

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
CAMPUS GOVERNADOR VALADARES
INSTITUTO CIÊNCIAS DA VIDA
DEPARTAMENTO DE FARMÁCIA**

Larissa Nunes de Assis Almeida

**Caracterização físico-química e avaliação da rotulagem de
azeites de oliva extravirgem**

Governador Valadares
2022

Larissa Nunes de Assis Almeida

**Caracterização físico-química e avaliação da rotulagem de
azeites de oliva extravirgem**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao departamento de Farmácia da Universidade Federal de Juiz de Fora, *campus* Governador Valadares, como requisito parcial à obtenção do grau de bacharelado em Farmácia.

Orientadora: Prof.a Dra. Michele Corrêa Bertoldi

Governador Valadares

2022

Nunes de Assis Almeida, Larissa .

Caracterização físico-química e avaliação da rotulagem de azeites de oliva extravirgem / Larissa Nunes de Assis Almeida. -- 2022.
59 f. : il.

Orientadora: Dra. Michele Corrêa Bertoldi

Trabalho de Conclusão de Curso (graduação) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Campus Avançado de Governador Valadares, Instituto de Ciências da Vida - ICV, 2022.

1. Azeite de Oliva. 2. extravirgem. 3. físico-química. 4. fraude. 5. análise. I. Corrêa Bertoldi, Dra. Michele , orient. II. Título.

Larissa Nunes de Assis Almeida

**Caracterização físico-química e avaliação da rotulagem de
azeites de oliva extravirgem**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao departamento de Farmácia da Universidade Federal de Juiz de Fora, *campus* Governador Valadares, como requisito parcial à obtenção do grau de bacharelado em Farmácia.

Aprovada em 04 de agosto de 2022.

BANCA EXAMINADORA

Michele Bertoldi

Prof.a Dra. Michele Corrêa Bertoldi - Orientadora
Universidade Federal de Juiz de Fora,
campus Governador Valadares

Priscila Lima Sequetto

Prof.a Dra. Priscila Lima Sequetto
Universidade Federal de Juiz de Fora,
campus Governador Valadares

Wesley W. Gonçalves Nascimento

Prof. Dr. Wesley William Gonçalves Nascimento
Universidade Federal de Juiz de Fora,
campus Governador Valadares

Dedico este trabalho aos meus apoiadores, mãe (em nossos corações), pai, avó, esposo e irmã que me inspiram e sempre apoiaram nessa jornada de vida na universidade.

AGRADECIMENTOS

Agradeço sempre, em primeiro lugar, a Deus pela realização de mais um sonho em minha vida, o de poder concluir a graduação em Farmácia em uma universidade federal. Apesar dos desafios enfrentados nessa jornada acadêmica, simultaneamente também surgiram outros obstáculos da vida e, em todo tempo, Deus não me abandonou e foi o suficiente para que eu pudesse enfrentá-los. Minha gratidão a Ti, Deus.

Sou eternamente grata àquela que sempre me inspirou na vida e, em especial, nos estudos, a que contribuiu grandemente por implantar em meu coração o desejo por realizar todos meus sonhos e almejos. Ela foi um exemplo de vida e superação, minha mãe Luzia (em nossos corações). Obrigada mãe, pela inspiração de amor, foco, fé e por ter sido uma guerreira vencedora nessa vida. Amarei-te para sempre. Externo minha gratidão à minha querida irmã Rayssa, minha avó Maria e a minha tia Míriam, que após um momento tão difícil em minha vida, foram a força e a motivação para que eu pudesse chegar aqui.

Gratidão ao meu querido pai que sempre foi um homem guerreiro e trabalhador e ao meu esposo que sempre me apoiou para realização dos meus sonhos.

Aos amigos e familiares, a vocês o meu muito obrigado, pois, de alguma forma especial vocês foram essenciais e contribuíram para essa realização.

À minha orientadora, obrigada por sua dedicação, paciência e por, prontamente, me ajudar e ensinar.

RESUMO

O azeite de oliva extravirgem está inserido na alimentação humana a milênios de anos, hoje seu consumo tem aumentado bem como as fundamentações de suas propriedades nutricionais que é um fator para esse aumento. O presente trabalho teve por objetivo determinar as características físico-químicas de azeites, além de avaliar a conformidade da rotulagem à legislação vigente bem como também apresentar indicativos de possíveis fraudes. Azeites de oliva extravirgem importados, de onze marcas diferentes, foram adquiridos em supermercados de Governador Valadares, MG, Brasil, entre maio e dezembro de 2019. Foram analisados os parâmetros físico-químicos relacionados à índice de peróxido, acidez em ácido oléico, índice de saponificação, índice de iodo, densidade relativa a 20°C e índice de refração absoluta. Os resultados obtidos foram comparados aos valores de referência presentes no Codex Alimentarius-oliveoil (2003) e Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (2012) e as amostras classificadas como conformes ou não conformes. Todas estavam com, no mínimo, seis meses de validade até o momento das análises. Das onze marcas avaliadas, nenhuma das amostras estava em conformidade com os padrões físico-químicos e de rotulagem regulamentados pelos órgãos competentes. A maioria dos azeites analisados apresentou comprometimento em sua estabilidade oxidativa, com exceção de apenas uma marca comercial. A maioria dos produtos apresentou conformidade em se tratando da rotulagem e apenas azeites de oliva extravirgem de duas marcas distintas não estavam acondicionados adequadamente, uma vez que a embalagem apresentava coloração transparente ou material plástico. Portanto, os resultados desse estudo indicam possibilidade de adulterações nos óleos, embora análises complementares sejam necessárias para a confirmação de fraude e garantia da qualidade sensorial, nutricional, toxicológica e físico-química do produto ofertado ao consumidor.

Palavras-chave: Azeite de oliva, extravirgem, físico-química, fraude.

ABSTRACT

The extra virgin olive oil has been inserted in human food for millennia of years, today its consumption has increased as well as the foundations of its nutritional properties which is a factor for this increase. The present work aimed to determine the physicochemical characteristics of olive oils, in addition to evaluating the compliance of the labeling with the current legislation as well as presenting indications of possible fraud. Imported extra virgin olive oils, from eleven different brands, were purchased in supermarkets in Governador Valadares, MG, Brazil, between May and December 2019. The physical-chemical parameters related to peroxide index, acidity in oleic acid, saponification, iodine index, relative density at 20°C and absolute refractive index. The results obtained were compared to the reference values present in the Codex Alimentarius-oliveoil (2003) and Ministry of Agriculture, Livestock and Supply (2012) and the samples classified as compliant or non-compliant. All were valid for at least six months at the time of analysis. Of the eleven brands evaluated, none of the samples complied with the physical-chemical and labeling standards regulated by Organs competent bodies. Most of the oils analyzed showed impairment in their oxidative stability, with the exception of only one commercial brand. Most products were compliant in terms of labeling and only extra virgin olive oils from two different brands were not properly packaged, since the packaging had a transparent coloring or plastic material. Therefore, the results of this study indicate the possibility of adulteration in the oils, although complementary analyzes are necessary to confirm fraud and guarantee the sensory, nutritional, toxicological and physicochemical quality of the product offered to the consumer.

Keywords: Olive oil, extra virgin, physical-chemistry, fraud.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Gráfico 1	– Importações brasileiras de azeite de oliva virgem (2005 a 2020).....	16
Figura 1	– Avaliação visual de azeites extravirgem.....	36

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Composição em ácidos graxos de azeite de oliva extravirgem.....	14
Tabela 2	– Classificação dos tipos de azeite quanto ao processo de obtenção.....	17
Tabela 3	– Classificação dos tipos de azeite de oliva e observações de acordo com a comissão do codex Alimentarius.....	18
Tabela 4	– Parâmetros de qualidade físico-química de azeite de oliva.....	20
Tabela 5	– Valores médios e respectivos desvio padrão dos Índices de Peróxidos (I.P.), Índices de Acidez em ácido oleico (A.G.L.), Índice de Saponificação (I.S.), Índice de Iodo (I.I.), Densidade Relativa (D.R.) e Índice de Refração Absoluta (I.R.A.) obtidos para as amostras de azeites de oliva.....	31
Tabela 6	– Avaliação da rotulagem das amostras de azeite extravirgem em relação à adequação do rótulo à legislação vigente.....	34
Tabela 7	– Análise visual dos aspectos do azeite e embalagem.....	36
Tabela 8	- Densidade relativa de óleos vegetais utilizados em fraudes de azeite de oliva.....	44

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	10
2	DESENVOLVIMENTO.....	13
2.1	COMPOSIÇÃO E ASPECTOS NUTRITIVOS DO AZEITE DE OLIVA.....	13
2.2	CLASSIFICAÇÃO E PARÂMETROS DE QUALIDADE DE AZEITE DE OLIVA.....	17
2.3	PROCESSAMENTO DE AZEITE DE OLIVA.....	22
2.4	FRAUDES EM AZEITE DE OLIVA.....	22
2.5	DETECÇÃO DE FRAUDE EM AZEITE DE OLIVA.....	24
3	OBJETIVOS.....	26
3.1	OBJETIVO GERAL.....	26
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	26
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	27
4.1	ÍNDICE DE PERÓXIDO.....	27
4.2	DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ.....	27
4.3	ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO.....	28
4.4	ÍNDICE DE IODO PELO MÉTODO DE WIJS.....	28
4.5	DENSIDADE RELATIVA A 20OC.....	29
4.6	ÍNDICE DE REFRAÇÃO ABSOLUTA.....	29
4.7	AVALIAÇÃO DE ROTULAGEM	29
4.8	ANÁLISE VISUAL.....	30
5	RESULTADOS.....	30
6	DISCUSSÃO.....	37
6.1	ÍNDICE DE PERÓXIDO.....	37
6.2	DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ.....	40
6.3	ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO.....	42
6.4	ÍNDICE DE IODO PELO MÉTODO DE WIJS.....	43
6.5	DENSIDADE RELATIVA A 20OC.....	44
6.6	ÍNDICE DE REFRAÇÃO ABSOLUTA.....	45
6.7	AVALIAÇÃO DA ROTULAGEM E ANÁLISE VISUAL.....	46
7	CONCLUSÃO.....	49

8	REFERÊNCIAS.....	50
----------	-------------------------	-----------

1 INTRODUÇÃO

O azeite é originado de frutos comestíveis; o de oliva vem da oliveira, uma árvore de tamanho médio da família das *Oleáceas* (*Olea europaea L.*) e é obtido através de processos de extração mecânicos, livre de processos químicos e calor (DOMINICO, 2017). Seu fruto pode ser consumido ou usado a partir da extração do azeite e seu uso na culinária também é empregado há anos, considerado milenar associado a tradições locais de culinária, práticas religiosas e artísticas. O fruto por nome azeitona possui alta concentração de óleo o que dá origem ao azeite de oliva. O aspecto físico visual do óleo extraído tem como forma um líquido de coloração amarelo-esverdeado, transparente e aromático; é considerado um óleo monoinsaturado (ALMEIDA, 2015).

O azeite de oliva mesmo submetido a determinadas etapas envolvidas para sua fabricação, é possível manter em torno de 230 compostos químicos ativos da sua composição. Entre os compostos estão presentes as vitaminas hidrossolúveis, esteróis, hidrocarbonetos, pigmentos, flavonóides, polifenóis e fitoesteróis; esses constituintes são essenciais para proteger lipoproteínas e membranas celulares dos danos oxidativos (CONTE FRANZ; BUSNELLO, 2018).

Sendo originado das azeitonas, o azeite de oliva se diferencia principalmente devido aos seus vários tipos e qualidade da oliveira, bem como também a fatores externos ambientais de produção. Da composição das azeitonas denominadas comuns, a concentração de ácido oleico corresponde cerca de 56% a 84% (ácido graxo ω -9 monoinsaturado), 10% a 20% de ácido palmítico (ácido graxo saturado) e 3,5% a 21% de ácido linoleico e ácido linolênico (LANZA; NINFALI, 2020), compostos responsáveis pelas suas propriedades nutricionais como atividades antioxidante e anti-inflamatória (UNIRIO, 2020) que propiciam melhorias na saúde que contribuem na qualidade de vida.

Segundo a Instrução Normativa (2012), o azeite de oliva e o óleo de oliva podem ser classificados em grupos e tipos de acordo com seus requisitos de qualidade e identidade. Os grupos são: azeite de oliva virgem, azeite de oliva, azeite de oliva refinado, óleo de bagaço de oliva e óleo de bagaço de oliva refinado. Para os tipos são, do grupo azeite de oliva virgem, os tipos extravirgem, virgem e lampante; para os demais grupos todos os tipos são classificados como único (BRASIL, 2012).

Para todo tipo de azeite, são estabelecidos os parâmetros físico-químicos que devem estar dentro dos padrões da legislação, que incluem, segundo a RDC N° 270 (2005), da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), índice de peróxido, acidez, índice de saponificação, índice de iodo, densidade relativa e índice de refração absoluta. Para azeite de oliva extravirgem, além desses parâmetros, ele não pode apresentar defeitos sensoriais, garantido assim um bom padrão de qualidade (BOHM, 2013).

As características físicas e químicas do azeite de oliva são dependentes de vários fatores que estão interligados ao seu sabor e qualidade. A localidade de plantio, solo, maturação do fruto e o tipo de técnica de extração utilizado são alguns dos fatores. Um azeite de boa qualidade oferece ao consumidor propriedades benéficas à sua saúde como prevenção de doenças crônicas como cardiovasculares, câncer e diabetes (ARDOY, 2004). Por esse motivo, nos últimos anos, a prática de cultivo de oliveiras tem tido uma grande relevância (ALMEIDA, 2018).

As propriedades nutricionais do azeite de oliva ao trazer benefícios à saúde humana têm contribuído para estimular o consumo desse produto. Nesse contexto, o azeite de oliva tem sido bastante divulgado e pesquisado como alimento de grande valia do ponto de vista nutricional, acrescentando suas inquestionáveis qualidades sensoriais e culinárias que por anos foram descobertas e vem sendo consolidadas (ALMEIDA, 2018).

