



Instituto Politécnico
de Castelo Branco
Escola Superior
Agrária

Caracterização Química e Sensorial de Azeites de Montanha

Beatriz Filipa Isaías da Conceição

Orientador

Maria de Fátima Pratas Peres

Dissertação apresentada à Escola Superior Agrária de Castelo Branco do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Inovação e Qualidade na Produção Alimentar, realizada sob a orientação científica da Professora Adjunta Maria de Fátima Pratas Peres, do Instituto Politécnico de Castelo Branco.

Janeiro 2020

Dedicatória

Dedico este trabalho ao meu tio e ao meu avô.

Agradecimentos

À minha orientadora, Professora Doutora Maria de Fátima Pratas Peres pela transmissão de conhecimentos, disponibilidade e empenho.

Às técnicas do Laboratório de Tecnologia Alimentar da ESACB, Engenheira Maria da Conceição Vitorino e Engenheira Cecília Gouveia pelo apoio prestado ao longo de toda a componente prática do trabalho.

À Catarina Lourenço, parceira do Projeto de Promoção e Valorização de Azeites de Montanha pelo apoio prestado na identificação das amostras.

Ao Projeto de Promoção e Valorização de Azeites de Montanha por me ter possibilitado a realização deste trabalho.

Tendo a consciência que sozinha nada disto teria sido possível, dirijo um agradecimento especial à minha mãe, à minha irmã, à minha avó, ao meu namorado e restante família, por serem modelos de coragem, pelo apoio incondicional, incentivo, amizade e paciência demonstrados e total ajuda na superação dos obstáculos que ao longo desta caminhada foram surgindo.

E, claro, à minha prima Raquel.

Trabalho financiado pelo projeto “Promoção e Valorização de Azeites de Montanha”, (CENTRO-01-0246-FEDER-000004 / 6756)

Resumo

Devido às condições edafo-climáticas do território e à presença de diversas cultivares autóctones, o azeite virgem produzido na Região correspondente à Comunidade Intermunicipal das Beiras e Serra da Estrela (CIMBSE) pode vir a beneficiar de uma marca “Azeites de Montanha”. Neste sentido, importa caracterizar a qualidade potencial destes azeites, de forma a promover a sua diferenciação química e sensorial. O presente trabalho tem como objetivo caracterizar 63 azeites monovarietais extraídos de azeitonas produzidas na CIMBSE, a partir das cultivares ‘Bical’, ‘Borrenta’, ‘Carrasquenha’, ‘Carrasquinha’, ‘Cobrançosa’, ‘Cordovil’, ‘Cornicabra’, ‘Galega Vulgar’, ‘Madural’, ‘Moral’, ‘Negrinha’, ‘Passareira’, ‘Redondal’ e ‘Verdeal’. As azeitonas foram colhidas em novembro de 2018, com índices de maturação entre 0,69 e 6,46. A extração do azeite foi realizada em sistema Abencor e os azeites foram avaliados quanto à acidez, índice de peróxido, K_{232} , K_{270} e ácidos gordos maioritários, por espectroscopia de infravermelho. Os fenóis totais foram determinados pelo método Folin-Ciocalteu, a estabilidade oxidativa por Rancimat, os tocoferóis por HPLC-NP, o hidroxitrosol e tirosol por HPLC-RP. A caracterização sensorial foi realizada por análise quantitativa descritiva dos atributos positivos. Os resultados obtidos mostram que os azeites monovarietais estão conforme a categoria de “Azeite virgem extra”, apresentando todos acidez $<0,4\%$. Os teores em tocoferóis (maioritariamente alfa-tocoferol) estão entre 174 e 399 mg kg^{-1} . Os azeites da cultivar ‘Negrinha’ apresentaram altos teores em ácidos gordos monoinsaturados ($C_{18:1} > 80\%$) e em fenóis totais (> 500 mg GAE kg^{-1}). O azeite ‘Cornicabra’ apresentou o maior teor em ácidos gordos polinsaturados e, conseqüentemente, a menor estabilidade oxidativa, embora com alto teor em fenóis totais (> 700 mg GAE kg^{-1}). O azeite das cultivares ‘Carrasquinha’ e ‘Negrinha’ foram os que exibiram a maior complexidade a nível sensorial. Os resultados obtidos são uma boa contribuição para promover a diferenciação dos “Azeites de Montanha”.

Palavras chave

Ácidos gordos, critérios de qualidade, fenóis, hidroxitrosol e tirosol

Abstract

Due to the soil-climatic conditions as well as to the presence of several autochthonous cultivars, virgin olive oils produced in “Beiras and Serra da Estrela” Region (CIMBSE) can profit with the name “Mountain Olive Oils”. Thus, it is important to characterize the potential quality of those olive oils in order to promote the chemical and sensory differentiation. The present study aim to characterize 63 monovariety olive oils extracted from olives produced in different locals of CIMBSE from ‘Bical’, ‘Borrenta’, ‘Carrasquenha’, ‘Carrasquinha’, ‘Cobrançosa’, ‘Cordovil’, ‘Cornicabra’, ‘Galega Vulgar’, ‘Madural’, ‘Moral’, ‘Negrinha’, ‘Passareira’, ‘Redondal’ and ‘Verdeal’ cultivars. The olives were picked in november, 2018, with ripening indices between 0.69-6.46. Olive oil extraction was performed in Abencor system and the oils were evaluated by NIR for acidity, peroxide value, K_{232} , K_{270} and fatty acids. Total phenols were determined by Folin-Ciocalteu method, oxidative stability by Rancimat, tocopherols by HPLC-NP and hydroxytyrosol and tyrosol by HPLC-RP. Sensory characterization was performed by quantitative descriptive analysis of positive attributes. The results of quality criteria showed that all the oils are in accordance to “Extra virgin olive oil” category, showing very low acidity content (<0.4%). Tocopherols (mostly alpha-tocopherol) presented values between 174 and 399 mg kg⁻¹. Olive oils obtained from ‘Negrinha’ cultivar presented high monounsaturated fatty acids (C18:1 > 80%) as well as high total phenol content (> 700 mg GAE kg⁻¹). Cornicabra olive oils had the highest contents in polyunsaturated fatty acids and consequently the lower oxidative stability, although with high total phenol content (> 500 mg GAE kg⁻¹). Carrasquinha and Negrinha olive oils were the ones with higher sensory complexity. The results obtained are a good contribution for promoting the differentiation of “mountain olive oils”.

Keywords

Fatty acids, hydroxytyrosol and tyrosol, phenols, quality criteria.

Índice geral

1. Introdução	1
2. Caracterização da Região Olivícola das Beiras e Serra da Estrela	2
3. Caracterização das cultivares de oliveiras da Região na CIMBSE.....	8
4. Composição química do azeite virgem.....	10
4.1. Compostos maioritários	10
4.1.1. Acilgliceróis.....	10
4.1.2. Ácidos gordos	11
4.2. Compostos minoritários.....	12
4.2.1. Esteróis.....	12
4.2.2. Hidrocarbonetos.....	13
4.2.3. Ceras	13
4.2.4. Fenóis hidrofílicos.....	13
4.2.5. Fenóis lipofílicos.....	15
4.2.6. Compostos voláteis.....	16
4.2.7. Pigmentos	16
5. Caracterização química e sensorial de azeite virgem	17
5.1. Critérios de qualidade	17
5.2. Critérios de pureza.....	20
6. Material e Métodos	22
6.1. Material.....	22
6.2. Métodos	23
6.2.1. Extração do Azeite em equipamento Abencor	23
6.2.2. Caracterização dos frutos.....	23
6.2.2.1. Índice de maturação.....	24
6.2.2.2. Gordura e humidade	24
6.2.2.3. Índice de extratibilidade	25
6.2.3. Caracterização do Azeite.....	25
6.2.3.1. Acidez, índice de peróxido, K270, K232 e ácidos gordos.....	26
6.2.3.2. Fenóis totais.....	27
6.2.3.3. Análise sensorial	28
6.2.3.4. Hidroxitirosol e tirosol.....	28

6.2.3.5.Tocoferóis	28
6.2.3.6.Pigmentos clorofilinos	29
6.2.3.7.Estabilidade oxidativa.....	29
7.Resultados e discussão	30
7.1.Caracterização dos frutos	30
7.2.Caracterização dos azeites	31
7.2.1. Critérios da qualidade.....	31
7.2.2. Ácidos gordos.....	34
7.2.3. Tocoferóis totais.....	36
7.2.4. Fenóis totais.....	38
7.2.5. Pigmentos clorofilinos.....	33
7.2.6. Análise sensorial.....	41
7.2.7. Hidroxitirosol e tirosol	39
7.2.8. Estabilidade oxidativa.....	40
8.Conclusões	44
Referências Bibliográficas.....	45

Índice de figuras

Figura 1. Tipos de lagares de azeite na Região da CIMBSE em 2018.....	6
Figura 2. Áreas geográficas dos Azeites DOP existentes em Portugal.....	7
Figura 3. Mapa da Região CIMBSE com as respetivas amostras em estudo	22
Figura 4. Composição média em ácidos gordos maioritários (%) dos azeites monovarietais	34
Figura 5. Projeção das amostras (A) e dos coeficientes de correlação das variáveis iniciais (B) no plano definido pelas componentes principais 1 e 2.....	35
Figura 6. Tocoferóis totais dos azeites monovarietais.....	37
Figura 7. Fenóis totais dos azeites monovarietais	38
Figura 8. Teor médio de hidroxitirosol e tirosol (mg kg^{-1}).....	39
Figura 9. Estabilidade oxidativa dos azeites monovarietais vs. índice de maturação	40
Figura 10. Perfis sensoriais das sensações olfato-gustativas dos azeites monovarietais	42

Lista de tabelas

Tabela 1. Produção de azeitona (t) em de Portugal por região, 2016-2018.....	2
Tabela 2. Área de plantação (ha) de oliveiras para azeitona de mesa e para azeite plantadas entre 2015 e 2017 em Portugal.....	3
Tabela 3. Produção de azeitona (t) para azeitona de mesa para azeite, entre 2016 e 2018 em Portugal.....	3
Tabela 4. Produção de azeitona (t) por local de proveniência da azeitona, 2016-2018	4
Tabela 5. Nº de lagares de azeite por localização geográfica em Portugal (2015-2018)	4
Tabela 6. Nº de lagares e sistemas de extração de Azeite existentes na Região das Beiras e Serra da Estrela (2016-2018).....	5
Tabela 7. Características dos Azeites DOP da Beira Alta e Baixa.....	7
Tabela 8. Descrição agronómica das cultivares mais comuns na Região CIMBSE	9
Tabela 9. Triacilgliceróis maioritários no azeite (%).....	11
Tabela 10. Ácidos gordos do Azeite Virgem, grau de insaturação e respetivos limites	11
Tabela 11. Teores médios de esteróis (mg kg ⁻¹) e de eritrodiol + uvaol em diferentes categorias de AV e de óleo alimentar.....	13
Tabela 12. Alguns compostos fenólicos identificados no azeite.....	14
Tabela 13. Teores médios de tocoferóis em azeites monovarietais portugueses (mg kg ⁻¹)	15
Tabela 14. Critérios da qualidade das várias categorias de Azeite	17
Tabela 15. Atributos negativos (defeitos) e positivos mais comuns do azeite e sua descrição.....	19
Tabela 16. Critérios de pureza das várias categorias de Azeite	20
Tabela 17. Métodos de análise utilizados para a caracterização da azeitona	23
Tabela 18. Classes do índice de maturação.....	24
Tabela 19. Intervalos de calibração dos modelos de calibração B-Olive paste	25
Tabela 20 . Resumo dos métodos de análise utilizados para a caracterização do azeite	25
Tabela 21. Intervalos de calibração dos modelos de calibração B-Olive oil	26
Tabela 22. Caracterização do índice de maturação, humidade, gordura na matéria seca (GMS), rendimento Abencor e índice de extratabilidade por cultivar (máximo e mínimo).....	30
Tabela 23. Acidez, IP e absorvâncias no ultravioleta dos azeites monovarietais (média±DP)	32
Tabela 24. Teor médio, máximo e mínimo de pigmentos clorofilinos dos azeites monovarietais (mg de feofitina/ g de azeite)	33

1. Introdução

O azeite virgem é o óleo obtido do fruto da oliveira (*Olea europaea* L.) unicamente por meios mecânicos ou outros meios físicos, sob condições controladas, que não levam à sua alteração; os únicos tratamentos a que é sujeito, são a lavagem do fruto, decantação, centrifugação e filtração (COI, 2015).

O azeite destinado para o consumo humano está agrupado em três categorias: Azeite Virgem Extra, Azeite Virgem e Azeite. No Regulamento Europeu Nº 1348/2013 estão enumeradas e descritas as características das várias classes de azeites e dos óleos de bagaço de azeitona, bem como os métodos de análise relacionados, e respetivas alterações.

Ao longo dos anos o azeite tem tido um papel cada vez mais importante na dieta mediterrânea, apresentando vários benefícios para a saúde devido à sua composição química. O azeite distingue-se dos outros óleos comestíveis pelo seu perfil em ácidos gordos, caracterizado por ser rico em ácido oleico, e pelos antioxidantes naturais, nomeadamente, fenóis hidrofílicos e lipofílicos (Servili, 2014). Dos benefícios do azeite na saúde podemos referir os seguintes: ajuda a reduzir a taxa de colesterol total, diminuindo assim o risco de enfarte, protege o sistema digestivo e regula o trânsito intestinal, previne vários tipos de cancro devido às suas propriedades antioxidantes e diminui a agregação das plaquetas sanguíneas, reduzindo o risco de trombose (Boskou, 2009).

A qualidade do azeite pode ser influenciada por vários fatores, nomeadamente, o clima, o solo, a latitude, a cultivar, o estado de maturação da azeitona, o método de colheita, o tempo do transporte para o lagar até ao seu processamento; por seu turno, as temperaturas durante a extração, a tecnologia e o armazenamento podem também influenciar as características do produto final (Salvador et al., 2001; Toschi et al., 2004; Yousfi et al., 2006; Nieto et al., 2010; Youssef et al., 2010).

