecem apresentando a qualidade físico-química e sensorial exigida para as denominações 'extra virgem' e 'virgem', associadas a melhores desfechos de saúde.

Assim, torna-se necessária a realização de novas pesquisas visando analisar diferentes tipos de azeite de oliva, oriundos de distintas regiões do Brasil, durante o armazenamento pós-envase.