Os países localizados na região do mar Mediterrâneo apreciam e utilizam amplamente o azeite de oliva. Nesses países, há uma baixa taxa de mortalidade por doenças cardiovasculares, associada possivelmente ao amplo consumo de azeite de oliva na culinária (DOMENICO, 2017).

O ácido graxo monoinsaturado presente no azeite, do ponto de vista nutricional, contribui para a redução do nível de colesterol LDL do sangue e estimula o aumento do HDL (SANTOS, 2015). Outra contribuição é a redução da ocorrência de doenças cardiovasculares, onde presença da dupla ligação na cadeia carbônica na composição do azeite, série ω -9, atua agindo sobre os mecanismos fisiopatológicos do processo aterosclerótico (SANTOS, 2015).

O Brasil não é um país com uma produção representativa de azeite de oliva; por ser um país tropical e possuir climas desfavoráveis para maior cultivo de oliveiras para a indústria de produção do azeite. Então essas produções ainda não

suprem a demanda interna do mercado e muitos consumidores não encontram o mesmo sabor que os de determinados países (PIMENTEL, 2002).

Segundo o Conselho Oleícola Internacional, o Brasil aproxima-se da sexta posição no *ranking* dos maiores consumidores de azeite. A crescente procura dos brasileiros por azeites de alta qualidade tem aumentado a importação do produto pelo Brasil, o que resulta na variação dos valores do produto no mercado.

Ao mesmo tempo, o aumento da demanda pelo produto no mercado tem estimulado o enriquecimento ilícito por parte dos estabelecimentos produtores mediante adulteração dos produtos (PIMENTEL, 2002). Um tipo de fraude consiste na mistura de outros óleos vegetais ao azeite de oliva, que leva à diminuição do seu custo e perdas na sua qualidade sensorial e físico-química (OLIVEIRA, 2009). Em se tratando do azeite de oliva do tipo extravirgem, a mistura de outros óleos é considerada uma fraude, de acordo com a classificação e legislações definidas para a identidade do mesmo (BRASIL, 2005).

Visando a prevenção de fraudes e o monitoramento dos padrões de qualidade do azeite de oliva, a regulamentação no Brasil é executada através de instruções normativas do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Além disso, diversos parâmetros de qualidade do produto são estabelecidos pelo Codex Alimentarius, um programa conjunto da Organização das Nações Unidas para Agricultura e Alimentação (FAO) e da Organização Mundial da Saúde (OMS), criado em 1963, com o objetivo de proteger o consumidor e garantir práticas leais no comércio internacional de alimentos. Esses órgãos são competentes por definir as classificações do azeite, padrões de identidade físico-química, sensorial, apresentação da embalagem, rotulagem e demais parâmetros de avaliação que, em conjunto, visam garantir a qualidade ao azeite destinado ao consumo humano (OLIVA, 2021).

Dentre os azeites de oliva, o tipo extra virgem é o originado da primeiríssima prensa da azeitona, é considerado o de maiores constituintes de propriedades nutricionais e um produto alimentício de alta qualidade; é originado de azeitonas sadias colhidas na maturação ideal, seu modo de extração e produção contribuem para uma melhor qualidade também nos caracteres organolépticos e na avaliação físico química (CARDOSO, 2010).

A Instrução normativa N°1 do MAPA (2012) estabelece o método de extração para cada tipo de azeite. Para o azeite de oliva extravirgem, a extração ocorre por

processos sem temperatura elevada, a temperatura ambiente, enquanto que para o azeite virgem, a temperatura de extração se aproxima de 70°C (RAMALHO, 2012). Portanto, os azeites de oliva extravirgem, quando submetidos a aquecimento, têm suas propriedades reduzidas, pois são gerados produtos de degradação devido ao processo de oxidação (OLIVA, 2021).

A mistura de óleos ao azeite de oliva extravirgem, além de ser considerada fraude por estar fora do estabelecido em legislação, pode ocasionar reações entre os compostos do produto levando à degradação de constituintes nutricionais e até mesmo produção de compostos tóxicos de origem cancerígena (ZAMORA, 2004).

Desta forma, objetiva-se com a presente pesquisa realizar uma caracterização físico-química e da rotulagem de diferentes azeites de oliva extravirgem importados pelo Brasil e indicar possíveis não conformidades que possa ter haver com fraudes ou outras condições como de cultivo, tipo da oliveira, processo de produção, armazenamento e outros que levam a alterações nas características de identidade do azeite.

2 DESENVOLVIMENTO

O azeite de oliva é considerado um alimento milenar. O tipo de azeite de oliva extravirgem é considerado entre os óleos e gorduras o que possui maior fonte de energia para consumidores (CARDOSO, 2010).

Entre os diversos benefícios do uso de azeite de oliva extravirgem, as questões nutricionais e farmacológicas são as de maior interesse para a saúde humana; esses fatores contribuem para que o consumo seja crescente, mas sendo o Brasil um país com climas que não favorecem o cultivo da oliveira, planta que origina o fruto que se produz o azeite, a importação é meio para que esse produto seja ofertado de acordo com a demanda no país (CANELA, 2011).

2.1 COMPOSIÇÃO, ASPECTOS NUTRITIVOS E COMÉRCIO DO AZEITE DE OLIVA

De acordo com o relato de Costa (2017), o azeite de oliva é considerado entre os óleos vegetais o mais consumido desde antiguidade por estar inserido na dieta humana por anos.

A terminologia azeite é destinada a óleos provenientes de frutos usualmente obtidos pelo modo prensagem e comercializados sem refino (OLIVOTECA, 2018). Sua extração é um ponto de destaque para o produto; ela ocorre de forma mecânica sem a presença de uso de solventes, por processo de re-esterificação ou pela mistura com outros óleos (BRASIL, 2012).

No meio dessa produção predominante de óleos vegetais se encontram os óleos vegetais de grãos (soja, milho, gergelim e semente de girassol); essa predominância se dá graças à facilidade de cultivo da matéria-prima e rendimento agroindustrial. Segundo a Associação Brasileira de Produtores, Importadores e Comerciantes de Azeite de Oliveira (OLIVA, 2021), existe uma tendência de crescimento no mercado em cerca de quase 100% de produto extravirgem para os próximos anos (INMETRO, 2015).

Nos últimos anos, a população tem buscado o consumo de alimentos saudáveis, seguros e com qualidade nutricional. O azeite de oliva extravirgem se apresenta entre estes alimentos. Contendo nutrientes considerados saudáveis em consumo adequado, o azeite de oliva auxilia na redução das lipoproteínas de baixa densidade (LDL), comumente conhecido como “colesterol ruim” devido à presença de constituintes de ácidos graxos presente na sua composição (ARDOY, 2004).

Segundo o Codex Alimentarius (2003), o azeite de oliva possui uma ampla proporção de ácidos graxos insaturados (ácidos oleico, linoleico e linolênico). O detalhamento desses e dos demais ácidos graxos presentes no azeite de oliva encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição em ácidos graxos do azeite de oliva extravirgem.

Ácido graxo	Nº de carbonos / ligações	% de m/m de ésteres metílicos
	Duplas	
Ácido láurico	C12:0	Não detectável
Ácido mirístico	C14:0	0,0 – 0,05
Ácido palmítico	C16:0	7,5 – 20,0
Ácido palmitoleico	C16:1	0,3 – 3,5
Ácido heptadecanóico	C17:0	0,0 – 0,3
Ácido heptadecenóico	C17:1	0,0 – 0,3
Ácido esteárico	C18:0	0,5 – 5,0
Ácido oléico	C18:1	55,0 – 83,0
Ácido linoléico	C18:2	3,5 – 21,0

Ácido linolênico	C18:3	<1,5
Ácido araquídico	C20:0	0,0 – 0,6
Ácido behénico	C22:0	0,0 – 0,2
Ácido erúcico	C22:1	Não detectável
Ácido lignocérico	C24:0	0,0 – 0,2

Fonte: Codex Alimentarius (2003) e Campo (2017).

A expansão do comércio do azeite de oliva é acompanhada de sucessivos descobrimentos dos seus benefícios à saúde (CANELA, 2011). Os ácidos graxos essenciais presentes no azeite de oliva, compostos de sintetização exclusiva de vegetais, são recomendados para o consumo humano e contribuem para o fornecimento de energia e na absorção e transporte de vitaminas A, D, E e K (PINHEIRO, 2005). Outros compostos presentes no azeite como os fenólicos, tocoferóis, minerais e vitaminas do complexo B são poderosos como antioxidantes naturais (PINHEIRO, 2005). Em conjunto, tais benefícios do azeite têm apresentado eficácia na diminuição de ocorrências de doenças crônicas como cardiovasculares, hipertensão, reumatismo, osteoporose, câncer e diabetes (COVAS, 2007; CANELA, 2011).

O consumo frequente de azeite de oliva está relacionado a um aumento da expectativa de vida, devido à presença de antioxidantes que combatem os radicais livres, sendo estes os causadores de diversas doenças crônicas. Além disso, a presença de ácidos graxos proporciona benefícios aos organismos visto que tais compostos são capazes de prevenir doenças como a diabetes, além de regular a pressão arterial e a resposta anti-inflamatória (SCÓFANO, 2014).

Entretanto, o azeite está sujeito à oxidação lipídica, devido a vários aspectos de sua composição. A oxidação é um processo que ocorre entre os ácidos graxos insaturados do produto e o oxigênio atmosférico que, além de favorecer o aparecimento do ranço, gera compostos nocivos, como os hidroperóxidos lipídicos (SILVA, 2012). Dessa forma, altos índices de ácidos graxos livres indicam maior grau de deterioração do produto em decorrência da hidrólise dos glicerídeos (OSAWA, 2006).

Além disso, a mistura de óleos ao azeite de oliva extravirgem, uma fraude bastante comum, pode ocasionar reações entre os compostos do produto levando à degradação de constituintes nutricionais e até mesmo produção de compostos tóxicos de origem cancerígena (ZAMORA, 2004).

Conforme descrito por Lardini (2012), o azeite de oliva, quando adicionado de óleos de qualidade inferior e ou de sementes, tende a apresenta valores superiores de ácido linoleico.

A busca por alimentos saudáveis tem relação direta com o aumento do consumo de determinados alimentos; o azeite de oliva virgem é um exemplo, que pode ser observado pelo aumento significativo da sua importação para o Brasil, que correspondeu a cerca de 75,5% entre 2005 e 2020 (FAOSTAT, 2022). O gráfico abaixo mostra esse aumento em toneladas das importações brasileiras de azeite de oliva virgem, entre os anos de 2005 a 2020, de acordo com a fonte de dados FAOSTAT.

Gráfico 1 – Importações brasileiras de azeite de oliva virgem (2005 a 2020).



Fonte: Elaborado pela própria autora a partir de dados obtidos do FAOSTAT (2022).

A árvore de oliveira necessita de determinadas condições climáticas para assegurar que bons frutos sejam formados, o que contribui diretamente para garantir a qualidade do seu produto, o óleo de azeite de oliva. O Brasil não possui sistema climático adequado para o cultivo devido à predominância do clima tropical. Com isso, as toneladas de azeite que são consumidas no país vêm predominantemente de importação, o que leva ao consumidor a encontrar várias marcas comerciais do produto, que se divergem em padrões de qualidade e preços (COSTA, 2017).

2.2 CLASSIFICAÇÃO E PARÂMETROS DE QUALIDADE DE AZEITE DE OLIVA

Com o crescimento elevado do consumo do azeite de oliva virgem (Gráfico1) exige-se que a implantação de uma inspeção mais rigorosa dos azeites importados ocorra de modo a verificar os produtos em questão que chegam ao país e assim combater fraudes que impedem possíveis problemas relacionados à segurança da saúde da população brasileira, além de garantir qualidade do produto ao consumidor em termos de seu conteúdo nutritivo (MENDES, 2015).

Vários tipos de azeite de oliva são comercializados no país. Quanto à matéria-prima, ao processo e a procedimentos tecnológicos aplicados, os azeites de oliva e o óleo de bagaço de oliva são classificados em grupos e tipos, segundo o MAPA (IN N° 1, 2012), conforme apresentado na tabela 2.

Tabela 2 – Classificação dos tipos de azeite quanto ao processo de obtenção.

Grupo	Definição	Tipo	Definição
Azeite de oliva	“Produto obtido somente do fruto da oliveira (<i>Olea europaea</i> L.) excluído todo e qualquer óleo obtido pelo uso de solvente, por processo de reesterificação ou pela mistura com outros óleos, independentemente de suas proporções.”	Azeite de oliva virgem	“Produto extraído do fruto da oliveira unicamente por processos mecânicos ou outros meios físicos, sob controle de temperatura adequada, mantendo-se a natureza original do produto; o azeite assim obtido pode, ainda, ser submetido aos tratamentos de lavagem, decantação, centrifugação e filtração”.
		Azeite de oliva refinado	“Produto proveniente de azeite de oliva do grupo azeite de oliva virgem mediante técnicas de refino que não provoquem alteração na estrutura glicéridica inicial.”
		Azeite de oliva	“Produto constituído pela mistura de azeite de oliva refinado com azeite de oliva virgem ou com azeite de oliva extravirgem.”

Óleo de bagaço de oliva	“Produto obtido do bagaço do fruto da oliveira (<i>Olea europaea</i> L.) tratado fisicamente ou com solvente, excluído todo e qualquer óleo obtido por processo de reesterificação ou pela mistura com outros óleos, independentemente de suas proporções.”	Óleo de bagaço de oliva	“Produto constituído pela mistura de óleo de bagaço de oliva refinado com azeite de oliva virgem ou com azeite de oliva extravirgem.”
		Óleo de bagaço de oliva refinado	“Produto proveniente do bagaço do fruto da oliveira mediante técnica de refino que não provoque alteração na estrutura glicérica inicial.”