O projeto “Promoção e Valorização de Azeites de Montanha” foi desenvolvido pelo Instituto Politécnico de Castelo Branco (IPCB) e Instituto Politécnico da Guarda (IPG), teve como principal objetivo incrementar a transferência do conhecimento científico e tecnológico para o setor empresarial da fileira dos “Azeites de Montanha”, dando visibilidade a um território cujas condicionantes ambientais, sociais e económicas o classificam como “território desfavorecido”. Neste sentido, pretendeu-se contribuir para a melhoria dos fatores críticos de competitividade, através da investigação e da inovação, realizando a caracterização química e sensorial dos “Azeites de Montanha”. (PVAM, 2019).

Assim, no âmbito deste projeto desenvolveu-se o presente trabalho, cujo principal objetivo foi estudar a qualidade potencial dos azeites produzidos na Região Comunidade Intermunicipal das Beiras e Serra da Estrela (CIMBSE).

2. Caracterização da Região Olivícola das Beiras e Serra da Estrela

A sub-região Beiras e Serra da Estrela (NUT III) situa-se no interior da Região Centro (NUT II), junto à fronteira com Espanha, apresentando como limites a norte a sub-região do Douro, a noroeste Viseu e Dão Lafões, a sudoeste a Região de Coimbra e a sul a sub-região da Beira Baixa. É constituída pelos concelhos de Almeida, Belmonte, Celorico da Beira, Covilhã, Figueira de Castelo Rodrigo, Fornos de Algodres, Fundão, Gouveia, Guarda, Manteigas, Mêda, Pinhel, Sabugal, Seia e Trancoso, que representam uma superfície territorial de 6.305 km², correspondendo a 22 % do território da Região Centro.

A agricultura, com uma população agrícola muito significativa, é ainda hoje uma atividade que mantém grande importância na sub-região das Beiras e Serra da Estrela, sendo desenvolvida, sobretudo, como complemento de outras atividades principais (AGRILOGIS, 2014).

A oliveira é uma cultura que está presente por todo o país, tanto para produção de azeite como para produção de azeitona de mesa. Fazendo uma abordagem primeiro a nível nacional. Na Tabela 1 apresenta-se a produção nacional de azeitona compreendida no espaço temporal de 2016 a 2018. Sendo possível verificar algumas variações na quantidade de azeitona produzida ao longo dos últimos 3 anos, devido em grande parte às alterações climáticas ocorridas durante esses períodos, que em muito condicionam a cultura olivícola.

A Região do Alentejo para além de ser a região do País onde as condições climáticas são favoráveis para a produção desta cultura é também o local onde existe o maior número de olivais intensivos e superintensivos. Em média, cerca de 85 % da azeitona produzida em Portugal entre 2016 e 2018 é proveniente da região do Alentejo.

Tabela 1. Produção de azeitona (t) em de Portugal por região, 2016-2018

Local de proveniência da azeitona	Período de referência dos dados			Média (2016-2018)
	2016	2017	2018	
Norte	77263	99214	109404	95294
Área Metropolitana de Lisboa	326	721	441	496
Alentejo	351960	639545	551380	514295
Algarve	2258	10628	1914	4933
Centro	44197	108306	62230	71578
Total	476004	858414	725369	686596

Fonte: INE (2018). Estatística Agrícola de 2018.

Paralelamente, podemos observar que a área de plantação (ha) de oliveiras para azeitona de mesa e para azeite tem aumentando de ano para ano em Portugal (Tabela 2).

Tabela 2. Área de plantação (ha) de oliveiras para azeitona de mesa e para azeite plantadas entre 2015 e 2017 em Portugal

Ano	Área plantada (ha)	
	Azeitona de mesa	Azeitona para azeite
2015	8 794	342 547
2016	9 090	347 093
2017	9183	349 703

Fonte: INE (2018). Estatística Agrícola de 2018.

Segundo as Estatísticas Agrícolas de 2018, a produção média de azeitona para azeite, entre 2016 e 2018, foi cerca de 686.594 toneladas; 2017 foi a campanha de maior produção, tendo sido laboradas cerca de 858.413 toneladas de azeitona para azeite e 17 802 toneladas de azeitona de mesa (Tabela 3).

O ano de 2018 foi um ano de contrassafra e com condições meteorológicas adversas, segundo os dados obtidos pelo Instituto Nacional de Estatística (INE) houve uma quebra de 30% na produção de azeite na campanha 2018-2019, relativamente à campanha anterior.

Tabela 3. Produção de azeitona (t) para azeitona de mesa para azeite, entre 2016 e 2018 em Portugal

Ano	Produção (Toneladas)	
	Azeitona de mesa	Azeitona para azeite
2016	17 316	476 003
2017	17 802	858 413
2018	13 182	725 368

Fonte: INE (2018). Estatística Agrícola de 2018.

Relativamente aos Municípios integrantes da sub-região Beiras e Serra da Estrela podemos observar que a maior produção de azeitona se regista no Fundão, Figueira de Castelo Rodrigo, Pinhel e Seia (Tabela 4).

Tabela 4. Produção de azeitona (t) por local de proveniência da azeitona, 2016-2018

Local de proveniência da azeitona	Período de referência dos dados			Média (2016-2018)
	2016	2017	2018	
Almeida	281	79	165	175
Belmonte	747	656	914	772
Celorico da Beira	478	905	497	627
Covilhã	840	1159	1752	1250
Figueira de Castelo Rodrigo	2356	2183	2215	2251
Fornos de Algodres	213	697	483	464
Fundão	3982	6245	6217	5481
Gouveia	1158	1863	1241	1421
Guarda	477	318	400	398
Manteigas	42	42	82	55
Mêda	1084	1190	1362	1212
Pinhel	2066	1742	2485	2098
Sabugal	476	124	381	327
Seia	723	2076	794	1198
Trancoso	459	595	501	518

Fonte: INE (2018). Estatística Agrícola de 2018.

Em 2018 estiveram a laborar cerca de 486 lagares em Portugal. O Alentejo, apesar de representar a maior área de produção de olival possui cerca de metade dos lagares da Região Centro (Tabela 5).

Tabela 5.Nº de lagares de azeite por localização geográfica em Portugal (2015-2018)

Área Geográfica	Anos			
	2015	2016	2017	2018
Alentejo	109	110	108	118
Algarve	6	7	8	8
Área Metropolitana de Lisboa	1	1	1	1
Centro	259	233	232	241
Norte	120	118	113	118

Fonte: INE (2018). Estatística Agrícola de 2018.

Na Região Centro em 2018 estiveram a laborar 241 lagares, dos quais 15% pertenciam à Região das Beiras e Serra da Estrela. Dados mais recentes indicam que esta Região é caracterizada por ter em funcionamento 15 lagares de prensas, 13 contínuos de 2 fases e 9 contínuos de 3 fases (Tabela 6).

Na Região da CIMBSE o Concelho de Manteigas tem apenas 1 lagar contínuo de 2 fases em funcionamento, enquanto que o Concelho de Almeida não possui nenhuma unidade de extração de azeite. O mesmo não acontece com o Fundão, em 2018 tinha 7 lagares em laboração por ser uma zona que tem muitos olivicultores.

Tabela 6. Nº de lagares e sistemas de extração de Azeite existentes na Região das Beiras e Serra da Estrela (2016-2018)

Local	Prensas			Contínuo 2 fases			Contínuo 3 fases		
	2016	2017	2018	2016	2017	2018	2016	2017	2018
Almeida	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Belmonte	1	1	1	0	0	0	0	0	0
Celorico da Beira	1	1	1	0	0	0	1	1	1
Covilhã	1	1	1	2	1	2	0	0	0
Figueira de Castelo Rodrigo	2	2	2	1	1	2	1	1	0
Fornos de Algodres	2	2	0	0	0	0	1	1	1
Fundão	4	4	4	3	3	3	0	0	0
Gouveia	0	0	0	2	2	2	0	0	0
Guarda	1	1	1	0	0	0	0	0	0
Manteigas	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Mêda	2	2	2	3	2	2	0	0	0
Pinhel	0	1	1	0	0	0	5	3	3
Sabugal	2	2	1	1	0	1	0	0	0
Seia	0	0	0	0	0	0	3	3	3
Trancoso	1	1	1	0	0	0	1	1	1
Beiras e Serra da Estrela	17	18	15	12	9	13	13	10	9

Fonte: INE (2018). Estatística Agrícola de 2018

Ao longo dos anos o número de lagares de prensas têm vindo a diminuir, devido à dificuldade em cumprir as exigências ambientais e de higiene. Muitos dos lagareiros não tinham autonomia financeira para suportar as alterações exigidas, nomeadamente, o tratamento dos resíduos. Por seu turno, o facto de muitos lagares tradicionais laborarem em condições muito rudimentares pode comprometer a qualidade do azeite, sobretudo no que se refere às suas propriedades sensoriais.

Na Figura 1 podemos observar que 79 % dos lagares existentes na Região da CIMBSE são lagares industriais, cooperativos (16%) e 5 % dos lagares só laboram a própria azeitona (particulares) (INE,2018).

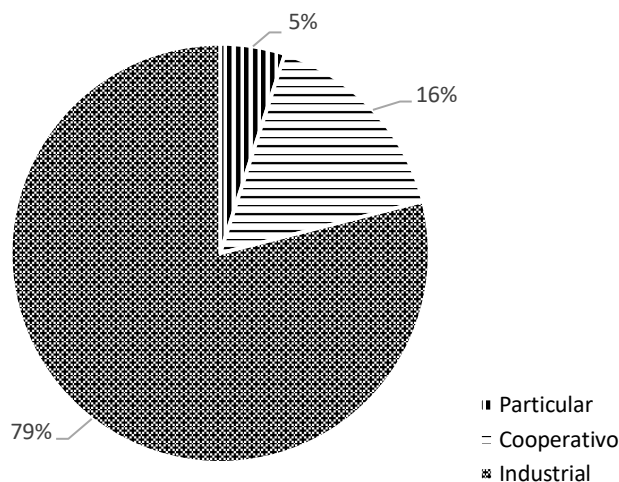


Figura 1. Tipos de lagares de azeite na Região da CIMBSE em 2018

No âmbito do projeto “Promoção e Valorização de Azeites de Montanha” e do espaço geográfico em que este atua, torna-se essencial uma análise mais pormenorizada da fileira do azeite, nomeadamente os azeites com DOP (Denominação de Origem Protegida), que são reconhecidos por terem características distintas de todos os outros azeites produzidos em Portugal.

Um azeite para ser considerado DOP tem que apresentar características específicas, área geográfica delimitada, com solos e clima característicos, elaborados com cultivares de azeitonas em proporções específicas, satisfazendo as condições estabelecidas no caderno de especificações, tal como está estipulado no Regulamento da (CEE) nº 2082/92 do Conselho de 14 julho de 1992. Em Portugal existem seis azeites DOP: Moura, Trás-os-Montes, Beira Interior (Azeites Beira Baixa e Azeites Beira Alta), Norte Alentejano, Alentejo Interior e Ribatejo (Figura 2).

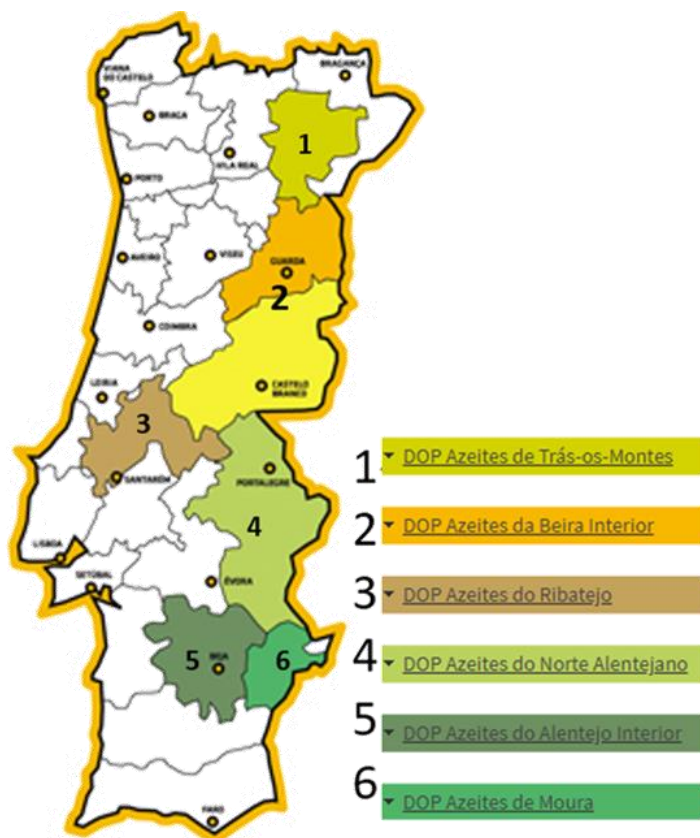


Figura 2. Áreas geográficas dos Azeites DOP existentes em Portugal

Fonte: (Adaptado da Casa do Azeite, 2019)

A DOP “Azeites da Beira Interior” pode ser dividida em Azeites Beira Baixa e Azeites Beira Alta. A área geográfica de produção dos Azeites da Beira Alta são os Concelhos de: Almeida, Celorico da Beira, Figueira de Castelo Rodrigo, Fornos de Algodres, Guarda, Gouveia, Manteigas, Meda, Pinhel, Seia e Trancoso, enquanto que os Azeites da Beira Baixa agrupa os Concelhos de: Belmonte, Castelo Branco, Covilhã, Fundão, Idanha-a-Nova, Mação, Oleiros, Penamacor, Proença-a-Nova, Sabugal, Sertã, Vila de Rei e Vila Velha de Ródão.

Para além do cumprimento do que está definido no caderno de especificações existem algumas características que estão associadas aos Azeites DOP da Beira Alta e Beira Baixa (Tabela 7).

Tabela 7. Características dos Azeites DOP da Beira Alta e Baixa

Características	Azeites DOP da Beira Alta	Azeites DOP da Beira Baixa
Índice de Peróxido máximo	19 meqO ₂ kg ⁻¹	19 meqO ₂ kg ⁻¹
Cor	Amarela levemente esverdeada	Amarela clara levemente esverdeada
Ácidos gordos	C22:0 máximo - 0,2%	C20:0 máximo - 0,6% C22:0 máximo - 0,2%
Aroma	<i>sui generis</i>	<i>sui generis</i>
Sabor	Fruto	Fruto

Fonte: DRAPC (2008)

Os Azeites da Beira Interior só podem ser comercializados devidamente acondicionados em embalagens de origem e rotuladas de acordo com a legislação em vigor. Todos esses produtos devem submeter-se ao controlo a realizar pelo Organismo Privado de Controlo e Certificação (OPC) reconhecido, a CERTIALENTEJO - Certificação de Produtos Agrícolas, Ld.^a (DRAPC,2008).

3. Caracterização das cultivares de oliveiras da Região na CIMBSE

Segundo o inquérito submetido pelo projeto AGRIOLOGIS às explorações, concluiu-se que as principais cultivares de oliveiras existentes nas explorações dos produtores inquiridos na Região da Beira Interior são: a 'Galega Vulgar' (83,4%), 'Cornicabra' (53,9%), 'Madural' (50,4%), 'Cobrançosa' (45,9%) e 'Arbequina' (45,5%) (AGRIOLOGIS, 2014). Neste estudo constatou-se que a maior parte do olival nesta Região é conduzido em sequeiro (91,6%), sendo o principal motivo a escassez de água. No entanto, no caso da instalação dos novos olivais, todos têm já estruturas de rega instaladas. A maioria dos olivicultores poda os seus olivais de 2 em 2 anos; paralelamente, aplicam fertilizantes e/ou estrume para adubação das terras (AGRIOLOGIS, 2014).

Na Tabela 8 apresenta-se um resumo da caracterização agronómica das cultivares recolhidas na Região CIMBSE no âmbito do projeto Promoção e Valorização de Azeites de Montanha, tendo por fontes principais Cordeiro *et al.* (2014) e Leitão *et al.* (1986). Relativamente às cultivares 'Carraspana' e 'Moral', embora referenciada a primeira por Cordeiro *et al.* (2015) e por Fevereiro (2014) a segunda, não encontramos qualquer descrição agronómica; ambas fazem parte do Catálogo Nacional de Variedades do COTHN (DGAV, 2016). Cordeiro (2015) refere que as cultivares mais difundidas no distrito da Guarda são a Negrinha do Freixo, Carrasquinha e Galega, enquanto que a Cornicabra, Curtideira, Carraspana, Moral e Verdeal são cultivares locais.

Tabela 8. Descrição agronómica das cultivares mais comuns na Região CIMBSE

Descrição Agronómica					
Cultivar e Sinónimias:	Disseminação	Pragas e Doenças	Resistência ao desprendimento e queda	Massa de 100 frutos (g)	Rendimento (%)
Azeiteira, Azeitoneira, Carrasquinha	Alto Alentejo e Beira Interior	Baixa incidência à gafa e à mosca	Baixa resistência do fruto ao desprendimento e queda natural da azeitona alta	+/- 400	13 a 16
Bical, Bical de Castelo Branco, Conserva de Elvas, Morisca (Sp.)	Alto Alentejo e Beira Interior	Média a alta incidência ao olho-de-pavão, à gafa, tuberculose e à mosca	Certa resistência do fruto ao desprendimento e queda natural reduzida	400-700	>22
Borrenta, Borraceira, Borreira	Trás-os-Montes	-	Alta resistência do fruto ao desprendimento	+/- 300	+/-15
Carraspana	-	-	-	-	-
Cobrançosa, Quebrançosa, Salgueira	Trás-os-Montes, Ribatejo, Beira Alta e Alentejo	Média incidência à mosca, ao olho-de-pavão e à tuberculose e baixa incidência à gafa	Baixa resistência do fruto ao desprendimento e queda natural reduzida	+/- 400	18-22
Cordovil de Castelo Branco, Cordovil	Beira Baixa	Média e alta incidência ao olho-de-pavão, à gafa, tuberculose e à mosca	Média resistência do fruto ao desprendimento e queda natural média	400-600	>22
Cornicabra	Beira Alta e Trás-os-Montes	Média incidência à gafa e média a alta incidência ao olho-de-pavão	Média resistência do fruto ao desprendimento e queda natural reduzida	200-400	<18
Galega Vulgar, Galega meuda, Molar, Negrucha	Beira Interior, Ribatejo, Alentejo, Algarve e em Espanha (Huelva e Extremadura)	Muito suscetível à gafa, alta incidência à tuberculose, mosca, cochonilha e à fumagina	Elevada resistência do fruto ao desprendimento e queda acentuado no fim da maturação	< 200	<18
Madural, Cercial, Comum	Trás-os-Montes, Beira Interior	Alta incidência ao olho-de-pavão, à fumagina, à mosca e à cochonilha; média incidência à gafa	Média resistência do fruto ao desprendimento, mas queda acentuada no fim da maturação	200-400	>22
“Moral”	-	-	-	-	-
Negrinha de Freixo, Negrinha	Trás-os-Montes, Beira Interior	Baixa incidência à gafa e à mosca, média à tuberculose e alta ao olho-de-pavão e à cochonilha	Baixa resistência do fruto ao desprendimento e alta queda natural da azeitona à maturação	200-400	<18
Passareira	-	Baixa incidência à tuberculose, à mosca, à gafa, à traça e ao algodão	Baixa resistência ao desprendimento	200-400	<18
Redondal e Redondil Grosso	Trás-os-Montes	Suscetível à tuberculose e à lepra	Média resistência do fruto ao desprendimento e queda natural acentuada à plena maturação	300-500	18- 22
Verdeal de Trás-os-Montes, Verdeal Transmontana	Trás-os-Montes	Média incidência à tuberculose e ao olho-de-pavão, tolerante à gafa, suscetível à mosca e à cochonilha	Alta resistência do fruto ao desprendimento e queda natural reduzida	200-400	>22

Fonte: Leitão *et al.* (1986); DRTM (2001); Cordeiro *et al.*, (2014) e Fevereiro (2014);

4. Composição química do azeite virgem

A composição química do azeite virgem é influenciada por fatores genéticos (cultivar) e edafo-climáticos. Dessa forma, as características do azeite podem ser bastante influenciadas pela região de produção (Criado *et al.*, 2007). Por seu turno, Gómez-Rico *et al.* (2007) estudaram a influência das práticas agronômicas e concluíram que a irrigação afetava positivamente a qualidade da azeitona e do azeite.

A composição química do Azeite Virgem está dividida essencialmente em dois grandes grupos, que designaremos por compostos majoritários e minoritários.

Os triacilgliceróis compõem 97 a 99% do azeite, pelo que as principais características químicas dependem destes compostos (Peri, 2014). No entanto, os compostos minoritários contribuem determinantemente para as propriedades sensoriais e de saúde que diferenciam o azeite virgem de todos os outros óleos comestíveis. Esses compostos são: compostos fenólicos e voláteis, álcoois alifáticos, ceras, hidrocarbonetos, pigmentos, esteróis (Kiritsakis e Shahidi, 2017).

4.1. Compostos majoritários

Os componentes majoritários do azeite compreendem os triacilgliceróis e em pequena extensão acilgliceróis parciais (mono e diacilgliceróis) e ácidos gordos livres.

4.1.1. Acilgliceróis

Os acilgliceróis podem ser divididos em dois grupos, que são os mono e diacilgliceróis (que estão presentes em pequena quantidade no azeite) e os triacilgliceróis.

Os monoacilgliceróis e diacilgliceróis surgem no azeite devido à hidrólise enzimática dos triacilgliceróis e/ou à biossíntese incompleta dos mesmos. Os diacilgliceróis são mais abundantes que os monoacilgliceróis, uma vez que a concentração de diacilgliceróis num azeite virgem varia entre 1,0 e 2,8 % e a quantidade de monoacilgliceróis é inferior a 0,25 % (Boskou, 2006).

Os triacilgliceróis são os componentes predominantes no azeite; estes são triésteres que resultam da combinação do glicerol (um tri-álcool) com ácidos gordos, no qual os grupos funcionais do glicerol (grupos hidroxilo) reagem com o grupo carboxílico dos ácidos gordos. Os triacilgliceróis principais do azeite estão representados na Tabela 9.

Tabela 9. Triacilgliceróis maioritários no azeite (%)

Triacilglicerol	Teor (%)
OOO Trioleína	40 – 59
POO Palmitodioleína	12- 20
OOL Linoleodioleína	12,5- 20
POL Palmitooleolinoleína	5,5 – 7
SOO Estearodioleína	3 – 7

O-Oleico; P-Palmitico; E-esteárico

Fonte: Adaptado de Boskou (2006)

4.1.2. Ácidos gordos

Os ácidos gordos são compostos orgânicos simples formados por um grupo carboxílico ligado a uma cadeia hidrocarbonada.

A composição em ácidos gordos depende de vários fatores, tais como, a zona de produção, a altitude, o clima, a cultivar e o estado de maturação da azeitona, daí a obtenção de resultados muito diferentes de amostra para amostra (Cunha *et al.*, 2006; Yorulmaz *et al.*, 2013).

Os ácidos gordos podem ser classificados em saturados quando na sua cadeia hidrocarbonada não possui ligações duplas e insaturados quando apresentam uma dupla ligação (monoinsaturados) ou mais ligações duplas (polinsaturados).

A composição do azeite em ácidos gordos monoinsaturados confere-lhe propriedades que permitem distingui-lo dos outros óleos comestíveis. Estes compostos têm efeitos benéficos na saúde, nomeadamente o ácido oleico, que é um dos ácidos maioritários do azeite, que representa cerca de 55-83 % (Kritioti *et al.*, 2018). Seguem-se, em quantidade, o ácido palmítico (7,5 a 20 %), o linoleico (3,5 a 21 %), o esteárico (0,5 a 5 %) em menor quantidade o linolénico, o araquídico, o eicosenóico, margárico, beénico, lignocérico e o mirístico (Tabela 10) (Lozano Sánchez *et al.*, 2009).

Tabela 10. Ácidos gordos do Azeite Virgem, grau de insaturação e respetivos limites

Ácidos gordos	Grau de insaturação n° de C: ligações duplas	Limites (%)
Mirístico	C 14:0	≤0,03
Palmítico	C 16:0	7,5-20,0
Palmitoleico	C 16:1	0,3-3,50
Heptadecanóico (Margárico)	C 17:0	≤0,30
Heptadecenóico	C 17:1	≤0,30
Esteárico	C 18:0	0,50-5,00
Oleico	C 18:1	55,00-83,00
Linoleico	C 18:2	3,50-21,00
Linolénico	C 18:3	≤1,00
Araquídico	C 20:0	≤0,60
Gadoleico	C 20:1	≤0,40
Beénico	C 22:0	≤0,20
Lignocérico	C 24:0	≤0,20

Fonte: Adaptado do Anexo I do Regulamento (UE) n° 1348/2013

4.2. Compostos minoritários

A fração minoritária representa cerca de 2 % da composição total no azeite virgem e inclui diversos compostos, sendo os mais importantes, os esteróis, os hidrocarbonetos, as ceras, os fenóis, os compostos voláteis e os pigmentos (Boskou, 2006).

Estudos realizados por vários autores demonstraram que existem vários fatores tecnológicos que podem influenciar a composição do azeite virgem nestes compostos, nomeadamente a lavagem, a extração mecânica, os parâmetros relacionados com a batadura (tempo, temperatura e a exposição ao ar), assim como, as alterações que ocorrem durante o armazenamento (Servili *et al.*, 2004; Chiacchierini *et al.*, 2007). A operação de filtração pode levar à redução destes compostos, verificando-se que a composição em ceras, pigmentos, fenóis lipofílicos e hidrofílicos, fosfolípidios e proteínas é afetada qualitativamente e quantitativamente quando é aplicado este processo (Lozano-Sánchez *et al.*, 2010).

4.2.1. Esteróis

Os esteróis são os compostos predominantes na fração minoritária do azeite e têm sido utilizados para detetar a mistura de óleos vegetais no azeite, pelo que para identificar essa adulteração, várias organizações internacionais, nomeadamente, o *Codex Alimentarius*, criado pela FAO, estabeleceram valores limite para estes compostos (Martínez-Vidal *et al.*, 2007).

Os esteróis existentes no azeite dividem-se em quatro classes : esteróis comuns (4-desmetilesteróis), 4 α -metilesteróis, álcoois triterpénicos (4, 4-dimetil-esteróis) e diálcoois triterpénicos (Fernández-Cuesta *et al.*, 2013). Os principais esteróis presentes no azeite são o β -sitosterol, o Δ^5 -avenasterol, o campesterol e o estigmasterol, em menores quantidades, o campestanol, o Δ^7 -campestenol, clerosterol, $\Delta^5,24$ -estigmastadienol, Δ^7 -estigmastenol e Δ^7 -avenasterol (Boskou, 2006; Kiritsakis e Shahidi, 2017).

O teor em esteróis no azeite depende em grande parte da cultivar, das condições ambientais, do estado de maturação das azeitonas e do método de extração (Aparicio e Luna, 2002).

Na Tabela 11 estão representados teores médios em esteróis de várias categorias de azeites e um óleo alimentar. Podemos observar que o β -sitosterol e o Δ^5 -avenasterol são efetivamente os esteróis maioritários nas amostras em estudo, dando destaque ao óleo alimentar em que o teor em esteróis é mais elevado de todos os óleos em causa.

Tabela 11. Teores médios de esteróis (mg kg^{-1}) e de eritrodiol + uvaol em diferentes categorias de AV e de óleo alimentar

Tipo de óleo	Δ^5 -avenasterol	β -sitosterol	Sitostanol	Estigmasterol	Esteróis Totais	Eritrodiol+Uvaol
AV	35,1	640,9	2,3	6,4	687,4	18,1
AVE	91,5	1124,4	7,3	8,2	1260,8	27,5
AVR	82,7	1268,8	1,1	12,0	1366,6	23,8
OA	160,7	2104,3	4,0	206,4	2479,4	17,4

Legenda: AV-Azeite Virgem; AVE-Azeite Virgem Extra; AVR- Azeite Virgem refinado; OA- Óleo alimentar.

Fonte: Adaptado de Martínez-Vidal et al. (2007)

4.2.2. Hidrocarbonetos

Um dos componentes minoritários do azeite são os hidrocarbonetos, estes podem ser de natureza terpénica, esterólica ou policíclica aromática e são responsáveis por 30 a 50 % da fração insaponificável (Wolinsky *et al.*, 2001).

O hidrocarboneto terpénico mais abundante no azeite é o esqualeno; este é formado por 30 carbonos e apresenta efeitos benéficos para a saúde. Está presente em todos os óleos vegetais e gorduras, e é um precursor bioquímico para a biossíntese de esteróis (Lozano Sánchez *et al.*, 2009).