Fonte: BRASIL (2012).

Outra classificação com base na qualidade dos azeites, com padrão internacional para azeite de oliva, é definida pelo Codex Alimentarius (*Standard for olive oils and olive pomace oils* CXS 33-1981, atualizado em 2021), conforme indicado na Tabela 3.

Tabela 3 – Classificação dos tipos de azeite de oliva e observações de acordo com a comissão do Codex Alimentarius.

Grupo	Tipo	Observações
Azeite de oliva Virgem	Extravirgem	Classificado de acordo com as definições dos parâmetros físico-químicos e de qualidade.
	Virgem	Extravirgem: obtido de processos físicos em boas condições térmicas, prensa a frio. Virgem: Pode ter sido submetido a temperaturas de prensa a quente.
	Lampante	Impróprio para consumo humano por ingestão alimentar, mas pode sofrer refinamento e ser inserido em outro grupo ou ser designado a outras finalidades que não seja alimentícia.

Azeite de oliva	Único	“Puro”. Nomeado como comum ou corrente. Origina-se da mistura do azeite virgem com o azeite refinado.
Azeite de oliva refinado	Único	Sua obtenção se dá pelo refino do azeite virgem.
Óleo de bagaço de oliva ou óleo de bagaço de oliva refinado	Único	Quando não se enquadrar dentro do estabelecido para os limites de tolerância é considerado fora de tipo.

Fonte: Codex Alimentarius (2003)

Dentre os tipos de azeite de oliva virgem, o tipo extravirgem é o de maior interesse para consumo, graças ao seu valor nutricional, seu custo no mercado é o mais elevado devido à baixa produção, que é inferior a 10% da produção total de azeites de oliva. São permitidas ainda a fabricação e a comercialização de óleos mistos ou compostos que, quando contendo azeite de oliva, o mesmo deve se apresentar em uma quantidade mínima de até 15%; essa informação deve estar presente no rótulo em tamanho proporcional às demais descritas no mesmo para garantir visibilidade ao consumidor (BRASIL, 2002).

A qualidade do azeite extravirgem do ponto de vista do consumidor é definida em termos de qualidades sensorial e nutricional, que estão diretamente interligadas à sua qualidade físico-química. Tais características físico-químicas podem ser avaliadas através de análises, sendo as principais as análises de verificação dos níveis de acidez, peróxidos e densidade.

Esses parâmetros físico-químicos juntamente com os seus respectivos valores de referência estão descritos em legislações nacionais e internacionais e devem atender aos requisitos de composição estabelecidos pelo *Codex Alimentarius* (*Standard for olive oils and olive pomace oils* CXS 33-1981, atualizado em 2021), que estabelece os padrões internacionais de qualidade definidos na área de alimentos.

No Brasil, a Instrução Normativa nº 1 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) regulamenta os limites de tolerância para os parâmetros de padrão de identidade e qualidade de azeite de oliva e do óleo de bagaço de oliva, tendo como base o estabelecido em normas do Codex Alimentarius (2003).

No âmbito da Saúde, vigora a RDC nº 270, de 22 de setembro de 2005, da

Agência Nacional de Vigilância Sanitária (2005), que regulamenta óleos vegetais, gorduras vegetais e creme vegetal, estabelecendo valores de identificação e as características mínimas de qualidade desses produtos. Alterações complementares do azeite de oliva foram definidas pela Instrução Normativa nº 24 da ANVISA (2018), que alterou recentemente a IN N° 24.

O controle e a fiscalização do produto obtido das olivas vendido no Brasil, atualmente são feitos pelo MAPA e pelo Ministério da Saúde.

A classificação do azeite de oliva tem como base seus parâmetros de qualidade físico-química. Quanto aos índices de acidez, de peróxidos, de saponificação, de iodo, e de refração absoluta do azeite, a RDC N° 270 (BRASIL, 2005) e a Instrução Normativa nº 01 (BRASIL, 2012) classificam o produto conforme apresentado na tabela 4.

Tabela 4 – Parâmetros de qualidade físico-química de azeite de oliva.

Produto	Peróxidos (mEq/Kg)	Acidez Livre (g/100g em ácido oleico; %)	Índice de Saponificação (mg KPH/g)	Índice de Iodo (Wijs) (gl₂/100g)	Índice de Refração Absoluta (20°C)
Azeite de oliva extravirgem	≤ 20,0	≤ 0,80	184-196	75-94	1,4677 a 1,4705
Azeite de oliva virgem	≤ 20,0	≤ 2,00	184-196	75-94	1,4677 a 1,4705
Azeite de oliva virgem lampante	Não se aplica	>2,00	184-196	75-94	1,4677 a 1,4705
Azeite de oliva	≤ 15,00	≤ 1,00	184-196	75-94	1,4677 a 1,4705
Azeite de Oliva Refinado	≤ 5,00	≤ 0,30	184-196	75-94	1,4677 a 1,4705

Fonte: BRASIL (2005); BRASIL (2012).

Conforme apresentadas, as características de qualidade de um óleo ou azeite que contém altas quantidades de lipídeos estão relacionadas com o fenômeno da rancidez e a deterioração deste produto. Existem dois tipos de rancidez, a hidrolítica e a oxidativa (MORETTO & FETT, 1998).

Conforme relatado por Scherer & Böckel (2018), a rancidez hidrolítica enzimática refere-se à hidrólise das gorduras e óleos, onde há produção de ácidos graxos livres, devido à ação das enzimas lipases presentes nas oleaginosas ou através das lipases de origem microbiana.

A hidrólise também pode ocorrer na forma não enzimática, ou seja, pode ocorrer durante os processos de exposição a elevada temperatura através de fritura, levando a hidrólise que se dá devido a essa exposição de temperatura, produzindo ácidos graxos livres (MORETTO & FETT, 1998).

A rancidez oxidativa está relacionada com a reação das duplas ligações dos ácidos graxos insaturados com o oxigênio, resultando na produção de peróxidos, os quais são convertidos em diversos produtos de degradação, que provocam alterações no óleo, dentre elas a formação de sabor oxidado (ranço) e mudanças na cor e densidade do azeite de oliva. Portanto, quanto maior o número de insaturações maior a reatividade (CONEGLIAN, 2011).

A cor é um componente sensorial importante na apresentação de um azeite extravirgem, pois apresenta relação direta principalmente com a presença de clorofila e feofitina. Os carotenoides presentes auxiliam também para a denominação da cor do azeite e o protegem da foto-oxidação, ou seja, protegem os ácidos graxos insaturados do azeite do processo oxidativo resultando da exposição do produto à luz, fotossensores (clorofila) e oxigênio (SOUZA, 2017). A presença de clorofila determina a cor esverdeada dos azeites de oliva, e é um indicativo de que a estrutura da clorofila inicial foi mantida durante o processamento e que o azeite não passou por processos de aquecimento durante a extração (ARAÚJO, 2009).

Outro dado importante da avaliação do estado de conservação do óleo é a determinação da acidez, pois a decomposição, seja ela por hidrólise ou oxidação, modifica a composição química original do azeite, resultando na liberação de ácidos graxos livres no produto e outros produtos de degradação que modificam a qualidade do produto (OSAWA, 2006). Dessa forma, os ácidos graxos livres podem ser expressos em termos de índice de acidez, ou em massa percentual do componente ácido principal, como o ácido oleico (SCHERER & BÖCKEL, 2018).

2.3 PROCESSAMENTO DE AZEITES DE OLIVA

Um azeite de oliva de boa qualidade é obtido a partir do processamento de azeitonas frescas, colhidas no tempo considerado ideal da maturação, cultivada em solos férteis localizados em climas de temperatura de até 28°C, com chuvas amenas e extraídas por processo de pressão física, sem uso de solventes; juntos, todos os itens descritos, levam à elevada qualidade do azeite resultando em boas características sensoriais, bem como também contribui para boas características físico-químicas (CARDOSO, 2010).

O processo de extração do óleo inicia com a separação das folhas, seguido da lavagem das azeitonas. Os frutos higienizados são triturados com bloco de pedras, quando se extrai azeite pelo método de prensa hidráulica, ou com moinho de martelos e discos dentados, quando extraído pelo método de centrifugação. Após a trituração das azeitonas forma-se uma pasta, que facilita e expõe os glóbulos de óleo em gotas de maior tamanho para extração do azeite de oliva (RAMALHO, 2013).

O método de centrifugação possui duas divisões: o sistema de centrifugação de duas fases e de três fases. No sistema de duas fases, a centrífuga horizontal recebe a pasta separando a parte sólida (bagaço) da parte líquida (óleo e água de vegetação). A parte líquida será diferenciada por densidade, pois a água apresenta maior peso do que a gordura, separando via decantação após semanas armazenada em tanques de aço inoxidável. No sistema de centrifugação de três fases, a pasta entra na centrífuga horizontal separando também em parte sólida (bagaço) e a parte líquida (óleo e água de vegetação). Para separação da parte líquida, o fluido é levado até a centrífuga vertical, que separa a água de vegetação (água presente na composição natural da azeitona + água adicionada na pasta quando necessário) do óleo, logo obtendo momentaneamente o azeite de oliva (BARRANCO, 2008).

2.4 FRAUDES EM AZEITE DE OLIVA

A fraude em azeites de oliva ocorrer mais frequentemente por mistura com outros óleos de qualidade inferior, como por exemplo, óleo de soja, óleo de girassol, óleo de palma ou óleo de canola. Pode ocorrer também pela rotulagem errada ao faltar informações que devem obrigatoriamente conter nas mesmas e, até mesmo,

por omissão de informações verdadeiras. Um exemplo é a descrição da acidez que pode ser informada em concentrações ideais de acordo com legislação vigente (IN, 2012), mas o resultado informado não ser o real obtido pelas análises internas realizadas pela indústria responsável. Outra ocorrência considerada fraude é a diluição do azeite de oliva a outros azeites de qualidade inferior. Então o azeite pode estar denominado em sua embalagem como azeite de oliva extravirgem, porém não ser.

A ASAE (2018) realizou operações onde foram apreendidas, entre abril de 2015 e novembro de 2016, azeites que indicavam em seu rótulo a classificação “azeite virgem extra” mas os exames periciais indicavam ser somente “azeite”.

Esse tipo de falsificação fraudulenta ocorreu também por meio de misturas onde em fevereiro a ASAE (2017) também apreendeu 1.900 litros de azeite diluído em óleos vegetais.

As causas comuns que são possibilidades que levam a fraudes em azeites de oliva extravirgem são: valor elevado do azeite de oliva ofertado no mercado, vez que, por ser um produto importado já contribui para esse aumento ao agregar ainda mais valor ao produto; dificuldades relacionadas à extração, produção e baixa quantidade de óleo obtida do fruto (PIMENTEL, 2008). Apesar dos métodos utilizados para detecção, essas fraudes têm se tornado, cada vez mais sofisticada (BENITEZ-SÁNCHEZ, 2003).

De modo a verificar e detectar fraudes, utilizam-se parâmetros de avaliação realizados como os de composição do óleo em ácidos graxos, estudos de verificação de adulteração através de análises físico-químicas e verificação dos padrões de composição e identidade do azeite, devidos as diferenciações dos óleos vegetais em relação as suas características comparadas às características peculiares do azeite de oliva extravirgem. Ácidos graxos podem ser determinados e analisados a partir dos ésteres metílicos, auxiliando no estudo de fraudes e na avaliação nutricional de óleos e de gorduras de origem vegetal ou animal. A cromatografia gasosa também é um método utilizado para determinação dos ácidos graxos (CARDOSO, 2010).

2.5 DETECÇÃO DE FRAUDE E AVALIAÇÃO DA QUALIDADE EM AZEITES DE OLIVA

Nos últimos anos, tem sido crescente a detecção de fraudes em azeites de oliva virgens, e o controle analítico no país é precário. Em função disso, o azeite de oliva tem sido alvo de diversos tipos de adulterações com outros óleos vegetais de baixo valor comercial, com azeite de oliva refinado, ou com óleo obtido da extração com solventes da torta residual da prensagem das olivas (BERTONCINI, 2014).

Diversas análises laboratoriais são necessárias para comprovar a qualidade de azeite de oliva. Estas análises irão apontar o perfil químico, o grau de deterioração em decorrência do tempo, a estabilidade e a conformidade ou não com a legislação vigente para o produto. Outras podem ser adotadas, a fim de garantir com precisão a genuinidade do azeite, como Delta K (a intensidade dos compostos formados no refino dos óleos), teores de ceras e esteróis, e teores de ésteres etílicos (BERTONCINI, 2014).

As normas internacionais do COI e o Regulamento (CEE) n.º 2568/91 da Comissão dispõem de valores padrão de identidade do azeite que avaliam sua qualidade e pureza.

Alguns parâmetros físico-químico realizados comumente para analisar o azeite de oliva contribuem tanto para a sua avaliação da qualidade como também para determinar possibilidades de fraudes presentes no produto. Então de modo a garantir qualidade e autenticidade ao azeite ofertado ao consumidor é preciso a realização de métodos complementares de análises com elevada sensibilidade e especificidade para distinguir se a qualidade do azeite está comprometida devido a fatores relacionados ao processo de fabricação, qualidade da azeitona, tempo e condições de armazenamento ou se o produto está fraudado (COSTA, 2014).

Das metodologias utilizadas em caracterização físico-química estão presentes as de determinação da acidez, índice de peróxido, índice de saponificação, índice de iodo e índice de refração absoluta (IN, 2012). Outros métodos também indicadores mais sensíveis e específicos são as análises de detecção de DNA, que contribuem para o perfil genético da azeitona sendo um bom avaliador de detecção de adulteração por misturas com óleos vegetais, as análises cromatográficas e as espectroscópicas (COSTA, 2014)

O azeite para ser considerado genuíno deve apresentar parâmetros que

atestam que o produto não contém mistura com algum tipo de óleo, e não tenha passado por processo de extração com utilização de solventes ou refino. As análises de composição química em azeite buscam principalmente encontrar os ácidos graxos predominantes, que são os ácidos oleico, linoleico, palmítico e linolênico. Para determinação do perfil de ácidos graxos são utilizados métodos como a cromatografia gasosa. (CARDOSO, 2010).