No azeite refinado existe também em pequenas quantidades hidrocarbonetos esterólicos sendo que a sua presença ocorre devido ao processo de refinação, cujo composto mais significativo é o estigmastadieno, formado a partir do β -sitosterol (Sánchez *et al.*, 2001).

Em quantidades residuais (1 a $700 \mu\text{g kg}^{-1}$), podem surgir hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (PAH), em resultado de contaminação ambiental e do processamento (Gharbi *et al.*, 2017).

4.2.3. Ceras

As ceras são ésteres de álcoois gordos de cadeia longa com ácidos gordos de cadeia longa, que podem conter até 58 átomos de carbono.

Segundo o Regulamento (EU) N^o1348/2013 o seu teor nos azeites virgem não pode ultrapassar os 150 mg kg^{-1} .

As ceras estão presentes na película das azeitonas evitando a perda de água e são abundantes no óleo de bagaço de azeitona. A elevada acidez dos azeites faz aumentar a quantidade de ceras, uma vez que ocorre esterificação de álcoois alifáticos com ácidos gordos livres. Este parâmetro pode ser usado como um critério para diferenciação dos vários tipos de azeite (Boskou, 2006).

4.2.4. Fenóis hidrofílicos

O termo “compostos fenólicos polares” ou fenóis hidrofílicos é usado para diferenciá-los de outra classe de fenóis, os tocoferóis. A fração polar do azeite,

designada durante muitos anos como “polifenóis”, é na verdade uma mistura complexa de compostos com diferentes estruturas químicas, extraídas do azeite virgem habitualmente por extração líquido-líquido com metanol/água; são hidrossolúveis e estão presentes em grande quantidade na polpa da azeitona (Servili e Montedoro, 2002).

A sua presença destes compostos no azeite está relacionada com a estabilidade oxidativa do azeite, favorecendo o aumento do tempo de prateleira do azeite (Tura *et al.*, 2008); quanto mais elevado o teor em compostos fenólicos mais intenso é o sabor amargo e picante (Guillaume *et al.*, 2012). Além disso um azeite rico em polifenóis pode tirar partido do uso de alegações de saúde.

Na Tabela 12 estão representados alguns compostos fenólicos que podemos encontrar no azeite.

Tabela 12. Alguns compostos fenólicos identificados no azeite

Classes de compostos fenólicos identificados no azeite	
Ácidos fenólicos e derivados	Ácido vanílico
	Ácido p-cumárico
	Ácido o-cumárico
	Ácido ferúlico
	Ácido cafeico
	Ácido p-Hidroxibenzóico
Álcoois fenólicos	Ácido Cinâmico
	Hidroxitirosol (3,4-DHPEA) Tirosol (p-HPEA)
Secoiridoides	Oleuropeína
	3,4-DHPEA-EDA
	p-HPEA-EDA
Lignanós	(+) - 1- Acetoxipinoresinol
	(+) - pinoresinol
Flavonoides	Luteolina
	Apigenina

Fonte: Adaptado de Servili e Montedoro (2002) e El Riachy *et al.* (2011)

A composição qualitativa e quantitativa do azeite em fenóis hidrofílicos é fortemente afetada pelas condições agronómicas e tecnológicas da produção. Existem vários parâmetros agronómicos que podem alterar a concentração fenólica dos azeites, nomeadamente, a cultivar, o índice de maturação, as condições climáticas de produção e algumas práticas agrícolas (Tovar *et al.*, 2001; Gómez-Caravaca *et al.*, 2008).

Trabalhos feitos por Tovar *et al.*, (2001) relacionados com as estratégias de irrigação em árvores jovens da cultivar Arbequina, mostraram que a rega diminui a concentração de derivados secoiridoides do azeite virgem, nomeadamente do 3,4-

DHPEA-EDA, 3, 4-DHPEA-EA e p-HPEA-EDA, enquanto que, o teor de lignanos diminuiu em azeites com árvores que receberam inferior dotação de rega.

Baccouri *et al.* (2008) estudaram a influência do estado de maturação da azeitona nos critérios de qualidade, nos componentes maioritários e minoritários e na estabilidade oxidativa das duas principais cultivares da Tunísia (Chétoui e Chemlali) e concluíram que existe uma forte correlação entre a estabilidade oxidativa e a concentração de fenóis, essencialmente secoiridoides e o α -tocoferol.

Os principais compostos fenólicos com propriedades benéficas para a saúde são o hidroxitirosol e o tirosol e seus derivados (Servili, 2014). A EFSA (Autoridade Europeia para a Segurança dos Alimentos) reconheceu uma alegação de saúde associada à contribuição de “polifenóis de azeite” para a proteção de lípidos no sangue contra o stresse oxidativo. Só é permitido o uso desta alegação de saúde apenas para “azeites que contêm pelo menos 5 mg de hidroxitirosol e seus derivados por 20 g de azeite”(EFSA, 2011).

Os fenóis hidrofílicos também são responsáveis pelas principais características sensoriais de amargo, picante e adstringência. Quando estudados em separado estes compostos apresentam sensações diferentes (Cerretani *et al.*, 2008).

4.2.5. Fenóis lipofílicos

Existem diferentes tipos de fenóis lipofílicos ou tocoferóis no azeite, nomeadamente o α -, β -, γ -, δ -, tocoferol. Os tocoferóis são encontrados na maioria dos óleos vegetais e em gorduras.

O α -tocoferol é o tocoferol maioritário presente no azeite, tal como se pode verificar na Tabela 13 em azeites monovarietais portugueses.

Tabela 13. Teores médios de tocoferóis em azeites monovarietais portugueses (mg kg⁻¹)

Cultivares	α -tocoferol	β -tocoferol	γ -tocoferol	Referência
‘Carrasquinha’	283	17	13	(Garcia <i>et al.</i> , 2012)
‘Cobrançosa’	210	3	9	(Peres <i>et al.</i> , 2016)
‘Cordovil’	325	17	9	(Garcia <i>et al.</i> , 2012)
‘Galega Vulgar’	152	3	11	(Peres <i>et al.</i> , 2016)
‘Negrinha do Freixo’	264	17	13	(Garcia <i>et al.</i> , 2012)
‘Verdeal’	356	18	13	(Garcia <i>et al.</i> , 2012)

A composição em tocoferóis depende, fundamentalmente, de fatores genéticos de cada cultivar, das condições edafo-climáticas, das técnicas culturais, da colheita e dos sistemas de extração (Aparicio e Luna, 2002).

A presença de tocoferóis no azeite, por se tratar de antioxidantes, aumenta a sua estabilidade oxidativa (Tura *et al.*, 2007).

4.2.6. Compostos voláteis

Os compostos voláteis contribuem para o cheiro e *flavour* característico no azeite, desenvolvem-se durante e após a extração. Estes compostos tendem a diminuir durante o armazenamento, mas podem surgir novos compostos voláteis resultante de reações de oxidação (Kalua *et al.*, 2007).

De uma forma geral, a composição volátil do azeite é influenciada por fatores geográficos, pela variedade da azeitona e o seu grau de maturação aquando da colheita, e pelo método e condições de processamento do azeite (Trapani *et al.*, 2016).

Foram identificados aproximadamente 280 compostos na fração volátil e classificados por grupos, nomeadamente, hidrocarbonetos (mais de 80 compostos), álcoois (45 compostos), aldeídos (44 compostos), cetonas (26 compostos), ácidos (13 compostos), ésteres (55 compostos), éteres (5 compostos), derivados de furano (5 compostos), derivados de tiofeno (5 compostos), piranonas (1 composto), tióis (1 composto) e pirazinas (1 composto) (Boskou, 2006; Kiritsakis e Shahidi, 2017).

4.2.7. Pigmentos

Os pigmentos clorofilinos e os carotenoides são responsáveis pela cor dos azeites. As clorofilas a e b e os seus produtos de oxidação, feofitinas a e b, são responsáveis pela cor esverdeada. Já os carotenoides (luteína, β -caroteno, violaxantina e neoxantina) são os responsáveis pela cor amarelada dos azeites. Os pigmentos clorofilinos têm ainda um papel importante na atividade oxidativa dos azeites, uma vez que atuam como antioxidantes ao abrigo da luz e pró-oxidantes quando expostos à luz (Lazzerini e Domenici, 2017)

A presença destes compostos no azeite é influenciada pela cultivar da azeitona, índice de maturação, zona de produção, sistema de extração e condições de armazenamento (Boskou, 2006; Moyano *et al.*, 2010).

5. Caracterização química e sensorial de azeite virgem

Cada vez mais o azeite tem um papel importante e de destaque na dieta mediterrânea, sendo preferido relativamente aos restantes óleos e gorduras, pela sua qualidade nutricional e organolética, função da sua composição química.

No Regulamento (UE) N^o 1348/2013 de 16 de dezembro de 2013 são definidas as características físico-químicas das várias categorias de azeite e óleo de bagaço de azeitona. De forma a assegurar a qualidade dos produtos em causa foram definidos critérios de qualidade e pureza.

5.1. Critérios de qualidade

Segundo o Regulamento (UE) N^o 1348/2013 de 16 de dezembro de 2013, os critérios da qualidade do azeite são: a acidez, o índice de peróxido, as absorvâncias no ultravioleta (K_{232} e K_{270}) e o exame organolético. Na Tabela 14 estão representados os limites definidos na legislação em vigor para os parâmetros da qualidade das várias categorias de azeites.

Tabela 14. Critérios da qualidade das várias categorias de Azeite

Parâmetros	Azeite Virgem Extra	Azeite Virgem	Azeite Refinado	Azeite (constituído por azeites virgens e refinados)
Acidez (% ácido oleico)	≤0,80	≤2,0	≤0,3	≤1,0
Índice de Peróxido (meq O ₂ kg ⁻¹)	≤20,0	≤20,0	≤5,0	≤15,0
k₂₃₂	≤2,50	≤2,60	---	---
k₂₇₀	≤0,22	≤0,25	≤1,10	≤0,90
E. Organolético (Mf; Md)	Md = 0 Mf > 0	Md ≤ 3,50 Mf > 0	---	---
Ésteres Etilícos (mg kg ⁻¹)	≤ 30	---	---	---

Mf- Mediana do frutado; Md- Mediana do defeito

Fonte: Adaptado do Regulamento (UE) N^o 1348/2013 de 16 de dezembro de 2013

No caso da classificação do azeite virgem extra introduziu-se, desde 2011, a avaliação da presença de ésteres etílicos.

Na grande maioria dos consumidores a acidez é praticamente um dos únicos critérios de qualidade reconhecidos e muitas vezes aquele onde se baseia a seleção de um azeite. A acidez de um azeite resulta de processos de hidrólise dos triacilgliceróis pela presença de água ou enzimas lipolíticas. Alguns dos fatores que levam ao aumento da acidez no azeite são: mau estado sanitário dos frutos, armazenamento prolongado antes do seu processamento e temperaturas de extração muito elevadas (Peri, 2014).

O índice de peróxido mede o estado de oxidação primário de um azeite; um valor muito elevado deste parâmetro numa fase precoce pode ser resultado do uso de azeitonas deterioradas, com uma extração demorada e com aplicação de temperaturas elevadas (Inarejos-García *et al.*, 2009). Os produtos secundários resultantes desta oxidação são responsáveis pelo sabor a ranço no azeite. Assim, este parâmetro mede precocemente possíveis deteriorações oxidativas, servindo assim de sinal de alerta (Peri, 2014).

Segundo o Regulamento (CEE) Nº 2568/91 de 11 de julho de 1991, a análise espectrofotométrica no ultravioleta pode fornecer indicações sobre a qualidade de uma matéria gorda, o estado de conservação desta e as modificações devidas aos processos tecnológicos a que foi sujeita. As absorvâncias no ultravioleta a 232 nm medem os compostos de oxidação primária (k_{232}), enquanto que, a 270 nm medem os compostos de oxidação secundária (k_{270}).

A análise sensorial também é um parâmetro obrigatório para a classificação do azeite e tem tanta importância quanto os parâmetros químicos. O exame organoléptico é realizado por um painel de provadores especializados para o efeito que avaliam as características sensoriais detetáveis pelos sentidos, fundamentalmente relacionadas com o cheiro e sabor. O método que estabelece o procedimento para o exame organoléptico do azeite foi estabelecido na Norma Comercial aplicável ao Azeite Virgem, do COI, desde 1987 e posteriormente implementando pela União Europeia, onde os critérios exigidos para esta classificação se baseiam em dois princípios: presença ou ausência do atributo frutado, presença ou ausência de defeitos e intensidade do defeito maioritariamente percebido pelo painel de provadores.

Na Tabela 15 estão apresentados os atributos positivos e negativos mais comuns no azeite e sua descrição segundo a legislação em vigor.

Tabela 15. Atributos negativos (defeitos) e positivos mais comuns do azeite e sua descrição

Atributos negativos	Descrição
Tulha/Borra	«Flavour» * característico dos azeites obtidos de azeitonas amontoadas, ou armazenadas, em condições que as colocaram num estado avançado de fermentação anaeróbia, ou dos azeites que permaneceram em contato, nos depósitos ou reservatórios, com materiais decantados.
Mofa-húmido-terra	«Flavour» característico dos azeites obtidos de azeitonas húmidas, amontoadas durante vários dias, atacadas por bolores e leveduras, ou dos azeites obtidos de azeitonas colhidas com terra ou lama que não foram lavadas; ou motivado pela falta de lavagem antes do processamento.
Avinhado-avinagrado-ácido-azedo	«Flavour» característico de certos azeites que lembra o vinho ou o vinagre. Deve-se, fundamentalmente, a um processo fermentativo aeróbio de azeitonas amontoadas, ou de restos de pasta de azeitona em capachos que não foram lavados corretamente, levando à formação de ácido acético, acetato de etilo e etanol.
Ranço	«Flavour» dos azeites que sofreram um processo de oxidação intensa.
Madeira /geada	«Flavour» característico dos azeites extraídos de azeitonas sujeitas a grandes geadas.
Outros atributos negativos	
Cozido/ queimado	«Flavour» característico de azeites originados de excessivo ou prolongado aquecimento durante o processo de extração, principalmente durante a termobatedura.
Feno-madeira	«Flavour» característico de certos azeites provenientes de azeitonas com polpas com pouca humidade e gordura, ou de azeitonas secas.
Encorpado	Sensação buco-tátil densa e pastosa produzida por certos azeites velhos.
Lubrificantes	«Flavour» dos azeites que lembram o gasóleo, massas consistentes ou óleos minerais.
Água-russa	«Flavour» adquirido pelos azeites devido a contacto prolongado com águas-russas que sofreram processos de fermentação.
Salmoura	«Flavour» dos azeites obtidos de azeitonas conservadas em salmoura ou água.
Metálico	«Flavour» que lembra os metais e é característico dos azeites que permaneceram prolongadamente em contacto com superfícies metálicas durante os processos de trituração, batedura ou armazenagem.
Pepino	«Flavour» característico dos azeites submetidos a acondicionamento hermético excessivamente prolongado, nomeadamente em latas.
Atributos positivos	
Frutado	Conjunto das sensações olfativas dependentes da cultivar de azeitona, por via direta e/ou retronasal, características dos azeites provenientes de frutos são e frescos, verdes ou maduros.
Amargo	Gosto elementar característico dos azeites obtidos de azeitonas verdes ou em fase precoce de maturação, sentido pelas papilas caliciformes que constituem o V lingual.
Picante	Sensação tátil de picadas em toda a cavidade bucal, em especial na garganta, característica dos azeites produzidos no início da campanha, principalmente a partir de azeitonas ainda verdes.

* «Flavour» - sensação fisiológica que envolve simultaneamente interações do gosto e do olfato. Trata-se dum complexo conjunto de sensações olfato-gustativas percebidas durante a prova, que também podem envolver propriedades táteis, cinestésicas e térmicas.

Fonte: Adaptado do Regulamento (UE) n.º 1348/2013

No que diz respeito aos ésteres etílicos (FAEE), este parâmetro permite identificar a presença de substâncias oriundas de fenómenos de fermentação e degradação das azeitonas. A presença de ésteres etílicos de ácidos gordos no azeite pode ser considerada um bom marcador de qualidade de forma a evitar a comercialização de azeites desodorizados (Aragón *et al.*, 2011; Biedermann *et al.*, 2008).

5.2. Critérios de pureza

O Regulamento (UE) N^o 1348/2013 de 16 de dezembro de 2013 refere também os critérios de pureza do azeite, que são: o teor em ceras, o teor em estigmaestadieno, o valor em esteróis totais ou eritrodiol+ uvaol e ainda os ácidos gordos trans.

Na Tabela 16 apresentam-se os limites impostos no presente regulamento.

Tabela 16. Critérios de pureza das várias categorias de Azeite

Parâmetros	Azeite Virgem Extra	Azeite Virgem	Azeite Refinado	Azeite (constituído por azeites virgens e refinados)
Teor em ceras (mg kg ⁻¹)	≤150	≤150	≤350	≤350
Estigmastadieno (mg kg ⁻¹)	≤ 0,05	≤ 0,05	---	---
Esteróis totais (mg kg ⁻¹)	≥ 1 000	≥ 1 000	≥ 1 000	≥ 1 000
Eritrodiol+Uvaol (%)	≤4,5	≤4,5	≤4,5	≤4,5
Ácidos gordos trans (%)	≤0,05	≤ 0,05	≤ 0,20	≤ 0,20
Diferença entre ECN 42 (HPLC) e ECN 42 (cálculo teórico)	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,3	≤ 0,3

Fonte: Adaptado do Regulamento (UE) N^o 1348/2013 de 16 de dezembro de 2013

Todos estes parâmetros dão informação sobre a autenticidade do azeite sendo possível detetar possíveis fraudes, como o uso de operações tecnológicas proibidas, como por exemplo, desacidificação e desodorização por evaporação a vácuo e remoção a vapor ou a mistura com azeites refinados ou com outros óleos de origem vegetal (Peri, 2014).

Segundo o presente Regulamento o teor em ceras é utilizado quando queremos distinguir azeites virgens de óleos de bagaço de azeitona ou de outros óleos extraídos por solventes.

Tal como referido o estigmaestadieno é um composto que não existe na composição química do azeite, surge apenas nos que foram sujeitos a um processo de refinação.

Os esteróis totais são um indicador usado para detetar misturas fraudulentas de azeite com óleos vegetais e o eritrodiol+ uvaol com óleos de bagaço de azeitona.

Os ácidos gordos trans são detetados nos azeites quando estes sofrem um processo de refinação, ou seja, os ácidos gordos sintetizados de forma natural têm a posição “cis”, quando refinados mudam a sua configuração para “trans”, e constitui uma análise utilizada para a deteção de óleos geneticamente modificados.

A diferença entre o número de equivalentes de átomos de carbono (ECN 42) por HPLC e por cálculo teórico avaliado a partir da composição em ácidos gordos por GC, também é utilizado para determinar a presença de óleos de sementes em todo o tipo de azeites.

6. Material e Métodos

6.1. Material

Tal como referimos, o presente estudo teve como objetivo a caracterização química e sensorial de azeites monovarietais provenientes da Região CIMBSE. No total foram colhidas 14 cultivares: uma amostra de ‘Bical’, ‘Borrenta’, ‘Carraspana’, ‘Moral’ e ‘Redondal’; três de ‘Madural’, ‘Passareira’; ‘Negrinha’ e ‘Verdeal’; seis de ‘Cordovil’; sete de ‘Carrasquinha’; oito de ‘Cornicabra’; doze de ‘Cobrançosa’ e treze de ‘Galega Vulgar’.

Na Figura 3 está representado o mapa da Região da CIMBSE com as 63 amostras colhidas nos vários locais e identificadas as respetivas cultivares. A identificação das amostras foi efetuada pelo produtor. Colheram-se em média 3 a 5 kg por cultivar.

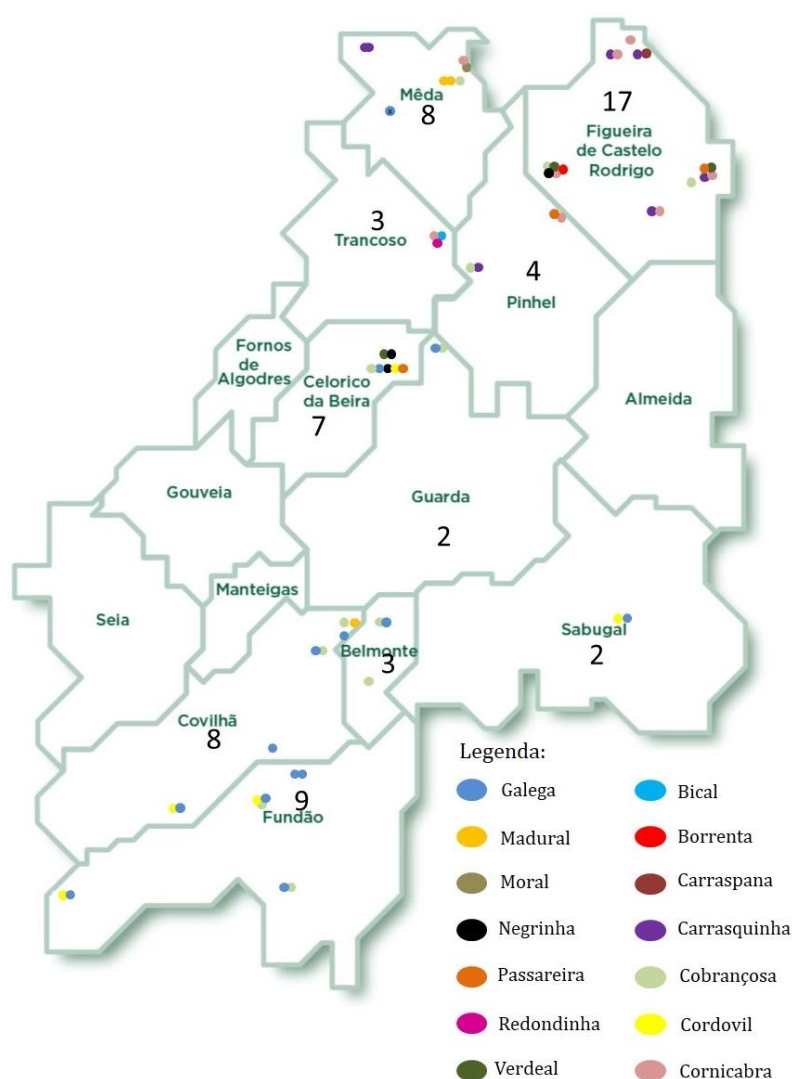


Figura 3. Mapa da Região CIMBSE com as respetivas amostras em estudo

À chegada ao laboratório retiraram-se amostras de 100 azeitona para efetuar o índice de maturação e a massa de 100 frutos.

6.2. Métodos

Os métodos utilizados que iremos descrever dividem-se em extração de azeite, determinações analíticas nos frutos e nos azeites.

6.2.1. Extração do Azeite em equipamento Abencor

Para permitir a caracterização dos azeites monovarietais mais comuns provenientes dos 10 municípios da CIMBSE, foi realizada a extração em laboratório, em condições controladas.

A azeitona utilizada foi caracterizada em relação ao seu índice de maturação (IM), teor em gordura e humidade e índice de extratabilidade e entre a colheita e a laboração decorreu um espaço temporal inferior a 24 horas.

O procedimento de extração em unidade laboratorial Abencor consistiu nas etapas que se descrevem de seguida:

- Moenda em moinho de martelos com grelha de 7mm;
- Adição de microtalco natural FC8-AW a 0,5% (m/m);
- Termobatedura, 30 minutos a 25-28°C;
- Centrifugação durante 1 minuto.

Após a extração o azeite foi filtrado com papel de filtro na presença de sulfato de sódio, por forma a remover possíveis impurezas e humidade que pudessem estar presentes segundo a Norma Portuguesa 896/85.

Da pasta obtida no moinho foram retiradas amostras para a determinação do teor em gordura e humidade.

6.2.2. Caracterização dos frutos

Na Tabela 17 estão representados todos os métodos de análise utilizados na caracterização da azeitona.

Tabela 17. Métodos de análise utilizados para a caracterização da azeitona

Parâmetros	Método
Índice de Maturação	Método de Jaén (COI, 2011)
% Gordura	NIR
% Humidade	NIR
Índice de extratabilidade	Beltrán <i>et al.</i> (2003)

6.2.2.1. Índice de maturação

Para a realização do índice de maturação selecionaram-se 100 frutos aleatoriamente a partir de cerca de 3 kg de azeitona.

Em função da cor da sua epiderme e da polpa as azeitonas foram agrupadas pelas classes que estão representadas na Tabela 18.

Tabela 18. Classes do índice de maturação

Classe	Categoria
0	Cor da epiderme verde intenso (A)
1	Cor da epiderme verde-amarelada (B)
2	Cor da epiderme verde com manchas avermelhada em menos de metade do fruto (C)
3	Cor da epiderme verde com manchas avermelhada em mais de metade do fruto (D)
4	Cor da epiderme preta com polpa de azeitona branca (E)
5	Cor da epiderme preta com menos de metade da polpa arroxeadada (F)
6	Cor da epiderme preta com mais de metade da polpa arroxeadada, sem atingir o caroço (G)
7	Cor da epiderme preta com polpa arroxeadada até ao caroço (H)

Fonte: Adaptado de COI (2011)

O índice de maturação (IM), determina-se através da equação onde se multiplica o valor numérico da classe a que pertence (0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 e 7) pelo número de frutos de cada categoria (A,B,C,D,E,F,G e H) dividindo por 100.

Equação:

$$IM = \frac{0A+1B+2C+3D+4E+5F+6G+7H}{100}$$

6.2.2.2. Gordura e humidade

Após a moagem da pasta, foi retirada uma amostra para uma placa de Petri de vidro completamente preenchida e isenta de bolhas de ar, limitando assim a passagem de luz através da amostra.

Para a determinação da percentagem de gordura e humidade o equipamento utilizado foi um NIR da Bruker (NIR-MPA), utilizando o pacote de calibração B-olive paste. Na Tabela 19 estão apresentados os intervalos de calibração definidos pelo modelo de calibração usado.

Tabela 19. Intervalos de calibração dos modelos de calibração B-Olive paste

AZEITONA			
Parâmetro	Unidades	Mínimo	Máximo
Gordura	%	7,9	37,7
Humidade	%	22,8	73,2
Acidez	%	0,1	1,8

6.2.2.3. Índice de extratabilidade

A avaliação da extratabilidade aplicada ao processo de extração de azeite mede a percentagem de azeite extraído da azeitona. Segundo Beltrán *et al.* (2003), este parâmetro mostra mudanças importantes durante os vários estados de maturação e é influenciado pelas características da azeitona, condições de extração e pela cultivar.

O índice de extratabilidade é calculado pela seguinte equação:

$$IE = \frac{V * d}{mm * G (ms)} * 100$$

em que:

V= Volume de azeite extraído em mL;

d= Densidade média de azeite, (d = 0,915 g/ml);

mm= Massa da pasta de azeitona em gramas;

G(ms)= Gordura na matéria seca (%);

6.2.3. Caracterização do Azeite

Na Tabela 20 estão representados todos os métodos de análise utilizados na caracterização do Azeite.

Tabela 20 . Resumo dos métodos de análise utilizados para a caracterização do azeite

Parâmetros	Método
Critérios de Qualidade:	
• Acidez;	NIR
• Índice de peróxidos;	NIR
• K232 e K270 nm;	NIR
Análise sensorial	COI/T20/Doc.22 (COI, 2005)
Ácidos gordos	NIR
Fenóis Totais	EAM/Método Folin-Ciocalteu
Hidroxitirosol e Tirosol	Cromatografia Líquida (HPLC)/ (COI, 2017)
Tocoferóis	Cromatografia Líquida (HPLC)/ISO 9936
Pigmentos clorofilinos	EAM/Pokorny <i>et al.</i> (2007)
Estabilidade oxidativa	Rancimat/ISO 6886-2006

6.2.3.1. Acidez, índice de peróxido, K₂₇₀, K₂₃₂ e ácidos gordos

A espectroscopia de infravermelho foi a tecnologia usada para determinação de todos os critérios de qualidade dos azeites monovarietais com exceção da análise sensorial. Para determinação dos ácidos gordos maioritários (C8:1, C16:0, C18:2) também foi utilizado este método.

Depois do azeite filtrado, as amostras foram colocadas em tubos de vidro de 8 mm com tampa. Para liquefazer as possíveis partículas sólidas, os tubos foram pré aquecidos num termobloco da Techne Dri-Block® a 50 °C.