Em relação à acidez, que é expressa em ácido oleico, esse índice está diretamente relacionado à sua qualidade, pois quanto menor a acidez melhor será o produto. Portanto, o nível de acidez está pontuado como um dos critérios para a comercialização de azeite e é determinado por titulação com base e os resultados expressos em percentagem de ácido oleico (ALMEIDA, 2015).

Pela sua composição majoritariamente lipídica, assim como de outros óleos vegetais, o azeite é vulnerável aos processos de saponificação e rancidez oxidativa. Em análises laboratoriais, o índice de saponificação é medido pelo número de miligramas de hidróxido de potássio requerido para saponificar um grama de óleo (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007).

As alterações indesejáveis que ocorrem no odor e sabor, aroma, cor e consistência são causadas devido aos processos de oxidação. Os primeiros produtos formados em uma deterioração do óleo são os peróxidos. São produzidos nas etapas de iniciação, propagação e terminação da rancidez, sendo em baixa quantidade na primeira e valores elevados na fase intermediária (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007).

Os peróxidos são facilmente determinados quando dissolvidos em uma solução de ácido acético-clorofórmio, com adição de iodeto de potássio, a reação que ocorre é de sobra, onde o iodo liberado é titulado com solução padrão de tiosulfato de sódio, o indicador utilizado é o amido. De acordo com legislação vigente (BRASIL, 2012) o índice máximo de peróxidos em azeites de oliva virgem e extravirgem deve ser menor ou igual a 20,0 mEq/Kg.

O TBA (ácido tiobarbitúrico) é usado para avaliar o estado de oxidação de um óleo ou gordura. O índice de TBA possui uma maior precisão nos estágios iniciais da oxidação e indica a quantidade de produtos de oxidação secundária que favorece a rancificação oxidativa (CECCHI, 2003).

O teste de TBA auxilia na interpretação da qualidade do azeite de oliva uma vez que baixos índices de peróxidos não indicam necessariamente baixo grau de

degradação oxidativa. Afinal, quando o óleo está em estágio avançado de oxidação ele não possui elevados valores de peróxidos, mas sim de produtos de degradação (CECCHI, 2003).

Dos compostos mais associados ao sabor do azeite e responsáveis por agregar propriedades frutadas, de modo a garantir uma matéria-prima de qualidade, são os compostos voláteis (ANGEROSA, 2004). Porém, os compostos fenólicos apesar de dar gosto amargo com sensação de pungência (VOSSEN, 2007) auxiliam na manutenção da estabilidade contra as modificações oxidativas (PANCORBO, 2005).

3 OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Objetiva-se com a presente pesquisa realizar uma caracterização físico-química e da rotulagem de diferentes azeites de oliva extravirgem importados, além de verificar a conformidade com legislação vigente.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar os parâmetros físico-químicos relacionados ao índice de refração, índice de iodo, índice de saponificação, índice de peróxido, densidade relativa a 20°C e determinação da acidez, além de verificar a conformidade desses parâmetros com a legislação vigente.
- Avaliar a conformidade dos rótulos dos produtos com a legislação vigente.
- Apresentar indicativos de possíveis fraudes e fatores que interferem na qualidade do azeite.
- Adicionalmente foi verificada a análise visual.

4 MATERIAL E MÉTODOS

Foram adquiridos, aleatoriamente, azeites de oliva extravirgem importados para o Brasil de 11 marcas diferentes, comercializados em supermercados locais da cidade de Governador Valadares, Minas Gerais.

As embalagens das amostras estavam intactas e o produto não se encontrava vencido, com prazo mínimo de vencimento de seis meses da data da compra e realização da análise. As análises físico-químicas foram realizadas no Laboratório de Alimentos da Universidade Federal de Juiz de Fora, *campus* Governador Valadares. Ainda para as análises físico-química, todas foram realizadas em triplicada para cálculo de desvio padrão, com excessão do índice de iodo e índice de refração absoluta,

4.1 ÍNDICE DE PERÓXIDO

O índice de peróxido foi determinado conforme descrito pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). Foram pesados 5 g da amostra e adicionados a 30 mL de solução de ácido acético-clorofórmio (3:2). A dissolução foi realizada sob agitação. Em seguida, foi acrescentado 0,5mL de solução saturada de iodeto de potássio e a mistura mantida em repouso ao abrigo da luz durante 1 minuto. Logo após, adicionou-se 30mL de água. Realizou-se a primeira titulação com tiossulfato de sódio 0,01N sob agitação até o desaparecimento da coloração amarelada. A solução indicadora utilizada foi a de amido na quantidade de 0,5mL a qual após ser adicionada deu origem a uma coloração azul. Prosseguiu-se à segunda titulação até o desaparecimento da cor azul. Sob as mesmas condições, mas sem a presença da amostra, o branco foi preparado e titulado da mesma forma. O índice de peróxido foi expresso em miliequivalentes de peróxido por 1000g de amostra.

4.2 DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ

A determinação da acidez tem por finalidade determinar a porcentagem de ácidos graxos livres em relação ao ácido oleico presente em azeites. Para essa análise, foi utilizada a metodologia descrita pelo Instituto Adolfo (2008). Iniciou-se realizando a pesagem de 2 g da amostra, seguida da adição de 25mL de solução de

éter-álcool (2:1) e fenolftaleína como indicador. A titulação a amostra foi realizada com hidróxido de sódio 0,1M até o surgimento da coloração rósea, a qual permaneceu por 30 segundos. A acidez foi expressa como porcentagem da acidez em ácido oleico.

4.3 ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

O índice de saponificação foi determinado conforme descrito pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). Iniciou-se com a adição de 50 mL da solução de hidróxido de potássio a 4% em 5 g de amostra de azeite. A mistura foi mantida em banho-maria conectado ao condensador até a fervura. O tempo determinado de fervura até completa saponificação da amostra foi de 3 horas em banho-maria. Após esse período, seguido de resfriamento do frasco, foi adicionado 1mL de indicador fenolftaleína. Realizou-se a titulação com ácido clorídrico 0,5M até a perda da coloração rósea. O branco foi realizado, sem a presença da amostra, sob as mesmas condições e síncrona à cada amostra. O índice de saponificação foi expresso em termos de número de miligramas de hidróxido de potássio necessário para saponificar um grama da amostra.

4.4 ÍNDICE DE IODO PELO MÉTODO DE WIJS

O índice de iodo foi determinado segundo metodologia descrita pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). com alteração na quantidade de amostra utilizada.. A solução de tiossulfato de sódio 0,1N foi utilizada como titulante para a obtenção do grau de insaturação presente nos azeites, onde, a quantidade de gramas do iodo em excesso reage com as duplas ligações.

Pesou-se 0,5g da amostra em um erlenmeyer com rolha. Foi transferido 15mL de clorofórmio e, em seguida, 25mL da solução de Wijs em um mesmo frasco que foi devidamente vedado e agitado até homogeneização. Em seguida, ficou em repouso ao abrigo da luz por 30 minutos. Após esse período, foram realizadas as seguintes etapas: adição de 20mL iodeto de potássio a15%, 100mL de água deionizada e 1mL de amido a 1%, como solução indicadora surgindo a coloração azul. Realizou-se a titulação com tiossulfato de sódio a 0,1N até o desaparecimento da cor. O branco foi realizado sob as mesmas condições, porém sem a presença da amostra. O índice de saponificação foi expresso em termos de porcentagem de iodo absorvida.

4.5 DENSIDADE RELATIVA A 20°C

Para a determinação da densidade relativa a 20°C foi utilizada a metodologia contida pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). A amostra foi aquecida a uma temperatura de 20°C e foi transferida cuidadosamente para o picnômetro de modo que não formasse bolhas de ar. Depois de tampado, foi mantido em banho-maria por 30 minutos até atingir temperatura de 20°C. O picnômetro foi seco por fora e a pesagem realizada para o cálculo da densidade. A densidade relativa a 20°C foi expressa como razão entre a massa da amostra e a da água, sendo a média de três determinações.

4.6 ÍNDICE DE REFRAÇÃO ABSOLUTA

O índice de refração foi determinado segundo metodologia descrita pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). O refratômetro de Abbé de bancada (Kruss, modelo AR, 2008) foi calibrado com uma corrente de água a 40°C, conforme recomendação do fabricante. Em seguida, foi realizada a leitura do índice de refração, após manutenção da amostra no refratômetro por dois minutos para estabilização da temperatura. O índice de refração dos azeites foi expresso como média de três determinações.

4.7 AVALIAÇÕES DA ROTULAGEM

A rotulagem foi avaliada de acordo com as RDCs da ANVISA (RDC nº 270, 22 de setembro de 2005; RDC nº 259, de 20 de setembro de 2002 e RDC nº 360, de 23 de dezembro de 2003), bem como conforme a Lei nº 8.078, de 11 de setembro de 1990, Lei 10.674, de 16 de maio de 2003, a Instrução Normativa nº 1, de 30 de janeiro de 201 e a RDC nº 429, de 08 de outubro de 2020. Os rótulos dos azeites de oliva extravirgem foram verificados em relação às seguintes informações: denominação de venda, quantidade líquida, data de durabilidade mínima, lote, nome ou denominação social, lista de ingredientes, conservação/utilização, datas de fabricação/envase e de validade, local de origem e endereço do importador.

4.8 ANÁLISE VISUAL

Para a análise visual do azeite de oliva extravirgem foi realizada uma comparação visual entre as amostras de azeites e elaborado um parâmetro de cor que vai do leve amarelo (+) ao amarelo esverdeado (++++). Não existe legislação vigente especificando a cor do azeite de oliva extravirgem uma vez que essa variação pode estar interligada à espécie e qualidade da azeitona. A cor dos azeites foi avaliada por uma equipe não treinada, formada por seis pessoas e prevalecendo o resultado mais votado.

5 RESULTADOS

Os resultados variaram em todas as análises e nenhuma das amostras apresentou-se com todos resultados dentro do estabelecido por legislação. A análise físico-química que obteve resultados dentro dos valores considerados de referência foram classificados como satisfatórios, para as análises de rotulagem que estavam de acordo com as normas estabelecidas de exigências foram classificados com conforme e para a análise visual foi elaborado de acordo com comparações entre as amostras e um óleo misto.

A tabela 5 apresenta os resultados das análises físico-químicas encontradas nas diferentes amostras de azeite extravirgem.

Tabela 5 – Valores médios e respectivos desvios padrão dos Índices de Peróxidos (I.P.), Índices de Acidez em ácido oleico (A.G.L.), Índice de Saponificação (I.S.), Índice de lodo (I.I.), Densidade Relativa (D.R.) e Índice de Refração Absoluta (I.R.A.) obtidos para as amostras de azeites de oliva extravirgem. S:Satisfatório (em conformidade com a legislação vigente).

Amostras de Azeite	I.P. (mEq/kg)	A.G.L. (%)	I.S (mg KOH/g)	I.I. (gl ² /100g)	D.R. a 20°C	I.R.A (+20°C)
S	22,57 ± 1,32	0,82 ± 0,00	166,64 ± 7,43	123,67	0,874 ± 0,01	1,4625
G	20,41 ± 0,49S	0,80 ± 0,03 S	177,06 ± 5,59	124,88	0,793 ± 0,01	1,4635
B	31,55 ± 0,88	1,00 ± 0,13	221,49 ± 1,01	118,38	0,902 ± 0,01	1,4640
M1	32,47 ± 1,49	0,92 ± 0,12	153,90 ± 2,77	63,45	0,914 ± 0,01S	1,4635
E1	24,15 ± 1,17	1,37 ± 0,02	152,01 ± 0,31	64,18	0,863 ± 0,02	1,4635
O1	32,58 ± 0,26	1,37 ± 0,01	165,17 ± 0,23	70,25	0,884 ± 0,04	1,4640
E2	11,51 ± 0,56 S	0,55 ± 0,00 S	186,31±2,03S	89,76 S	0,940 ± 0,00	1,4690S
L	11,12 ± 0,60 S	0,55 ± 0,00 S	225,29±33,51	123,58	0,916 ± 0,01S	1,4662
M2	29,90 ± 0,21	0,55 ± 0,00 S	175,85 ± 1,78	75,45 S	0,735 ± 0,00	1,4645
A	37,05 ± 0,09	0,53 ± 0,02 S	134,44 ± 1,97	70,68	0,863 ± 0,14	1,4630
O2	39,12 ± 2,01	0,28 ± 0,00 S	269,46 ± 1,05	91,49 S	0,916 ± 0,03S	1,4680S
Valor de referência	< ou = 20mEq/Kg	< ou = 0,80	184 a 196	75 a 94	0,910 – 0,916	1,4677 a 1,4705
Referência	IN Nº 1,2012, MAPA	IN Nº 1,2012, MAPA	IN Nº 1,2012, MAPA	IN Nº 1,2012, MAPA	Codex Alimentarius, 2001	IN Nº 1,2012, MAPA

Fonte: Elaborado pela própria autora (2022).

Conforme dados apresentados na Tabela 5, os resultados de índice peróxido (I.P.) das amostras analisadas variaram entre 11,12mEq/ kg a 39,12 mEq/ kg de óleo (Tabela 5). Três (G, E2 e L) das onze amostras apresentaram I.P. em conformidade com os valores de referência estabelecidos pelo MAPA, os quais devem ser inferiores ou iguais a 20 mEq/ kg de azeite.