A informação espectral foi recolhida em modo de absorvância e no comprimento de onda de 12000 a 4000cm⁻¹, com uma resolução de 8 cm⁻¹ e 32 scans.

O equipamento utilizado foi um NIR da Bruker (NIR-MPA), utilizando o pacote de calibração B- olive oil. Na Tabela 21 estão apresentados os intervalos de calibração utilizados do modelo de calibração.

O tratamento dos dados foi efetuado pelo *software* OPUS®, versão: 7.5.18 (Bruker Optik, Alemanha).

Tabela 21. Intervalos de calibração dos modelos de calibração B-Olive oil

Parâmetro	Unidades	Mínimo	Máximo
Acidez	%	0,04	6,07
K 232		1,29	2,42
K 270		0,11	0,25
Índice de peróxidos	meq O ₂ /kg	4,00	15,40
Ácido Palmítico (C16:0)	%	2,90	36,00
Ácido Esteárico (C18:0)	%	1,10	6,30
Ácido Oleico (C18:1)	%	13,30	87,80
Ácido Linoleico (C18:2)	%	0,10	73,00
Ácido Linolénico (C18:3)	%	0,01	13,30

Em algumas das amostras procedeu-se à confirmação de resultados obtidos no NIR, nomeadamente, para o k₂₃₂ e k₂₇₀. Foi realizada a análise por espectrofotometria no ultravioleta segundo a metodologia descrita no Regulamento (UE) N^o 1348/2013. A leitura das amostras foi realizada num espectrofotómetro Jasco 7800.

6.2.3.2. Fenóis totais

O método utilizado para a determinação dos fenóis totais baseia-se na reação do reagente Folin-Ciocalteu com os grupos fenólicos. Este é constituído por uma mistura dos ácidos fosfotúngstico e fosfomolibdico. Em meio alcalino, os fenóis reduzem estes ácidos a óxidos de tungsténio e de molibdénio, de cor azul. A coloração obtida apresenta um máximo de absorvâncias a 765 nm, sendo a sua intensidade proporcional à concentração de fenóis.

Para a preparação da amostra efetuou-se uma micro extração líquido-líquido (LLME) baseado em Pizarro *et al.*(2013) constituído pelas seguintes etapas:

- Pesar 0,5 g de azeite para tubo eppendorf de 2 ml e adicionar 1 ml de solução metanol-água (80:20) (v/v);
- Agitar os tubos em agitador tipo vortex durante 1 minuto e centrifugar a 13400 rpm durante 5 minutos;
- Retirar o sobrenadante;
- Repetir os 3 passos anteriores duas vezes;
- Juntar os 3 extratos de fase metanólica num balão volumétrico de 5 ml e perfazer com água ultrapura.

A quantificação dos fenóis totais foi realizada utilizando uma curva de calibração em ácido gálico com concentrações de 0; 0,5; 1; 2,5; 5; 10 mg L⁻¹.

Para a quantificação dos fenóis totais procedeu-se da seguinte forma:

- Pipetar para uma célula de plástico (1 cm de percurso ótico) 100 µl de extrato fenólico;
- Adicionar 1500 µl de água e 100 µl de reagente Folin-Ciocalteu, agitar e deixar repousar 5 minutos;
- Adicionar 300 µl de carbonato de sódio a 20 % e agitar;
- Repousar 60 min no escuro a 20 °C;
- Ler as absorvâncias a 765 nm num espectrofotómetro Jasco 7800.

A quantificação de fenóis totais é calculada de acordo com a seguinte equação:

$$\text{Fenóis totais (mg de ácido gálico por kg de azeite)} = \frac{100 \times C}{m}$$

em que:

C= Concentração obtida na curva de calibração (mg GAE/L)

m= Massa da amostra (g)

100= Fator de diluição utilizado

6.2.3.3. Análise sensorial

Efetuuou-se a determinação do perfil sensorial característico de cada um dos azeites monovarietais, segundo o procedimento COI/T20/Doc.22. Assim, avaliaram-se as sensações retronasais e as sensações gustativas de forma a constituir uma análise quantitativa descritiva dos azeites monovarietais mais representativos.

6.2.3.4. Hidroxitirosol e tirosol

A extração de compostos fenólicos foi realizada de acordo com o protocolo do Conselho Oleícola Internacional (COI / T.20 / Doc no 29 / Rev.1 2017), a preparação da amostra foi baseada pelo método usado por Rodrigues *et al.* (2019) mas com algumas modificações. Em suma:

- Pesaram-se 0,4 g de azeite para um tubo de 10 mL;
- Adicionou-se de forma rigorosa a solução do padrão interno (25 µL de ácido síngico em 0,15 mg / mL em metanol / água 80/20(v / v)) e agitou-se durante 30 segundos no vortex;
- Acrescentaram-se 2,5 mL de solução metanol / água (80:20, v/v) e agitou-se durante 30 segundos no vortex;
- Para a remoção da gordura adicionaram-se 2,5 mL de hexano e agitou-se mais 5 minutos e de seguida centrifugou-se a mistura a 5000 rotações por minuto (rpm) durante 5 minutos;
- Recolheu-se o sobrenadante e evaporou-se a amostra no evaporador rotativo em banho maria a uma temperatura não superior a 40 °C;
- Resuspenderam-se os extratos fenólicos com 200 µL de metanol e filtraram-se com filtros 0,45 µm;
- Procedeu-se à leitura no HPLC usando o cromatógrafo Agilent 1100. A fase estacionária foi uma coluna Purospher C18 (150 mm x3,9 mm x 4 mm) a fase móvel de (A) H₃PO₄ a 0,2% (v / v), (B) metanol e (C) acetonitrilo a e um fluxo de 1 mL min⁻¹. O programa de gradiente utilizado foi o indicado no documento do COI (2017). O volume de injeção foi de 20 µL.

A quantificação foi efetuada utilizando curvas de calibração para hidroxitirosol e tirosol (0,5; 1,5;7,5 e 10 mg/L).

6.2.3.5. Tocoferóis

A quantificação dos tocoferóis baseou-se na Norma ISO 9936 e efetuou-se por cromatografia líquida de alta pressão (HPLC), usando o método do padrão externo.

A preparação da amostra foi efetuada da seguinte forma:

-Pesar aproximadamente 0,8 gramas de azeite para um balão âmbar de 10 ml e perfazer-se com n-hexano;

-Recolher a amostra com uma seringa e filtrar com filtro GHP acrodisc 25mm com membrana 0,45 µm.

Os tocoferóis foram determinados por cromatografia líquida (HPLC Agilent 1100) com detetor de fluorescência, com uma coluna Lichrospher Si 60 (5mm), fase normal. Usou-se uma eluição isocrática de n-hexano e 2-propanol (99,5:0,5) (v/v) e fluxo de 1,2 mL.min⁻¹. O volume de injeção foi de 20 µl.

6.2.3.6. Pigmentos clorofilinos

A quantificação dos pigmentos clorofilinos foi efetuada de acordo com o método da IUPAC proposto por Pokorný *et al.* (2007).

Foram feitas medições das absorvâncias nos comprimentos de onda de 630, 670 e 719 nm, no espectrofotómetro Biochorom Libra S21.

O teor em pigmentos clorofilinos é calculado usando a seguinte equação:

$$PC = \frac{345,3 \times (Abs\ 670 - (0,5 \times Abs\ 630) - (0,5 \times Abs\ 710))}{10}$$

em que:

PC = Teor em pigmentos clorofilinos (mg de feofitina/kg de azeite)

Abs λ = Absorvância medida no comprimento de onda λ

6.2.3.7. Estabilidade oxidativa

A determinação da estabilidade oxidativa foi realizada em equipamento Rancimat 679 da Metrohm. Este método tem como objetivo promover de forma acelerada a oxidação dos óleos e gorduras. Foi utilizado um fluxo de ar de 20 L/h e 4 ml de amostra de azeite à temperatura do bloco de aquecimento de 120 °C.

Os produtos de oxidação voláteis arrastados pelo fluxo de ar foram recolhidos no vaso com 60 ml de água desionizada, à temperatura ambiente.

Os resultados são expressos em horas.

Nota: O tratamento estatístico de resultados foi realizado pelo software, Statistica, versão 8, da Statsoft, Tulsa.

7. Resultados e discussão

7.1. Caracterização dos frutos

Para a obtenção de um azeite é tão importante a qualidade da matéria-prima, como são os cuidados a ter na colheita e durante a extração. Só se produzem azeites virgens de elevada qualidade sensorial e nutricional, a partir de frutos sãos que garantam que os atributos positivos são refletidos no produto final.

Neste trabalho tentou-se sempre que possível colher azeitona com um índice de maturação próximo de 3,5, valor indicado pelo COI (2011) para o qual a maioria das cultivares atingiu o teor de gordura (ms) máximo. No entanto, nem sempre isso foi conseguido, uma vez que, muitas das amostras foram cedidas pelos agricultores na altura que lhes foi mais conveniente.

Na Tabela 22 estão representados os intervalos de valores obtidos para o índice de maturação, humidade, gordura na matéria seca (GMS), rendimento Abencor e índice de extratibilidade por cultivar.

Tabela 22. Caracterização do índice de maturação, humidade, gordura na matéria seca (GMS), rendimento Abencor e índice de extratibilidade por cultivar (máximo e mínimo)

Cultivar	Índice de Maturação	Humidade (%)	Gordura (ms) (%)	Rendimento Abencor (%)	Índice de Extratibilidade
'Bical'	3,43	63,33	29,54	3,41	0,12
'Borrenta'	1,95	59,43	34,34	11,11	0,32
'Carraspana'	4,04	62,99	28,77	10,29	0,36
Carrasquinha'	[2,01; 5,75]	[47,02; 62,55]	[26,91; 41,18]	[6,63; 16;01]	[0,19; 0,43]
'Cobrançosa'	[2,05; 4,50]	[48,82; 63,17]	[27,82; 48,03]	[6,91; 17,16]	[0,19; 0,38]
'Cordovil'	[0,69; 2,13]	[56,19; 62,96]	[29,32; 43,39]	[7,32; 13,50]	[0,23; 0,37]
'Cornicabra'	[1,50; 5,69]	[52,31; 60,78]	[26,96; 41,41]	[5,06; 17,39]	[0,19; 0,42]
'Galega'	[1,81; 6,46]	[52,72; 63,44]	[20,19; 41,26]	[4,58; 11,44]	[0,14; 0,29]
'Madural'	[2,55; 5,13]	[52,21; 58,55]	[34,48; 49,45]	[10,84; 11,67]	[0,24; 0,33]
'Moral'	4,54	54,40	30,16	9,15	0,3
'Negrinha'	[2,80; 3,86]	[62,12; 65,75]	[35,86; 40,41]	[8,24; 8,88]	[0,22; 0,25]
'Passareira'	[3,13; 5,66]	[57,77; 59,64]	[27,74; 44,64]	[8,58; 11,21]	[0,19; 0,39]
'Redondal'	3,12	69,95	31,88	3,36	0,11
'Verdeal'	[1,00; 2,16]	[54,38; 68,90]	[25,12; 32,83]	[4,42; 9,91]	[0,15; 0,30]

Todas as amostras das cultivares 'Bical', 'Carraspana', 'Negrinha', 'Redondal', bem como algumas provenientes da 'Carrasquinha', 'Cobrançosa', 'Galega' e 'Passareira', apresentavam valores de índice de maturação entre 3-4, portanto de acordo com o referido pelo COI (2011); para as restantes amostras ou colhemos cedo de mais ou tarde de mais relativamente a este valor.

Estudos feitos por Trapani *et al.* (2016) demonstraram que a colheita tardia conduz a pequenos aumentos de rendimento em azeite, a um aumento da acidez (atividade lipásica). A colheita precoce resulta em azeites com alto teor de oleuropeína, a um baixo

rendimento e a um risco de fermentação das pastas de azeitona devido a uma alta concentração de açúcares residuais nas azeitonas.

A humidade das azeitonas em estudo variou entre 47 e 70% e a cultivar que apresentou o maior teor de gordura (ms) foi a “Madural”. Verificou-se que em algumas amostras estávamos perante pastas “muito difíceis” por apresentarem baixo teor de humidade; por outro lado, também houve grandes dificuldades de extração sempre que os frutos apresentaram elevada humidade, nomeadamente, em amostras de ‘Cobrançosa’, o que pode suceder quando os frutos têm origem em olivais de regadio (Peres *et al.*, 2012).

Os rendimentos Abencor e o índice de extratibilidade são em geral bastante baixos comparados com os obtidos por Beltrán *et al.* (2003), nomeadamente para as cultivares ‘Bical’ e ‘Redondal’, com rendimentos de 3,36 e 3,41% e índices de extratibilidade de 0,11 e 0,12, respetivamente. Segundo a caracterização agronómica feita tanto para “Bical” como para “Redondal” ambas são descritas por terem rendimentos entre 18-22% e superiores a 22%, respetivamente.

Estudos realizados por Beltrán *et al.* (2003) concluíram que a extratibilidade depende da maturação do fruto, das substâncias pécticas, do teor em humidade e gordura, mas quando tentamos relacionar esses fatores, em muitos casos, não é possível estabelecer uma relação entre eles.

7.2. Caracterização dos azeites

Na caracterização química dos azeites estudaram-se os critérios da qualidade, a composição em ácidos gordos maioritários (C18:1, C16:0 e C18:2), os fenóis hidrofílicos e lipofílicos, o hidroxitirosol, o tirosol e os pigmentos clorofilinos.

7.2.1. Critérios da qualidade

Na Tabela 23 apresentam-se os valores da média e desvio padrão dos parâmetros químicos que medem a qualidade do azeite.

Fazendo uma análise global dos resultados, podemos concluir que todos os azeites monovarietais estão em conformidade com a categoria de Azeite Virgem Extra (AVE). Em termos médios a acidez apresentou valores muito baixos entre 0,04 a 0,43 % em resultado da utilização de frutos sãos e dos cuidados com o transporte e laboração da azeitona. Este parâmetro, como já referimos, está relacionado com reações de hidrólise dos triacilgliceróis, que levam à formação de ácidos gordos livres, se as azeitonas não estão sãs e não há boas práticas de colheita nem no lagar (Peri, 2014).

Tabela 23. Acidez, IP e absorvâncias no ultravioleta dos azeites monovarietais (média±DP)

Azeites	Acidez (% ácido oleico)	Índice de Peróxido (IP) (meq O ₂ kg ⁻¹)	K₂₃₂	K₂₇₀
Bical	0,03±0,02	7,89±0,17	1,70±0,01	0,17±0,01
Borrenta	0,10±0,02	11,00± 0,12	2,07±0,02	0,18±0,02
Carraspana	0,18 ±0,01	10,58± 0,40	2,07±0,04	0,14±0,01
Carrasquinha	0,09 ± 0,06	8,27 ± 2,40	1,81 ± 0,08	0,18 ± 0,02
Cobrançosa	0,11 ± 0,05	11,07 ± 2,60	1,80 ± 0,17	0,17 ± 0,02
Cordovil	0,09 ± 0,05	12,23 ± 2,80	1,72 ± 0,19	0,19 ± 0,02
Cornicabra	0,07 ± 0,04	11,40 ± 1,24	1,66 ± 0,22	0,19 ± 0,02
Galega	0,05 ± 0,02	9,17 ± 3,18	1,66 ± 0,09	0,18 ± 0,03
Madural	0,08 ± 0,02	10,45 ± 2,45	1,85 ± 0,13	0,17 ± 0,04
Moral	0,11±0,01	15,26±0,26	2,43±0,02	0,21±0,02
Negrinha	0,05 ± 0,03	6,71 ± 2,80	1,68 ± 0,18	0,18 ± 0,04
Passareira	0,04 ± 0,01	7,29 ± 2,07	1,54 ± 0,11	0,15 ± 0,03
Redondal	0,05±0,01	1,97 ±0,17	1,53±0,01	0,17±0,01
Verdeal	0,16 ± 0,11	9,49 ± 0,82	1,78 ± 0,28	0,21 ± 0,05

Os resultados obtidos para o índice de peróxido, K₂₃₂ e K₂₇₀ confirmam que os azeites monovarietais em estudo, estão conforme a categoria de “Azeite Virgem Extra” (AVE) (Regulamento (CE) nº1348/2013).

Está estabelecido na atual legislação que para o Índice de peróxido não pode ser ultrapassado o valor 20 meq O₂ kg⁻¹ e para o K₂₃₂ e K₂₇₀ o limite para esta categoria é 2,50 e 0,22, respetivamente.

Confirmou-se a ausência de defeitos e a mediana do frutado foi sempre superior a zero, pelo que cumprem a legislação para AVE.

Nas determinações efetuadas por NIR no presente trabalho também existe uma calibração comercial para os ésteres etílicos (FAEE). Os resultados obtidos para todas as amostras foram negativos, significando, como era de esperar, que os azeites não têm FAEE.

7.2.2. Pigmentos clorofilinos

São os pigmentos clorofilinos que dão a cor verde ao azeite, cor essa que não tem qualquer tipo de ligação com a sua qualidade; por norma, os azeites mais verdes são provenientes de azeitonas mais verdes, enquanto os azeites mais amarelos são provenientes de azeitonas mais maduras. No entanto, o teor em pigmentos varia com a cultivar, com o estado de maturação da azeitona, com as condições edafo-climáticas, com o processo de extração e as condições de armazenamento (Moyano *et al.*, 2010).

A cor de um azeite é um fator importante de escolha de muitos consumidores, pelo que, quando se comercializa em garrafas transparentes, pode ser critério de rejeição no caso de azeites excessivamente verdes (Moyano *et al.*, 2010).

Na Tabela 24 estão representados os teores médios, máximos e mínimos dos pigmentos clorofilinos dos 63 azeites monovarietais em estudo. Podemos verificar que os azeites Verdeal e Cordovil, com índices de maturação mais baixos (0,69 e 2,16, respetivamente) são os que apresentam o teor em pigmentos mais elevados.

Tabela 24. Teor médio, máximo e mínimo de pigmentos clorofilinos dos azeites monovarietais (mg de feofitina/ g de azeite)

Azeite	Pigmentos clorofilinos (mg de feofitina kg ⁻¹ de azeite)		
	Média ±DP	Máximo	Mínimo
Bical	38,4±0	-	-
Borrenta	44,8±0	-	-
Carraspana	11,8±0	-	-
Carrasquinha	46,6±36,1	78,5	0,4
Cobrançosa	37,8±20,2	73,5	8,1
Cordovil	69,1±12,0	82,5	53,1
Cornicabra	57,4±29,3	78,2	7,4
Galega	19,3±19,9	74,5	1,4
Madural	54,6±22,6	79,2	35,0
Moral	46,0±0	-	-
Negrinha	15,2±18,9	36,8	1,9
Passareira	16,6±20,2	39,4	1,1
Redondal	14,7±0	-	-
Verdeal	73,6±11,5	80,8	60,4

Vários trabalhos publicados mostram que os pigmentos clorofilinos diminuem ao longo da maturação (Henriques *et al.*, 2001; Criado *et al.*, 2007; Matos *et al.*, 2007; Peres *et al.*, 2016). Os resultados obtidos por Peres *et al.* (2016) para azeites Galega e Cobrançosa estão em consonância com os do presente trabalho.

7.2.3. Ácidos gordos

Na Figura 4 apresentam-se os resultados da composição média em ácidos gordos maioritários de cada azeite monovarietal, nomeadamente, ácido oleico (C18:1), palmítico (C16:0) e linoleico (C18:2).

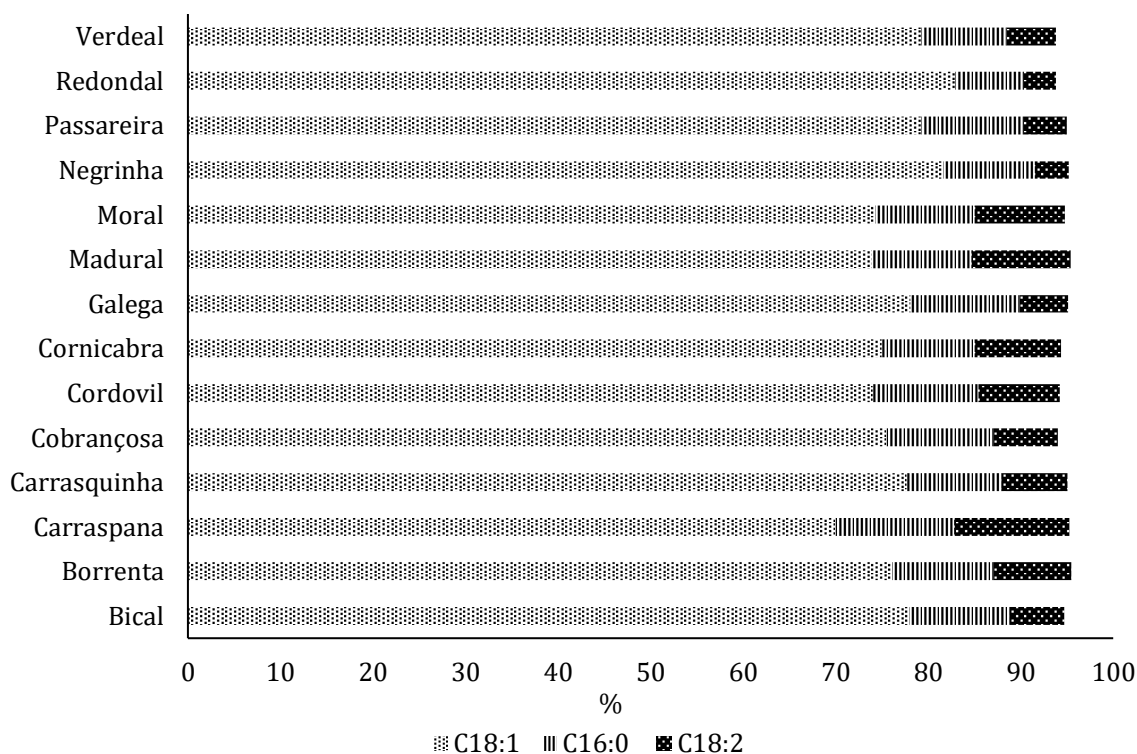


Figura 4. Composição média em ácidos gordos maioritários (%) dos azeites monovariais

Todos os azeites apresentam teores em ácido oleico superiores a 69 %.

Podemos constatar que os azeites Moral, Cornicabra e Madural são os que apresentam valores mais elevados em ácido linoleico. No caso dos azeites Cornicabra estes estão em concordância com Peres *et al.* (2005) que indicam valores médios de 10,03 % de ácido linoleico e 10,07% de ácido palmítico.

Segundo Peres *et al.* (2005), os azeites Carrasquinha provenientes da Região da Beira Alta, caracterizaram-se por terem baixos teores em linoleico ($\approx 3\%$). No entanto, no presente trabalho, só uma amostra está de acordo com esse teor. Em geral, as amostras recolhidas têm valores médios em ácido linoleico de cerca de 7,64 %. Estes resultados estão, no entanto, de acordo com os obtidos por Garcia *et al.* (2012).

A composição em ácidos gordos maioritários das 63 amostras em estudo foi ainda avaliada por análise em componentes principais.

A projeção das amostras no plano definido pelas 2 componentes principais, que explica 99% da informação encontra-se na Figura 5. Não se evidencia uma boa distinção entre todas as cultivares.

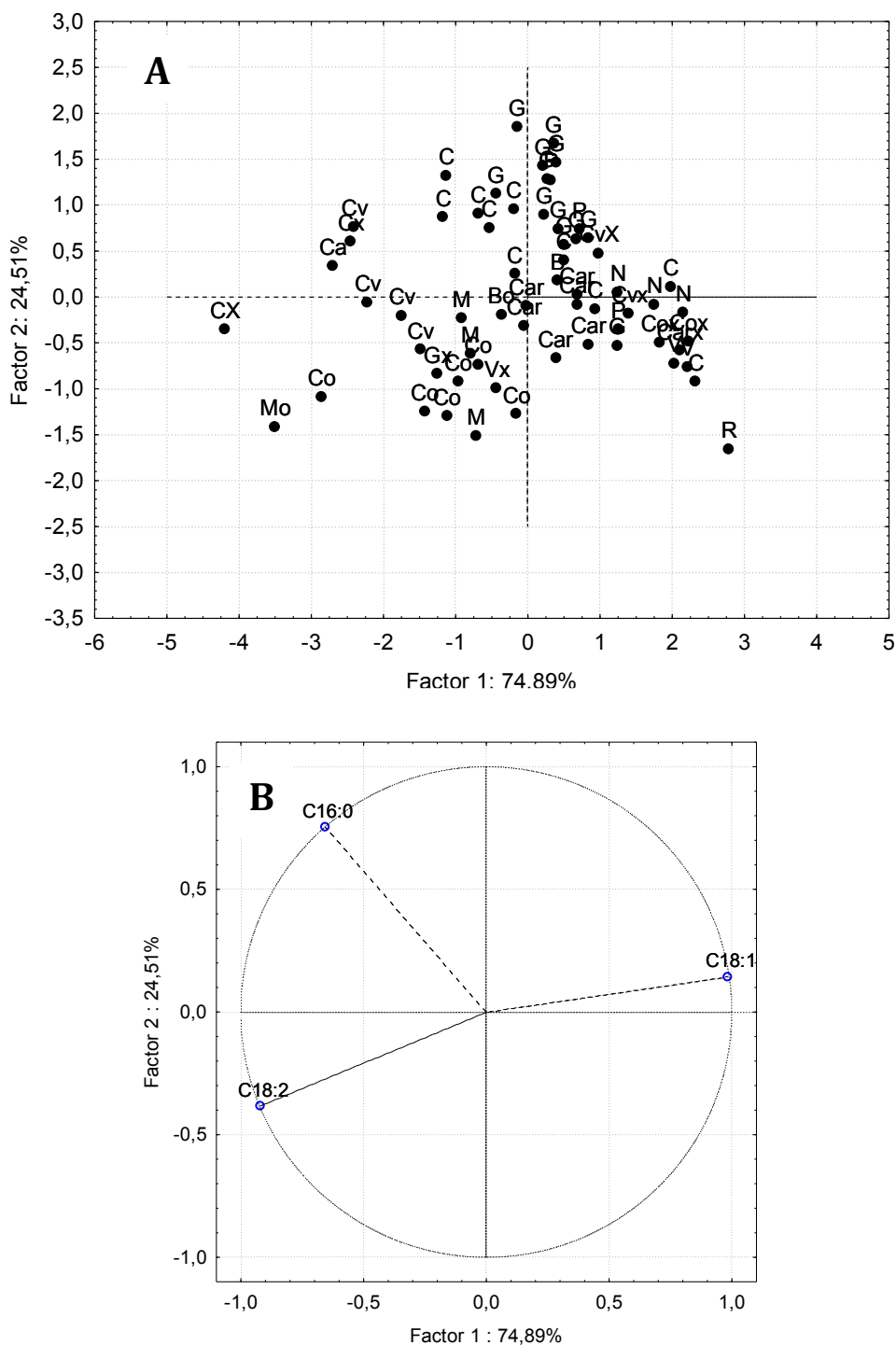


Figura 5. Projeção das amostras (A) e dos coeficientes de correlação das variáveis iniciais (B) no plano definido pelas componentes principais 1 e 2.

Legenda: B- Bical; Bo- Borrenta; Ca- Carraspana; Car- Carrasquinha; C- Cobrançosa; Cv- Cordovil; Co- Cornicabra; G- Galega; M- Madural; Mo- Moral; N- Negrinha; P- Passareira; R- Redondal e V-Verdeal

Tal como se pode observar para estes 3 ácidos gordos não há uma clara separação entre muitos dos azeites monovarietais em estudo, havendo amostras que não estão de acordo com o perfil comum de ácidos gordos (ex: Cx, Vx, Cvx, Cox e Gx). A difícil diferenciação das cultivares pode ser justificada pela variabilidade genética ou má identificação por parte do agricultor.

Alguns dos fatores que podem influenciar a dispersão dos resultados obtidos nos ácidos gordos para cada cultivar são: a componente genética, o clima e as condições agronómicas existentes na Região da CIMBSE (Cayuela-Sánchez *et al.*, 2018).

No que se refere aos azeites Galega os teores encontrados para os ácidos gordos maioritários estão em consonância com os publicados por Peres *et al.* (2016). Ainda assim uma das amostras recolhidas não se agrupa com as restantes por ter alto teor em linoleico (Gx).