Seis amostras (G, E2, L, M2, A e O2) se encontraram dentro dos valores de acidez estabelecidos como referência pelo MAPA, que dispõe que a acidez livre deve ser menor ou igual a 0,80 %. Com exceção das amostras citadas acima, as demais tiveram seus valores acima do estabelecido, que variaram entre 0,28% a 1,37%, então foram considerados seus resultados como não satisfatórios.

Para o índice de saponificação, apenas uma amostra (E2) apresentou resultado dentro do estabelecido (184 mg KOH/g a 196 mg KOH/g); os resultados variaram entre 134,44 mg KOH/g a 269,46 mg KOH/g. Em sete amostras, os resultados estavam abaixo do valor de referência (amostras S, G, M1, E1, O1, M2 e A); outras três (B, L e O2) com valores acima do preconizado pela legislação.

Para a análise de índice de iodo pelo método de Wijs, apenas três marcas (E2, M2 e O2) obtiveram valores dentro do estabelecido por legislação (75 a 94 $\text{gl}_2/100\text{g}$) (IN;2012, CODEX, 2001). Quatro delas (M1, E1, O1 e A) apresentaram valores abaixo de 75 $\text{gl}_2/100\text{g}$, enquanto outras quatro (S, G, B e L) acima do estabelecido. Os valores de Índice de Iodo das amostras analisadas variaram entre 63,45 $\text{gl}_2/100\text{g}$ a 124,88 $\text{gl}_2/100\text{g}$.

Com relação à densidade relativa a 20°C, as amostras obtiveram resultados variando entre 0,73 e 0,94. Somente três (M1, L e O2) das onze analisadas apresentaram resultados dentro do estabelecido (0,910 – 0,916) (Codex Alimentarius, 2001). A maioria apresentou densidade abaixo dos valores preconizados (0,910 a 0,916), com exceção de apenas uma (E2; 0,940) cujo valor ultrapassou o limite superior.

Para o índice de refração absoluta, os resultados encontraram-se entre 1,4625 a 1,4690 e apenas duas das amostras (E2 e O2) obtiveram resultados satisfatórios pois estavam dentro dos valores de referência estabelecidos (1,4677 a 1,4705, determinado a 20°C e referido à risca D do sódio - $n_D 20$) (Codex Alimentarius, 2003; IN,2012). As demais apresentaram valores fora dos de referência.

De todas as amostras, das 11 marcas de azeite analisadas, 36,4% das amostras (S, B, E1 e O1) não apresentaram nenhum dos parâmetros em conformidade com legislação vigente, em se tratando das análises físico-química realizadas. Além disso, nenhuma das marcas apresentou conformidade com a legislação vigente em relação a todos os parâmetros analisados, uma vez que ao menos um deles estava fora da faixa definida pela legislação. Destes, a amostra E2 apresentou melhor estabilidade oxidativa por ter apresentado resultados dentro do estabelecido em todas as análises, com alteração apenas na análise da sua densidade relativa onde o valor obtido se encontrou acima do preconizado (0,940-0,916) (Codex Alimentarius, 2003; IN,2012).

Para a avaliação da rotulagem das onze amostras de azeite extravirgem em relação à legislação vigente está apresentada na Tabela 6.

Tabela 6 – Avaliação da rotulagem das amostras de azeite extravirgem em relação à adequação do rótulo à legislação vigente. Conforme (Informação presente no rótulo) e Não conforme (Informação ausente no rótulo).

Amostras de Azeite	Data de Fabricação / Envase e Validade	Denominação e informação sobre a denominação de venda	Quantidade líquida	Data de durabilidade mínima	Lote	Nome ou denominação social	Lista de Ingredientes	Conservação / Utilização	Local de origem
S	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
G	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
B	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
M1	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
E1	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
O1	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Não conforme
E2	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
L	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
M2	Informação Presente	Extravirgem Frutado	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
A	Informação Presente	Extravirgem Suave	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme
O2	Informação Presente	Extravirgem	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme	Conforme

Fonte: Elaborado pela própria autora (2022).

Para avaliação do rótulo foram consideradas a obrigatoriedade de informações mínimas que devem estar presentes nos rótulos de azeite de oliva extravirgem segundo a legislação vigente. Os parâmetros legais (BRASIL, 2012) avaliados eram informações sobre a denominação de venda, quantidade líquida, data de durabilidade mínima, lote, nome ou denominação social, lista de ingredientes, conservação/utilização, data de fabricação/envase e validade, local de origem e endereço do importador.

Apenas uma das marcas comerciais de azeite (O1) apresentou não conformidade com a legislação vigente por não apresentar informação em relação ao local de origem (Tabela 6). As demais se apresentaram todas conformes por ter as informações avaliadas presente em seus rótulos.

Para denominação e informação sobre a denominação de venda todos estavam escritos como sendo do tipo extravirgem, com exceção de dois azeites que além dessa informação também continha as seguintes descrições, azeite de oliva extravirgem frutado para o azeite da amostra M2 e azeite de oliva extravirgem suave para o azeite da amostra A.

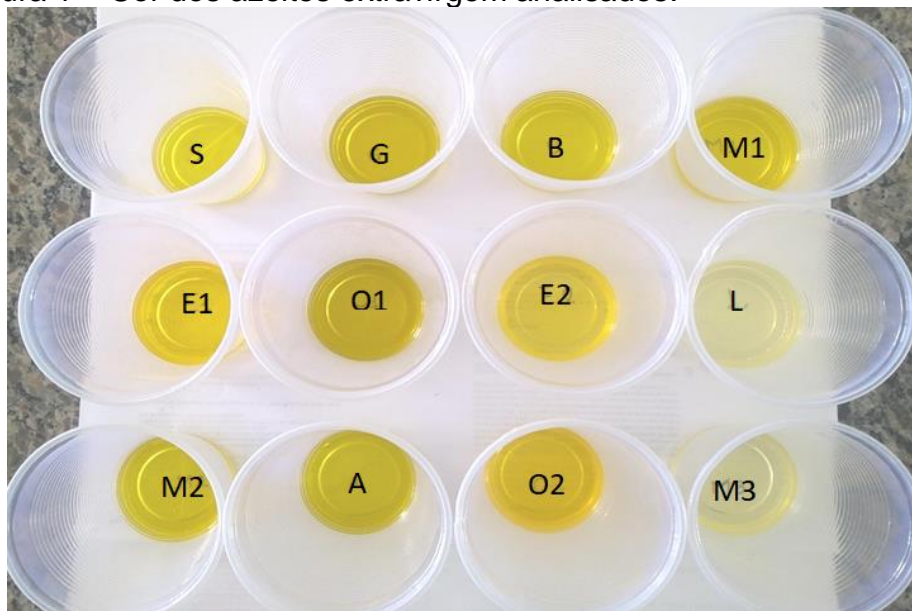
A tabela 7 apresenta os resultados da análise visual das amostras de azeite extravirgem, além de informações sobre a embalagem. A figura 1 apresenta a variação de cor entre as amostras de azeite analisadas.

Tabela 7 – Análise visual do azeite extravirgem e da embalagem. Legenda: Aparência: leve amarelo (+); amarelo (++); amarelo ouro (forte) (+++); amarelo esverdeado (++++).

Amostras de Azeite	Material da Embalagem	Cor da embalagem	Cor do azeite extravirgem
S	Vidro	Verde escuro	++
G	Vidro	Verde escuro	++++
B	Vidro	Verde escuro	++
M1	Plástico	Verde escuro	+++
E1	Vidro	Transparente	+++
O1	Vidro	Verde escuro	++++
E2	Vidro	Verde escuro	++
L	Vidro	Verde escuro	+
M2	Vidro	Verde escuro	+++
A	Vidro	Verde escuro	++++
O2	Vidro	Verde escuro	++

Fonte: Elaborado pela própria autora (2022).

Figura 1 – Cor dos azeites extravirgem analisados.



Fonte: Elaborado pela própria autora (2022). A amostra M3 é um óleo misto, composto por azeite de oliva e algum outro óleo vegetal. Por apresentar cor amarela mais clara que o azeite extravirgem, foi acrescentado na figura somente para fins de comparação visual.

Segundo a tabela 7, três amostras (G, O1 e A) apresentaram coloração mais escura (amarelo esverdeado) entre as marcas de azeites, outras três (M1, E1 e M2) amarelo ouro (forte), quatro (S, B, E2 e O2) amarelo e uma única amostra (L) apresentou cor mais clara que todas as demais (leve amarelo). Embora o Codex estabeleça categorias de coloração para azeite como indicador de qualidade, a

legislação não contempla esse parâmetro. A variação de cor das amostras ilustra as informações apresentadas na Tabela 7.

Em relação à avaliação da embalagem, duas amostras (M1 e E1) apresentaram pontos desfavoráveis à manutenção da qualidade de azeite extravirgem, uma vez que embalagens de vidro com coloração verde escura ou âmbar são as mais recomendadas para acondicionamento do produto. Em M1, a cor da embalagem era verde claro e o material da embalagem era plástico. Em E1, a embalagem de vidro era totalmente transparente. Com exceção dessas duas amostras, as outras, com relação à embalagem, se encontraram de acordo com as melhores condições recomendadas para a manutenção da qualidade de azeites, embora não existam padrões definidos por legislação.

6 DISCUSSÃO

Nesta seção, será apresentada a discussão referente às análises realizadas com azeite de oliva extravirgem importados, de onze marcas comerciais diferentes.

6.1 ÍNDICE DE PERÓXIDO

Uma das análises utilizadas para avaliação da qualidade de óleos em geral, e, portanto, também para o azeite de oliva, é a determinação do índice de peróxidos. A formação dos peróxidos, produtos primários da oxidação do azeite, ocorre devido à reação do oxigênio e glicerídeos insaturados, levando à formação de produtos de degradação capazes de reduzir o valor nutricional do azeite, além de suas características sensoriais como seu sabor.

O valor para o índice de peróxido é proporcional ao estado de oxidação do azeite e à tendência do azeite em se deteriorar; valores elevados refletem seu estado de deterioração (MARQUES, 2015). Portanto, o azeite de oliva extravirgem considerado apropriado ao consumo humano deve apresentar índice de peróxidos até 20 mEq/Kg (IN, 2012).

Oito das onze amostras analisadas apresentaram valores acima do limite recomendado de I.P., e, portanto, apresentam tendência à deterioração oxidativa, que pode estar relacionada a diversos fatores. Segundo Cardoso (2010), condições pós-colheita e etapas envolvidas no processo de produção podem influenciar a

oxidação do azeite em razão da alteração do perfil de antioxidantes naturais, como tocoferóis e polifenóis.

Outro fator que pode interferir nesse índice é a embalagem em que estão armazenados os azeites, essa relação pode ocorrer de forma direta com o grau de deterioração oxidativa do azeite. Embalagens de vidro com coloração verde escura ou âmbar são recomendadas. Entretanto, embora o vidro seja o mais usado, apresenta maior fragilidade, o que exige maiores cuidados durante seu manuseio e transporte para evitar quebras. Nesse caso, embalagens plásticas podem ser preferíveis. Por outro lado, embalagens de materiais com menor permeabilidade ao oxigênio e à umidade, como o polipropileno, favorecem a oxidação e reduzem a vida de prateleira do produto em aproximadamente três meses, enquanto embalagens de coloração mais clara ou transparente apresentam maior susceptibilidade à passagem de luz, favorecendo a foto-oxidação (PRISTOURI; BADEKA; KONTOMINAS, 2010.). Além disso, dependendo do tipo de plástico, pode ocorrer migração de componentes tóxicos da embalagem para o azeite durante o armazenamento, como acontece com o bisfenol A presente em embalagens de polietileno tereftalato (PISCOPO; POIANA, 2012).

Logo, a escolha inadequada da embalagem pode estimular a deterioração lipídica de azeites de oliva extravirgem. Neste estudo, duas das onze amostras analisadas apresentaram embalagens não recomendadas para manutenção da qualidade do produto; M1, que apresentava embalagem de plástico e coloração verde claro, possibilitando maior absorção do oxigênio que a embalagem de vidro, bem como a entrada de luz e a E1, que apesar de ter sido acondicionada em embalagem era vidro, a mesma era transparente, permitindo incidência de luz direta.

Estudos de Méndez e Falqué (2007) mostraram a relação entre os índices de qualidade de azeites extravirgem e cinco embalagens diferentes, garrafa PET transparente, garrafa PET (coberta com papel alumínio) garrafa de vidro, lata e tetrabrik. A embalagem opaca de plástico, mesmo minimizando a entrada de luz em comparação à embalagem de vidro transparente, foi bastante permeável ao oxigênio, propiciando as reações oxidativas com consequente degradação do alimento.

No estudo de CAIPO (2021) o azeite de oliva extra virgem foi submetido a cinco diferentes condições de armazenamento pelo período de um ano, o resultado mostrou que o efeito da entrada de luz em temperatura ambiente resultou em maior

formação de produtos de oxidação secundária, já o efeito do armazenamento também em temperatura ambiente, porém ao abrigo da luz, no escuro, esses compostos mostraram-se relativamente estáveis. O índice de peróxido é indicador de oxidação inicial, no mesmo estudo (CAIPO, 2021), o índice de peróxido obtido foi baixo para o azeite de oliva extra virgem fresco, o autor relaciona esse resultado a possibilidade do óleo de azeite ter sido submetido a boas condições de fabricação e processamento, um exemplo foi que a amostra controle apresentou pouca ou nenhuma alteração para esse índice durante o tempo de armazenamento, para outras amostras os primeiros aumentos observados no índice de peróxido se deu após 3 a 4 meses de armazenamento.

A deterioração ocorrida pelo índice de peróxido no azeite de oliva em pouco tempo de armazenamento, sem entrada de oxigênio, pode se dá pela formação de hidroxiperóxidos a partir de oxigênio presente no próprio óleo. Ayton (2012) observou em seu estudo uma diminuição do índice de peróxido em azeite armazenado ao abrigo de luz e sem presença de oxigênio principalmente quando armazenado a temperatura de 37° C.

A deterioração natural dos constituintes lipídicos insaturados e naturais do azeite pode ocorrer, ainda que todos os azeites estivessem com, no mínimo, de seis meses de validade. O mesmo estudo de Méndez e Falqué (2007), também analisou quatro amostras de azeite de oliva extravirgem e sua influência em relação ao tempo onde os parâmetros (acidez, índice de peróxido, coeficientes de absorção K270 e K230, umidade, impurezas, fenóis, índice de iodo, índice de saponificação, cor e teor de ácidos graxos) foram avaliados após 3 e 6 meses, os resultados demonstraram perda gradativa da qualidade.

O tipo e época da colheita, a maturação e espécie do fruto, localidade do plantio também interferem na estabilidade oxidativa do azeite. Ainda que o azeite de oliva extravirgem seja processado a frio através de prensagem, não se pode descartar a possibilidade do uso de algum solvente para aumentar o rendimento da extração, mesmo não sendo o indicado para esse tipo de classificação de azeite. Ressalta-se que para o azeite de oliva virgem o processo é o mesmo, porém é realizado a quente, sendo mais favorável à instabilidade oxidativa em razão de temperaturas elevadas (70°C), conforme demonstrado por Marques (2015), que mostrou que esses índices aumentam significativamente com o aquecimento do azeite, com exceção de amostras aquecidas em temperaturas menores (60°C).

Apesar disso, o valor de referência para I.P. de ambos é o mesmo, ou seja, menor ou igual a 20,0 mEq/Kg (IN, 2012).

Altos valores para os índices de peróxidos também podem indicar possíveis questões inadequadas da manipulação da azeitona ou deficiente modo de preservação do azeite, armazenamento, lacre da embalagem e outros problemas relacionados ao manuseio do produto final (PERKINELMER, 2012).

Sendo assim, diante dos resultados, pode-se conjecturar que alguns fatores, já mencionados, podem ter contribuído isolada ou conjuntamente para reduzir a estabilidade oxidativa dos azeites e acelerar o processo de degradação da fração lipídica, contribuindo para possíveis alterações nas características sensoriais como a rancidez oxidativa e nutricionais.

6.2 DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ

O valor de referência para o índice de acidez para azeite de oliva extravirgem deve ser menor ou igual a 0,8g/100g, ou seja, 0,80%, conforme Resolução RDC Nº270, de 22 de setembro de 2005, sendo a acidez um parâmetro de qualidade importante para se avaliar o estado de conservação do óleo.

Neste estudo, aproximadamente metade (54,54%) das amostras apresentou resultados satisfatórios para azeite de oliva extravirgem nessa análise de determinação da acidez. As outras amostras apresentaram resultados condizentes com o padrão de qualidade de azeite de oliva do tipo virgem, que pode apresentar acidez menor ou igual a 2% (IN, 2012). Portanto, os azeites de oliva extravirgem que se encontraram em não conformidade com a legislação poderiam pertencer ao referido grupo (azeite de oliva virgem), e assim configuraria possível fraude de informações na rotulagem, já que o produto comercializado não seria aquele que declarado no rótulo.

Apesar do azeite de oliva virgem ser considerado próprio para consumo humano, é indicado para uso culinário e o extravirgem indicado para consumo cru como por exemplo em saladas, queijos e pães (DUTRA, 2013).

A diferença entre os dois tipos de azeite é que a denominação Azeite de oliva “extravirgem” é obtida a partir dos frutos, exclusivamente por processos mecânicos ou outros meios físicos que mantêm a natureza original do produto, é o azeite da primeiríssima prensa da azeitona; sem solventes ou aditivos, sobre condições

térmicas a temperatura ambiente (também considerada a frio), seguido de lavagem e filtragem. O azeite de Oliva “virgem” é o extraído da segunda ou terceira prensa a uma temperatura uma pouco mais elevada perdendo assim um pouco das características como a de sabor; ambos são processos que não levem à alteração química do azeite, passando apenas por lavagem, decantação, centrifugação e a filtração (VILLALTA, 1999).

Peixoto, Santana e Abrantes (1998) analisaram dez marcas de azeite de oliva ofertadas no mercado do Rio de Janeiro onde encontraram valores de acidez entre 0,15% e 0,85%; eles relataram que a acidez se relaciona à qualidade do azeite, que pode ser influenciada por diversos fatores como maturação, estocagem, ação enzimática, tipo e qualidade da azeitona, processo de obtenção (extração mecânica e ou por solvente), pelo grau de refinação ou se apresentam puros ou se tratam de misturas (PEIXOTO, SANTANA e ABRANTES, 1998).

Silva (2011) acrescenta que, além dos fatores expostos por Peixoto, Santana e Abrantes (1998), fatores como o cultivo, tipo de colheita, mescla de azeitonas (solo e árvores), tipo e tempo de armazenamento das azeitonas e condição de elaboração também podem influenciar a estabilidade oxidativa do produto. Por ter um elevado grau de ácidos graxos insaturados, o azeite de oliva pode se rancificar facilmente pela ação do oxigênio.

Já Cardoso (2010), ao analisar azeites do estado de Minas Gerais oriundos de cinco diferentes tipos de azeitonas (JB1, Ascolano 315, Negrao, 0025 e 0004), obteve resultados diferentes entre si para acidez, em que todos se encontraram incompatíveis ao apresentar valores acima do estabelecido pela legislação (ANVISA, 2005).

Aquecimento e luz estimulam a hidrólise dos triacilgliceróis e liberação de ácidos graxos livres e normalmente seguida de rancidez. Então, valores menores de índices de acidez livre em azeites de indicam produtos com melhor qualidade (JORGE, 2009). Logo, os produtos analisados neste estudo podem ter sido sofrido aquecimento ou entrada de luz ou algum outro fator físico que contribuiu para o aumento da hidrólise de glicérides d azeite e conseqüente aumento da acidez, com resultados superiores a 0,80%.

6.3 ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

A quantidade relativa de ácidos graxos de baixo e alto peso molecular é quantificada pelo índice de Saponificação; que é inversamente proporcional ao peso molecular médio, dos ácidos graxos, presentes e ao comprimento da cadeia (MELLO E PINHEIRO, 2012), ou seja, quanto maior o índice de saponificação menor será o peso molecular médio do ácido graxo.

Neste estudo, apenas uma amostra estava em conformidade com a legislação em relação ao índice de saponificação, sendo que a maioria (63,6%) apresentou valores inferiores àqueles de referência, indicando que apresentaram uma maior proporção de ácidos graxos de cadeia longa em relação aos de cadeia curta quando comparada àquela normalmente encontrada em azeite de oliva extravirgem. A minoria, por outro lado, apresentou valores de índice de saponificação acima do preconizado pela legislação, indicando a presença de ácidos graxos de baixo peso molecular.

Variações neste parâmetro podem ser indicativo de fraude do produto, conforme demonstrado por Szpiz (1985). Segundo o autor, o alto teor de ácidos graxos de baixo peso molecular encontrado nas amostras de azeite analisadas pode ter sido resultado da mistura do azeite com óleo de coco ou babaçu; além disso, a considerável divergência nos teores de ácido linoleico e oleico de uma das amostras poderia estar relacionada à presença de óleo de soja no azeite (SZPIZ, 1985).

A obtenção de azeite de oliva por meio de solventes ou em temperaturas inadequadas afeta diretamente a composição química dos constituintes do azeite de oliva extravirgem, contribuindo para alteração de seus parâmetros físico-químicos como o índice de saponificação (CARDOSO, 2010).

A avaliação desse índice também foi realizada por Almeida (2015), que analisou 54 amostras de óleos comercializadas no Rio de Janeiro, sendo 25 de azeites de oliva com várias qualidades, os quais todos apresentaram índice de saponificação abaixo do estabelecido pela legislação.

Cardoso (2010) obteve apenas uma amostra de azeite, das cinco analisadas, com índice de saponificação de acordo com a recomendação do Codex Alimentarius (2003) em seu estudo com frutos e sementes de oliveira da região de Maria da Fé, Minas Gerais; relatou que a possibilidade para os resultados obtidos é fatores como o uso de solvente para a extração (CARDOSO, 2010).

Marques (2015) encontrou resultados para o índice de saponificação, superiores aos valores estabelecidos no Codex Alimentarius (2001) para todas as amostras analisadas, aumento que foi associado ao processo térmico, uma vez que o aquecimento elevado pode acarretar a redução do tamanho das cadeias de ácidos gordos com conseqüente diminuição do seu peso molecular.

6.4 ÍNDICE DE IODO PELO MÉTODO DE WIJS

O índice de Iodo determina o grau de insaturação do azeite. Através da reação de halogenação, os ácidos graxos contendo ligações duplas entre carbono-carbono reagem com o iodo, que é adicionado às insaturações. Então se o índice de iodo for alto, maior o número de duplas ligações presentes na fração lipídica. Essa análise possibilita identificar adulterações e fraudes grosseiras provenientes de mistura a diversos óleos vegetais (SANIBAL e MANCINI, 2002 e CARDOSO, 2010).

Das amostras analisadas neste estudo, apenas três apresentaram Índice de Iodo dentro da faixa ideal estabelecida pelo Codex Alimentarius (2003) e ANVISA (2005) (75 a $94 \text{ gI}_2/\text{kg}^{-1}$). Metade das amostras em não conformidade apresentou valores abaixo de $75 \text{ gI}_2/100\text{g}$ enquanto a outra metade acima de $94 \text{ gI}_2/100\text{g}$. Esses resultados são indicativos de possíveis adulterações por mistura com outros óleos vegetais.

O Inmetro (2000) identificou três marcas de azeite com alterações na pureza entre vinte marcas de azeites importados analisadas; a principal causa está relacionada à adição de outros óleos vegetais com menor grau de insaturação.

Analisando azeites comercializados entre 1993 e 2000, Pimentel (2002) demonstrou que a fraude mais comum em azeites acontecia pela mistura com óleo de soja, óleo de girassol e gordura vegetal hidrogenada. Atualmente, este tipo de fraude continua sendo a mais comum, conforme demonstrado em relatórios do INMETRO.

Além da mistura de óleos vegetais em azeites de oliva existem ocorrências de substituição de óleos comestíveis por não comestíveis considerados inadequados para humanos, como exemplo, o óleo de calha originado do óleo de cozinha descartado. Além de oferecer risco à saúde (MOORE, 2012), essa fraude contribui para alterar os demais parâmetros de qualidade físico-química, além das características sensoriais e nutritivas do azeite (JORGE, 2010).

A adição de óleos de menor valor comercial em azeites de oliva extravirgem é uma prática bastante lucrativa pois oferta um produto com grande valor de mercado e alta demanda, que é declarado como de qualidade superior, mas que apresenta propriedades verdadeiramente inferiores ao que é esperado para o produto.

6.5 DENSIDADE RELATIVA A 20°C

A densidade relativa é uma propriedade físico-química que oscila de acordo com a natureza do óleo; por ser sensível a temperatura, ela decai à medida em que ela é elevada, por isso a sua medição deve ser avaliada mediante controle de temperatura (GILA, 2014).

Nesse estudo, a densidade relativa da maioria dos azeites encontrou-se abaixo dos valores de referência (0,910 a 0,916) (CODEX, 2001). Em geral, a densidade relativa da maioria dos óleos, minerais ou vegetais, encontraram-se entre 0,840 e 0,960.

A densidade relativa de óleos minerais é normalmente inferior a 0,91 (RICHARD, 1993), e sua mistura contribui para reduzir a densidade do azeite de oliva. Por outro lado, a densidade relativa de óleos vegetais encontra-se bem próxima à de azeites (Tabela 8), o que resulta em pequenas alterações dependendo da proporção adicionada. Portanto, os resultados deste estudo sugerem que a maioria dos azeites de oliva extravirgem analisados possivelmente estariam adulterados pela mistura com outros óleos com menor densidade.

Tabela 8 – Densidade relativa de óleos vegetais utilizados em fraudes de azeite de oliva.

Óleo	Densidade relativa (20°C)
Soja	0,923
Girassol	0,920
Milho	0,932
Canola	0,920

6.6 ÍNDICE DE REFRAÇÃO ABSOLUTA

Para determinar composição de misturas binárias e o grau de pureza de um composto, é utilizada como técnica a refratometria, que determina o índice de refração, que em se tratando de glicerídeos, está relacionado ao grau de insaturação e tamanho da cadeia de ácidos gordos (MARTINS, 2010; MELLO e PINHEIRO, 2012). Segundo Robbers (1997), ponto de fusão, densidade e índice de refração são utilizados como provas de identidade para avaliação de pureza e qualidade do azeite de oliva”.

As análises realizadas para o índice de refração obtiveram valores variáveis e próximos entre amostras. Apenas duas das amostras apresentaram valores dentro da faixa estabelecida pela legislação (1,4677 a 1,4705) sendo então considerados satisfatórios; as outras nove amostras obtiveram resultados abaixo do estabelecido.

O índice de refração relaciona-se com o grau de insaturação, peculiar a cada tipo de óleo, mas pode ser alterado pela degradação lipídica e formação de compostos de oxidação decorrentes de tratamento térmico, visto que em altas temperaturas há consequente diminuição desse índice (RIOS; PEREIRA; ABREU, 2013).

O valor elevado desse índice pode indicar a presença de várias ligações duplas seguido de um alto grau de insaturação, bem como pode indicar também presença de impurezas. Porém, não se pode inferir que os azeites sofreram degradação apenas com essa análise do índice de refração (MARQUES, 2015).

Nesse estudo 81,81% das amostras estavam com seus valores abaixo dos de referência, indicativo de que elas possuem maior quantidade de compostos saturados, e/ou compostos de oxidação ocasionados por reações que já foram mencionadas neste trabalho; bem como também podem ter sofrido interferência de algum tratamento térmico em algum momento da sua produção. Outra possibilidade é as amostras estarem com misturas a óleos e assim se encontrar com baixa qualidade e grau de pureza comprometida devido aos resultados encontrados estarem fora do padrão de identidade para azeite de oliva virgem.

6.7 AVALIAÇÃO DA ROTULAGEM E ANÁLISE VISUAL

A embalagem do azeite de oliva extravirgem é um ponto importante, pois além de armazenar o azeite também vai contribuir para que as características físicas e químicas do azeite não se alterem e sua qualidade em sabor e valor nutricional seja mantida (SOUZA, 2017). A embalagem adequada contribui de modo a garantir a preservação dos componentes do azeite de oliva, protege contra a entrada de gases, sua cor dificulta a entrada de luz, mantém estável a oxidação e assim garante uma vida de prateleira mais segura e adequada (BOTTI, 2014). O padrão desejado para acondicionamento do azeite de oliva é vidro âmbar ou verde-escuro (PRISTOURI; BADEKA; KONTOMINAS, 2010.).

Neste estudo, apenas azeites de oliva de duas marcas comerciais apresentaram embalagens não recomendadas para manutenção da qualidade do produto, conforme discutido anteriormente: M1, que apresentava embalagem de plástico e coloração verde claro, possibilitando maior absorção do oxigênio que a embalagem de vidro, bem como a entrada de luz e; E1, que apesar de ter sido acondicionada em embalagem de vidro, a mesma era transparente, permitindo incidência de luz direta. Portanto, ambas favorecem a oxidação e a redução da vida de prateleira em razão da maior permeabilidade à luz, oxigênio e umidade, fatores que favorecem processos de foto-oxidação, auto-oxidação e rancidez hidrolítica (ARAÚJO, 2009).

A foto-oxidação, auto oxidação e lipólise são alguns fatores que limitam a vida de prateleira do azeite levando a degradação com consequentes perdas sensoriais e nutricionais devido a formação de produtos de degradação (álcoois, aldeídos e outros) (SOUZA, 2017; ARAÚJO, 2009). As embalagens usualmente mais utilizadas são as de vidro graças a sua baixa permeabilidade a entrada de gases e luz devido a possibilidade de se adicionar cor, porém é um material frágil e sua capacidade de proteção contra a luz pode variar (SILVA, 2011).

Além da embalagem, a rotulagem é outro fator de grande importância, pois facilita a escolha adequada do produto pelo consumidor através das informações disponibilizadas. Neste estudo, os azeites de oliva apresentaram conformidade com a legislação, com exceção de uma marca que não informou o local de origem do produto. Uma fraude muito comum em azeite de oliva é declarar um produto de melhor qualidade rótulo (azeite de oliva extravirgem) mas que não está de fato

contido na embalagem. A prática mais comum de fraude em azeites consiste na mistura com óleos de qualidade inferior (CASADEI et al., 2021). No Brasil, o tipo de fraude mais comum consiste na mistura do azeite com óleo de soja ou lampante, o que não é mencionado no rótulo (TIBOLA et al., 2018). Em uma revisão sistemática de Ebola e colaboradores (2018), informações errôneas na rotulagem corresponderam a 7% das fraudes em produtos comercializados no Brasil entre 2007 e 2017, segundo estudos publicados na literatura, em que óleos e gorduras corresponderam a 21% dos produtos alimentícios fraudados nesse período.

As características sensoriais de azeites estão diretamente relacionadas à sua qualidade, composição química e estabilidade oxidativa e a avaliação de parâmetros como cor, odor e sabor necessita de uma equipe sensorial treinada para atributos específicos do produto (COSTA, 2017). A cor dos azeites influencia a escolha do consumidor pelo produto e pode estar relacionada a etapas de processamento do produto. Os principais pigmentos que determinam a cor do produto são clorofilas e carotenoides, os quais conferem propriedades biológicas ao produto (MOYANO et al., 2010).

As clorofilas são responsáveis por conferir pigmentação verde aos frutos de oliva e, portanto, ao azeite de oliva virgem. O azeite quando protegido da luz tem a ação das clorofilas agindo como antioxidantes, protegendo-o da foto-oxidação; porém, quando em contato com a luz, elas atuam como pró-oxidantes (CECHI, 2019).

Em frutos maduros, predominam as xantofilas e os carotenos, que de acordo com a quantidade, influencia a intensidade da cor amarelada. Assim, as variações de cor do azeite acontecem naturalmente dependendo do conteúdo de pigmentos presentes na matéria prima. Apesar do amarelo esverdeado ser a cor de preferência devido à ação antioxidante, o azeite pode variar sua coloração de acordo com o tipo do fruto bem como sua maturação.

Inicialmente, devido os frutos não estarem ainda maduros, a presença de clorofila e carotenoides os deixam mais esverdeados a amarelados; com o decorrer do amadurecimento, mudam de cor e, dependendo do tipo da oliva, também podem se tornar violáceos, avermelhados a negros, quando em maior concentração de antocianinas (BARRANCO, 2008)

Demais fatores podem interferir na coloração como: herança genética da variedade de oliveira, nível de maturação dos frutos, solo, tipo e local de cultivo e

produção, escolha do processo utilizado para obtenção do óleo e até mesmo o modo de armazenamento do produto e sua estocagem. Esses fatores indicam que a coloração pode ser uma forma de avaliação da qualidade, mesmo sem existir limites estabelecidos para o azeite de oliva extravirgem (BOHM, 2013).

Embora não comprove a fraude, a avaliação dos compostos responsáveis pela determinação da cor do azeite de oliva extravirgem também pode contribuir como indicativo de adulterações por mistura com outros óleos vegetais. Um estudo realizado pela Rede Neural Artificial (ANN - Artificial neural network) verificou que a clorofila e carotenoides atuaram como impressões digitais para o azeite de oliva, permitindo distingui-lo do óleo de girassol, fator efetivo para detectar esse tipo de fraude (HOMMA, 2019).

Neste estudo, a coloração dos azeites apresentou grande variação, predominando a cores mais escuras que variaram entre amarelo esverdeado e amarelo. Segundo Bohm (2013), os frutos verdes, sendo mais frutados e contendo elevado teor de antioxidantes, dão origem a azeites de oliva de melhor qualidade de acordo com referências a parâmetros físico-químicos e sensoriais.

Embora a cor auxilie no processo para verificação de fraudes, ela deve ser avaliada juntamente com outros parâmetros de qualidade. Neste estudo, amostras com coloração mais clara, representadas pela cor amarelo (S, B, E2 e O2) e amarelo claro (L), apresentaram variações em se tratando de sua qualidade físico-química; enquanto as amostras S e B (mais escuras que as demais) apresentaram não conformidade em todos os parâmetros analisados, as amostras E2, O2 e L apresentaram conformidade na maioria dos parâmetros avaliados, apresentando alterações em 1, 2 e 3 parâmetros, respectivamente (tabelas 5 e 7). Logo, não foi percebida associação entre a cor mais clara e uma menor estabilidade oxidativa dos azeites. Essa relação reflete a necessidade de análises adicionais para confirmação da fraude, conforme discutido por Conte e colaboradores (2020), que apresentaram as limitações dos métodos padrões regulatórios existentes e propuseram métodos adicionais para salvaguardar o consumidor e garantir a qualidade dos produtos pela detecção de adulterações. A verificação da composição de ácidos graxos e esteróis do azeite, além do teor de estigmastadienos e ceras, por exemplo, é fundamental para confirmação de fraude.

7 CONCLUSÃO

Todos os azeites de oliva extravirgem analisados se encontraram em não conformidade com os padrões regulatórios vigentes. A maioria dos azeites analisados apresentou comprometimento em sua estabilidade oxidativa, com exceção de apenas uma marca comercial. A maioria dos produtos apresentou conformidade em se tratando da rotulagem e apenas azeites de oliva extravirgem de duas marcas distintas não estavam acondicionados adequadamente.

Portanto, os resultados desse estudo indicam possibilidade de adulterações nos óleos, embora análises complementares sejam necessárias para a confirmação de fraude e garantia da qualidade sensorial, nutricional, toxicológica e físico-química do produto ofertado ao consumidor, também é preciso que o processo de fiscalização seja mais rigoroso a fim de evitar que produtos de baixa qualidade sejam ofertados ao consumidor.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, C. A. N.; FILHO, D. R.; MELLO, E. D.; MELZ, G.; ALMEIDA; A. C. F. Azeite de Oliva e suas propriedades em preparações quentes: revisão da literatura Olive Oil and its properties in hot preparations: literature review. **Internacional Journal of Nutrology**, 2015.

ALMEIDA, C. A. N.; **Mapeamento do Cultivo da Oliveira no Estado do Rio Grande do Sul**. 2018. Defesa de trabalho de conclusão de curso – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2018.

ANGEROSA, F. et al. **Volatiles compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality**. *Journal of Chromatography A*, Amsterdam, v. 1054, 17– 31, 2004.

ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Ministério da Saúde. Resolução de Diretoria Colegiada – **RDC Nº. 270**, de 22 de Setembro de 2005. Disponível em: https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0270_22_09_2005.html > Acesso em: 22 junho de 2022.

ARAÚJO, J.; M.; A.; **Química de alimentos: teoria e prática**. 4. ed. atual. ampl. Viçosa: UFV, 2009.

ASAE; **Autoridade de Segurança Alimentar e Económica (ASAE) (2017)**. ASAE apreende cerca 1 900 litros de azeite falsificado [Em linha]. Disponível na: <http://www.asae.gov.pt/ficheiros-externos-comunicados-2017/asae-apreende-cerca-1-900-litros-de-azeite-falsificado.aspx> Acessado em 10 de julho de 2022.

ASAE; **Autoridade de Segurança Alimentar e Económica (ASAE) (2018a)**. Azeite falsificado. [Em linha]. Disponível na: <https://www.asae.gov.pt/noticias-comunicados-de-imprensa/asae-apreende-azeite-falsificado-operacao--oleo-de-ouro-1.aspx> Acessado em: 10 de julho de 2022.

AYTON, J.; MAILER, R.J.; GRAHAM, K. The Effect of Storage Conditions on Extra Virgin Olive Oil Quality; Rural Industries Research and Development Corporation RIRDC: Barton, Australia, 2012.

BARRANCO; D.; FERNANDEZ-ESCOBAR; R.; R.; **El cultivo Del olivo**. 6. ed. Madrid: Mundiprensa, 2008.

BENITEZ-SÁNCHEZ, PL.; LEÓN-CAMACHO, M.; APARICIO, R. A comprehensive study of hazelnut oil composition with comparisons to other vegetable oils, particularly olive oil *Eur Food Technol*, v. 218, p. 13-19, 2003.

BERTONCINI, E. APTA Pólo Centro Sul. Cultivo de oliveira em condições subtropicais. Desafios para a produção nacional de azeite. **Expo azeite**. encontro sobre plantio de oliveira como agronegócio no brasil e no mundo, 1., 2010, São Paulo. Palestra. São Paulo, 2010.

BERTONCINI, E. I. & TESTA, U. (2014). Análise sensorial de azeites de oliva. Informe Agropecuário, p. 35(282),58-65. 2014.

BOHM, J., O grande livro da olivicultura e do azeite Portugal oleícola. In: **Dinalivro** editora, Lisboa. Pinheiro, A. C.; Cordeiro, A. M.; Barroso, J. M.B. (Eds.) As variedades de oliveiras; 5, 2013 p. 174-221.

BOTTI, L. C. M. Propriedades de barreira em sistemas de embalagem para Azeite de Oliva. 2014. 96 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP, 2014.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA. **Resolução nº 270**, de 22 de setembro de 2005. Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade de Óleos e Gorduras Vegetais. Diário Oficial [da] União, Brasília, DF,. 2005.

BRASIL. 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. Diário Oficial [da] União, Brasília, Acesso em: 01 de maio 2022.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). **Resolução-RDC nº 429**, de 08 de outubro de 2020. Dispõe sobre a rotulagem nutricional dos alimentos embalados. Diário Oficial da União. 09 out. 2020(a).

CAIPO, L.; SANDOVAL, A.; SEPÚLVEDA, B.; FUENTES, E.; VALENZUELA, R.; METHEREL, A.; ROMERO, N. Effect of storage conditions on the quality of Arbequina Extra Virgin Olive Oil and the Impact on the Composition of Flavor-Related Compounds (**Phenols and Volatiles**), 2021. Disponível em: https://pdfs.semanticscholar.org/424b/43b942a23cd834c74c4471020790e433ea72.pdf?_ga=2.5734068.609859517.1658913478-1285347634.1656874051 Acesso em 26 de julho de 2022.

CANELA, M.R.; GONZALEZ, M.A.M. **Olive oil in the primary prevention of cardiovascular disease**. Maturitas, v.68, n.3, p.245-250, 2011. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/periodicos/capes.gov.br/pubmed/21216542>>. Acesso em: 15 DE JULHO DE 2022.

CARDOSO, L. G. V.. Características físico-químicas e perfil de ácidos graxos de azeites obtidos de diferentes variedades de oliveiras introduzidas no Sul de Minas Gerais. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 31, n. 1, p. 127 – 136, 2010.

CARRASCO-PANCORBO et al. Evaluation of the antioxidant capacity of individual phenolic compounds in virgin olive oil. J Agric Food Chem, [S.l.], v. 16, n. 23, p. 8918-8925, 2005.

CASADEI, E.; TOSCHI, T. G.; Emerging trends in olive oil fraud and possible countermeasures. 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956713521000402#!> Acessado em 26 de julho de 2022.

CECCHI, H., M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. 2. ed. Campinas, SP: UNICAMP, 2003. 207 p.

CECCHI, L.; MIGLIORINI, M.; GIAMBANELLI, E.; ROSSETTI, A.; CANEE, A.; MULINACCI, N. New volatile molecular markers of rancidity in virgin olive oils under nonaccelerated oxidative storage conditions. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, n. 67, p. 13150-13163, 2019.

CODEX ALIMENTARIUS-OLIVE OIL- Volume 8 – 2001. Disponível em: <<https://img.21food.cn/img/biaozhun/20100729/180/11294201.pdf>> Acessado em 01 de junho de 2022.

CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION. Codex standard for olive oil, virgin and refined, and for refined olive - pomace oil: CODEX STAN 33-1981 (rev. 2-2003). Roma: FAO/WHO, 2001. ver. 2. Disponível em: www.fao.org/input/download/standards/17/CXS_193e_2015.pdf. 22 de junho de 2022.

COI. **Conselho Oleícola Internacional**. Sensory Analysis of olive oil – Method for the assessment of virgin olive oil. 2015. <https://www.ibraoliva.com.br/> Acessado em: 19 de julho de 2022.

CONTE, L.; TOSCHI, T. G.; Olive oil quality and authenticity: A review of current EU legislation, Standards, relevant methods and analyses, their drawbacks and recommendations for the future. 2020. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924224418302085#!>> Acessado em: 26 de julho de 2022.

CONTE, F. A.; FRANZ, L. B. B.; BUSNELLO, M. B. Azeite de oliva extravirgem e espessura íntima-média carotídea: uma revisão integrativa. **RBONE-Revista Brasileira De Obesidade, Nutrição E Emagrecimento**, v. 12, n. 72, p. 456-465, 2018.

COSTA J., MAFRA I.; OLIVEIRA M.B.P.P.(2014). Marcadores de ADN para a autenticação de azeites. **ASAE. Riscos e Alimentos** n.º 7. Disponível em: <http://www.asae.gov.pt/ficheiros-externos-newsletter/riscos-e-alimentos-n-7-junho-2014.aspx> Acessado em: 10 de julho de 2022.

COSTA, P. R. Caracterização físico-química e análise da qualidade sensorial de azeites de oliva extravirgem brasileiros. Dissertação de mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Universidade Federal do Ceará. 86 páginas. 2017.

COUTINHO, E. F. A cultura da oliveira. Pelotas: Embrapa Clima Temperado, 2007. 143 p.

COVAS, M. I. **Olive oil and the cardiovascular system**. *COVAS Pharmacol. Res.*, v. 55, n. 3, p. 175-186, 2007.

DOMENICO, T.; e colaboradores. Analytical Evaluation and Antioxidant Properties of Some Secondary Metabolites in Northern Italian Mono- and Multi-Varietal Extra Virgin

Olive Oils (EVOOs) from Early and Late Harvested Olives. **International Journal of Molecular Sciences**. Vol. 18. Núm. 4. p. 797. 2017.

DUTRA LB, DUARTE MS, SOUZA EC. Tendency of the olive oil consumers profile. *Rev Inst Adolfo Lutz*. 2013; 72(4):322- 6.

FIDAPA. Federazione Italiana DonneArtiProfessionioniAffari. 2011.

GILA, A., JIMÉNEZ, A., BELTRÁN, G. e ROMERO, A. Correlation of fatty acid composition of virgin olive oil with thermal and physical properties. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 116, 2014.

HOMMA, V. K. Adulteração em azeite de Oliva: uma visão metodológica. Curso de Especialização Vigilância Laboratorial em Saúde Pública. São Paulo. 2019

IAL. **INSTITUTO ADOLFO LUTZ**. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análises de alimentos. 4ª ed. (1ª Edição digital), 2008. Disponível em: <<https://wp.ufpel.edu.br/nutricaoobromatologia/files/2013/07/NormasADOLFOLUTZ.pdf>> Acesso em: 15 de julho de 2022.

INMETRO. Análise da qualidade de azeites comercializados no Brasil. São Paulo, 2000. Disponível em: <<http://www.inmetro.gov.br/consumidor/produtos/azeite.asp>> Acesso em: 09 de julho de 2022.

INMETRO. **Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia** - Relatório de Análise de Azeite de Oliva Extravirgem. dez., 2015. Disponível em: [inmetro.gov.br/consumidor/produtos/azeite-de-oliva-extravirgem.pdf](http://www.inmetro.gov.br/consumidor/produtos/azeite-de-oliva-extravirgem.pdf)>. Acesso em: 20 de maio de 2022.

JORGE, R.O. Caracterização de azeites virgem extra “Gourmet” varietais e “Blends” comercializados no mercado Rio Grande do Sul. Embrapa Clima Temperado – Teses e Dissertações. 2010. Disponível em: <http://www.alice.cnptia.embrapa.br/handle/doc/875207>. Acesso em: 19 de maio de 2022.

LARDINI, V. Avaliação da estabilidade térmica do azeite de oliva e outros parâmetros físico-químicos. Passo Fundo, 2012.

LANZA, B.; NINFALI, P. Antioxidants in Extra Virgin Olive Oil and Table Olives: Connections between Agriculture and Processing for Health Choices. *Antioxidants* 2020, 9, 41. <https://doi.org/10.3390/antiox9010041> Acesso em: 20 de julho de 2022.

MARQUES, C. J. S. Análise **comparativa de azeites virgem extra de vários DOP**: caracterização reológica, físico-química e cromatográfica. 2015. 153 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Farmácia, Departamento de Ciências Toxicológicas e Bromatológicas, Universidade de Lisboa, Lisboa, 2015. Disponível em: http://repositorio.ul.pt/bitstream/10451/24969/1/TM_Claudia_Marques.pdf. Acessado em: 10 de junho de 2022.

MENDES, T. O., DA ROCHA, R. A., PORTO, B. L., DE OLIVEIRA, M. A., DOS ANJOS, V. D. C., & BELL, M. J. Quantification of extra-virgin olive oil adulteration with soybean oil: a comparative study of NIR, MIR, and Raman spectroscopy associated with chemometric approaches. **Food Analytical Methods**, v. 8, n. 9, p. 2339-2346, 2015.

MÉNDEZ, A.I.; FALQUE, E. (2007) Effect of Storage Time and Container Type on the Quality of Extra Virgin Olive Oil. *Food Control*, 18, 521-529. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2005.12.012> Acesso em: 20 de julho de 2022.

MELLO, L. D.; PINHEIRO, M. F. Aspectos físico-químicos de azeites de oliva e de folhas de oliveira proveniente de cultivares do RS, Brasil. **Alimentos e Nutrição**, v. 23, n. 4, p. 537-548, 2012.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO – **MAPA** - Instrução Normativa nº 1, de 30 de Janeiro de 2012.

MOORE, J.C.; LIPP, M; SPINK, J. Development and Application of a Data base of Food Ingredient Fraud and Economically Motivated Adulteration from 1980 to 2010. **Journal of food Science**: 2012.

MORETTO, E. FETT, R. Óleos e Gorduras Vegetais: Processamento e Análises. 2a. ed. Editora da UFSC, 1998.

MOYANO, M. J., HEREDIA, F. J.; MARTÍNEZ, A. J. M., The Color of olive oils: The Pigments and Their Likely Health Benefits and Visual and Instrumental Methods of Analysis. 2010. Disponível em: <https://ift.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1541-4337.2010.00109.x> Acessado em: 26 de junho de 2022,

NINFALI, P., ALUIGI, G., BACCHIOCCA, M., MAGNANI, M. (2001). Antioxidant capacity of extra-virgin olive oils. *Journal American Oil Chemists' Society*, 78, 243- 247. 2001.

OSAWA, C. C. Titulação potenciométrica aplicada na determinação de ácidos graxos livres de óleos e gorduras comestíveis. *Química nova*, 2006.

FNZIFST, L. M.; **Oils, fats and update**. April, 2022. Disponível em: <https://www.oilsfats.org.nz/oils-and-fats-update-laurence-eyres-fnzifst-april-2022/> Acessado em: 19 de julho de 2022.

OLIVOTECA. Conhecer. [2017]. Disponível em: . Acesso em: 15 maio de 2022.

OSAWA, C. C. Titulação potenciométrica aplicada na determinação de ácidos graxos livres de óleos e gorduras comestíveis. **Química Nova**, v. 29, n. 3, p. 593-599, 2006.

PEIXOTO, E. R. M.; SANTANA, D. M. N.; ABRANTES, S. Avaliação dos índices de identidade e qualidade do azeite de oliva: Proposta para atualização da legislação brasileira. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 18, n. 4, p. 444-452, 1998.

PERKINELMER., P., **Olive Oil Reference Book**. 2012. Disponível em: http://www.perkinelmer.com/PDFs/downloads/APP_Olive_Oil_Reference_Book.pdf
Consultado em: 15 de junho de 2022.

PINHEIRO, D., M. ; PORTO, K. R. ; MENEZES, M. E. S. A química dos alimentos: carboidratos, lipídios, proteínas e minerais. Conversando sobre ciências em Alagoas. Maceió: EDUFAL, 2005.

PRISTOURI, G.; KONTOMINAS, M. G.; Effect of packaging material headspace, oxygen and light transmission, temperature and storage time on quality characteristics of extra virgen olive oil. 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0956713509001959#!>
Acessado em: 25 de julho de 2022.

PISCOPO, A.; POIANA, M.; Packaging and Storage of Olive Oil. 2012. Disponível em: <https://www.intechopen.com/chapters/41345> Acessado em: 26 de junho de 2022.

RAMALHO, H.F.; SUAREZ, P.A.Z. A química dos óleos e gorduras e seus processos de extração e refino. Brasília: **Revista** virtual de química, 2013.

RIOS, H. C. S; PEREIRA, I. R. O; ABREU, E. S. Avaliação da oxidação de óleos, gorduras e azeites comestíveis em processo de fritura. **Revista Ciência & Saúde**, Porto Alegre, v. 6, n. 2, p. 118-126, mai./ago. 2013.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de alimentos**. 2º edição. Instituto Mauá de Tecnologia, São Paulo: Editora BLUCHER, 2007.

RICHARD S. LEWIS, Hawley's Condensed Chemical Dictionary, Van Nostrand Reinhold, New York, 10th ed., 1993.

ROBBERS, J. E.; SPEEDIE, M. K.; TYLER, V. E. Farmacognosia e farmacobiotechnologia. São Paulo: Editorial Premier, 1997. 372 p.

PIMENTEL, S. A.; TAKEMOTO, E.; MINAZZIRODRIGUES, R. S.; BADOLATO, E. S. G. Azeite de oliva: incidência de adulterações entre os anos de 1993 a 2000. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 61, n. 2, p. 69-75, 2002.

PIMENTEL, S. A.; Determinação da diferença entre o valor real e o teórico do triglicerídeo ECN 42 para a detecção de adulteração em azeites de oliva comercializados no Brasil. **Quim. Nova**, Vol. 31, No. 1, 31-34, 2008 – São Paulo.

SANTOS, F. C. . Ômega-3 versus Doenças Cardiovasculares. 2015.

SANIBAL, E.A.A. e MANCINI-FILHO, J., Alterações físicas, químicas e nutricionais de óleos submetidos ao processo de fritura. **Food Ingred.** South Am. 2002. cap. 18, p. 48-54.

SCHERER, R.; BÖCKEL, W. J. Avaliação dos teores de ácidos graxos presentes em azeites de oliva extravirgem comercializados no Vale do Taquari. *Revista Destaques Acadêmicos*, v. 10, n. 4, 2018.

SCÓFANO, M. A Oliveira, o azeite e a saúde. *Ângulo*, n. 133, 2014.

SILVA, S. F. Estabilidade de azeite de oliva extravirgem (*Olea europaea*) em diferentes sistemas de embalagem. 2011. 140 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – São Paulo, 2011.

SILVA, L. F. O. Variação na qualidade do azeite em cultivares de oliveira. *Bragantia*, v. 71, p. 202-209, 2012.

SOUZA, T. F. M. Efeito da luz na degradação de azeite em diferentes embalagens. 2017. 46 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2017.

SZPIZ, R. R.; PEREIRA, D. A.; JABLONKA, F. H. Avaliação de óleos comestíveis comercializados no Rio de Janeiro. Rio de Janeiro: EMBRAPA-CTAA, 1985. 11 p. (EMBRAPA. Boletim de Pesquisa, n. 13).

TIBOLA, C. S.; SILVA, S. A.; DOSSA, A. A.; PATRÍCIO, D. A.; Economically Motivated Food Fraud and Adulteration in Brazil: Incidents and Alternatives to Minimize Occurrence. 2018. Disponível em: <https://ift.onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1111/1750-3841.14279?src=getfr>
Acessado em: 26 de junho de 2022.

UNIRIO. Setor de Alimentação e Nutrição/ Pró-Reitoria de Assuntos Estudantis/ UNIRIO. Boletim nº11. julho/2020.

VILLALTA, L. Obtención del aceite de oliva virgen – 2ª Edición, Editorial Agrícola Española, S.A.. Madrid., 1999.

VOGNILD, E.; ELVEVOLL, E. O.; BROX, J.; OLSEN, R. L.; BARSTAD, H.; AURSAND, M.; OSTERUD, B. Effect of Dietary Marine Oils and Olive Oil on Fatty Acid Composition, Platelet Membrane Fluidity, Platelet Responses, and Serum Lipids in Healthy Humans. *Lipids*, Germany, v. 33, n. 4, p. 427-436, 1998.

VOSSSEN, Paul. Olive Oil: History, Production, and Characteristics of the World's Classic Oils. *Hortscience*, [S.l.], v. 42, p. 1093 – 1100, 2007.

ZAMORA ARDOY, M. A.; BANEZ SANCHEZ, F.; BANEZ SANCHEZ, C.; ALAMINOS GARCIA, P. **Aceite de oliva**: influencia y beneficios sobre algunas patologías. *An. Med. Interna (Madrid)*. [S.L.], vol. 21, n. 3, p. 50-54. 2004.

ZOUBI, J. A.; Brazil Reveals Widespread Olive Oil Fraud. **Revista Olive Oil Times**. April, 2017. Disponível em: <https://www.oliveoiltimes.com/business/brazil-reveals-widespread-olive-oil-fraud/56395> Acessado em: 18 de julho de 2022.