Os resultados alcançados para Cobrançosa, Madural e Verdeal estão na generalidade de acordo com estudos anteriores (Pereira *et al.*, 2002; Peres *et al.*, 2016), embora haja amostras que também não se agrupam (Cx e Vx).

No caso da Cordovil os dados estão em concordância com Garcia *et al.* (2012) e Andrade (2018), à exceção de duas amostras de azeite Cordovil (Cvx). Por outro lado, os valores obtidos para 'Bical' e 'Cordovil' são bastantes diferentes do que está publicado por Lorenzo *et al.* (2002) para a 'Bical' e 'Cordovil de Castelo Branco', em amostras provenientes da Beira Baixa.

Para Negrinha os resultados também encontram-se em consonância com Garcia *et al.* (2012).

No presente estudo o azeite Redondal separa-se dos restantes por ser o mais pobre em ácido palmítico. Por seu turno, os resultados obtidos nesta amostra estão de acordo com Rodrigues *et al.* (2018).

Não foram encontrados trabalhos realizados por outros autores para as cultivares 'Moral', 'Passareira' e 'Carraspana'.

7.2.4. Tocoferóis totais

Para além da composição em ácidos gordos, os tocoferóis (vitamina E) são compostos minoritários presentes em todos os óleos vegetais e têm um papel muito importante na nossa alimentação, uma vez que, é onde vamos buscar as vitaminas necessárias para o bom funcionamento do nosso organismo.

A vitamina E é um antioxidante presente no azeite em quantidades elevadas logo após a extração, mas com tendência a diminuir ao longo do tempo por se iniciarem os processos oxidativos. Quando as condições de armazenamento do azeite são

inadequadas os teores em vitamina E também diminuem (Velasco e Dobarganes, 2002).

A Figura 6 resume os resultados dos teores em tocoferóis dos azeites das cultivares em estudo, com exceção do azeite Bical.

Para 'Borrenta', 'Carraspana', 'Madural' e 'Moral' os dados não são representativos na medida em que só se analisou uma amostra por cultivar.

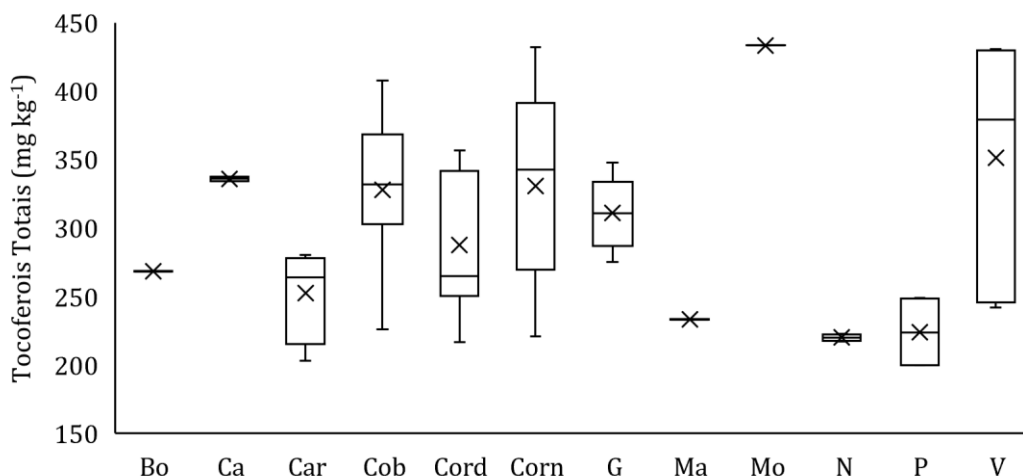


Figura 6. Tocoferóis totais dos azeites monovarietais

Legenda: Bo- Borrenta; Ca- Carraspana; Car- Carrasquinha; Cob- Cobrançosa; Cord- Cordovil; Corn- Cornicabra; G- Galega; Ma- Madural; Mo- Moral; N- Negrinha; P- Passareira e V-Verdeal

Podemos concluir que, de uma forma geral, todos os azeites apresentam valores de tocoferóis elevados estando de acordo com a literatura (Garcia *et al.*, 2012; Peres *et al.*, 2016). Assim, para os azeites Galega e Cobrançosa os resultados são semelhantes aos obtidos por Peres *et al.* (2016).

Por seu turno, os estudos realizados por Gouveia *et al.* (2003) exibem valores ligeiramente inferiores aos obtidos nas amostras estudadas, designadamente para Galega e Cordovil onde os tocoferóis totais médios foram de 270,3 e 180,2 mg kg⁻¹, respetivamente.

Vários estudos relatam que os tocoferóis têm tendência a diminuir ao longo da maturação (Aguilera *et al.*, 2005). Estudos realizados por Garcia *et al.* (2012) para azeites das cultivares 'Cordovil', 'Carrasquinha', 'Verdeal' e 'Negrinha do Freixo' concluíram, como esperado, que o α -tocoferol é o tocoferol mais abundante, representando cerca de 90% dos tocoferóis totais presentes no azeite; o azeite da cultivar 'Verdeal' foi o que apresentou teores de tocoferóis totais mais elevados, o que se verificou também no presente estudo, dado que em termos médios teve valores na ordem dos 350 mg kg⁻¹.

Os azeites que apresentam valores superiores a 1,8 mg de vitamina E por 100 g azeite, podem utilizar a alegação de saúde relativamente à vitamina E (EFSA, 2011). Os azeites monovarietais em estudo apresentaram valores superiores ao que está definido pela EFSA, por isso, todos eles estão em condições de usufruir desta alegação de saúde; além disso, a presença destes compostos pode aumentar a estabilidade oxidativa do azeite, sem ter qualquer impacto no sabor amargo, como é o caso dos fenóis hidrofílicos (Peri, 2014).

7.2.5. Fenóis totais

Os teores em fenóis totais dos azeites monovarietais oscilaram entre os 230 e 1300 mg GAE/kg azeite (Figura 7). Estes resultados devem-se a vários fatores, nomeadamente a maioria das amostras apresentava baixo índice de maturação, os frutos estavam sãos, a extração do azeite foi feita dentro das 24 h após a sua colheita, não houve adição de água na batedeira e as amostras foram analisadas no período máximo de 1 mês após a sua extração.

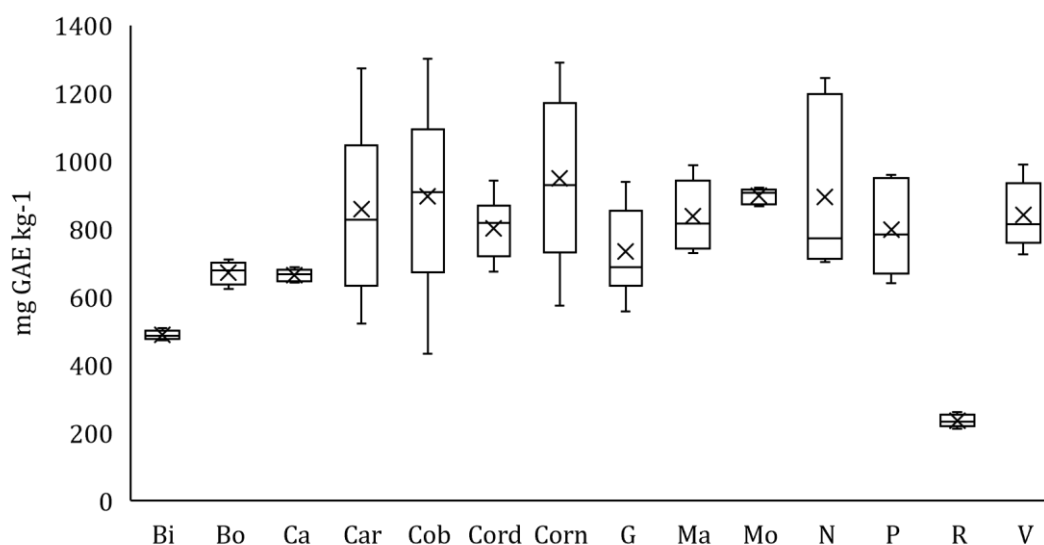


Figura 7. Fenóis totais dos azeites monovarietais

Legenda: Bi- Bical; Bo- Borrenta; Ca- Carraspana; Car- Carrasquinha; Cob- Cobrançosa; Cord- Cordovil; Corn- Cornicabra; G- Galega; Ma- Madural; Mo- Moral; N- Negrinha; P- Passareira; R- Redondal e V-Verdeal

Os azeites Carrasquinha, Cobrançosa, Cornicabra e Negrinha apresentaram os teores mais elevados em fenóis totais. O azeite Redondal exibiu os teores mais baixos de fenóis totais, apesar de ter sido extraído de azeitona com índice de maturação de 3,0, podendo ser uma característica desta cultivar, que importa investigar.

Os valores encontrados para os azeites Cobrançosa e Galega correspondem aos teores encontrados por outros autores para os mesmos intervalos de índice de maturação (Maia, 2014; Peres *et al.*, 2016). Por outro lado, Andrade (2018) para azeite Galega obteve resultados na ordem dos 291,73 e 384,15 mg GAE/kg azeite em amostras provenientes de Idanha-a-Nova.

Servili *et al.* (2004) estudou a concentração fenólica de cinco cultivares italianas e concluiu que a cultivar tem um papel importante na composição absoluta de alguns dos compostos fenólicos hidrofílicos presentes no azeite virgem. Refere ainda que ao longo da maturação da azeitona a concentração desses compostos diminui. Assim, algumas das diferenças existentes na concentração em fenóis totais das amostras em estudo, pode ser justificada pelas variações do estado de maturação dentro de cada cultivar e pelo facto da cultivar influenciar determinadamente a concentração no azeite destes compostos.

7.2.6. Hidroxitirosol e tirosol

Para 8 das cultivares em estudo quantificou-se o teor em hidroxitirosol e tirosol por serem alguns dos compostos fenólicos presentes no azeite com propriedades benéficas para a saúde (Servili *et al.*, 2004). Verifica-se que os teores de tirosol dos azeites monovarietais são superiores aos de hidroxitirosol (Figura 8).

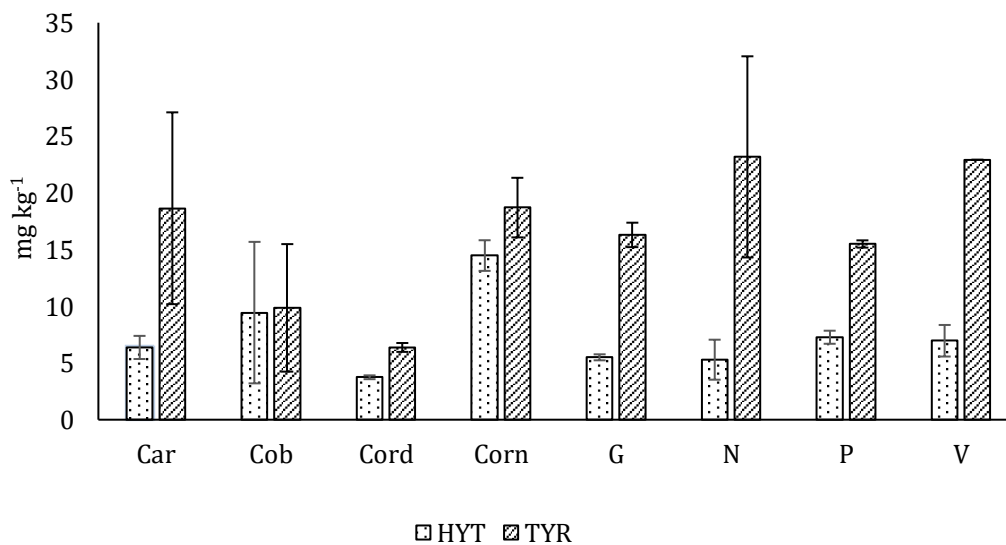


Figura 8. Teor médio de hidroxitirosol e tirosol (mg kg⁻¹)

Legenda: Car- Carrasquinha; Cob- Cobrançosa; Cord- Cordovil; Corn- Cornicabra G- Galega; N- Negrinha; P- Passareira e V- Verdeal

Os azeites Verdeal e Negrinha foram os que apresentam um teor médio em tirosol mais elevado; por seu turno, os teores médios de hidroxitirosol foram mais elevados em Cornicabra e Cobrançosa. Vários estudos relatam que a concentração destes compostos varia ao longo da maturação dos frutos, com o clima e com a técnica de irrigação (Tovar *et al.*, 2002; Morelló *et al.*, 2006; Franco *et al.*, 2014).

Gómez-Rico *et al.* (2008) referiu que houve um aumento da concentração do hidroxitirosol de algumas das cultivares ao longo da maturação, mas não encontrou diferenças significativas nesses aumentos em quase todas as cultivares por ele

estudadas. Refere também que o aumento desse composto pode ser resultado da degradação da oleuropeína durante o amadurecimento dos frutos, devido ao aumento da atividade de algumas enzimas hidrolíticas durante a maturação.

A quantificação do hidroxitirosol e tirosol, por si só, não é suficiente para tirar partido do uso de alegações de saúde. Para isso ser possível, teria de se efetuar a hidrólise dos seus derivados (oleaceína, oleocantal, entre outros) (Reboredo *et al.*, 2017) que são maioritários nos azeites (Peres *et al.*, 2016; Rodrigues *et al.*, 2018). São portanto, os derivados do hidroxitirosol e tirosol os principais compostos que contribuem para as alegações de saúde (Torres *et al.*, 2018). Só depois disso é que poderíamos verificar se os Azeites de Montanha cumpriam com a alegação de saúde.

7.2.7. Estabilidade oxidativa

A Figura 9 relaciona a estabilidade oxidativa com o índice de maturação dos azeites monovarietais em estudo, exceto para os azeites Bical, Redondal e Madural, que já não tinham azeite para fazer estabilidade oxidativa. Podemos concluir que os azeites Carrasquinha, Cobrançosa, Negrinha e Passareira, obtidos de azeitonas com índices de maturação idênticos ($\approx 3,0$), foram os que apresentaram a estabilidade oxidativa mais elevada. Os azeites Carrasquinha e Cobrançosa analisados são ligeiramente menos estáveis, que os azeites Negrinha e Passareira por terem uma percentagem de ácidos gordos polinsaturados superior.

Para o azeite Cordovil e Verdeal, com o mesmo índice de maturação dos frutos, existe uma diferença de cinco horas na estabilidade dos dois azeites, em resultado do menor teor em polinsaturados do azeite Verdeal.

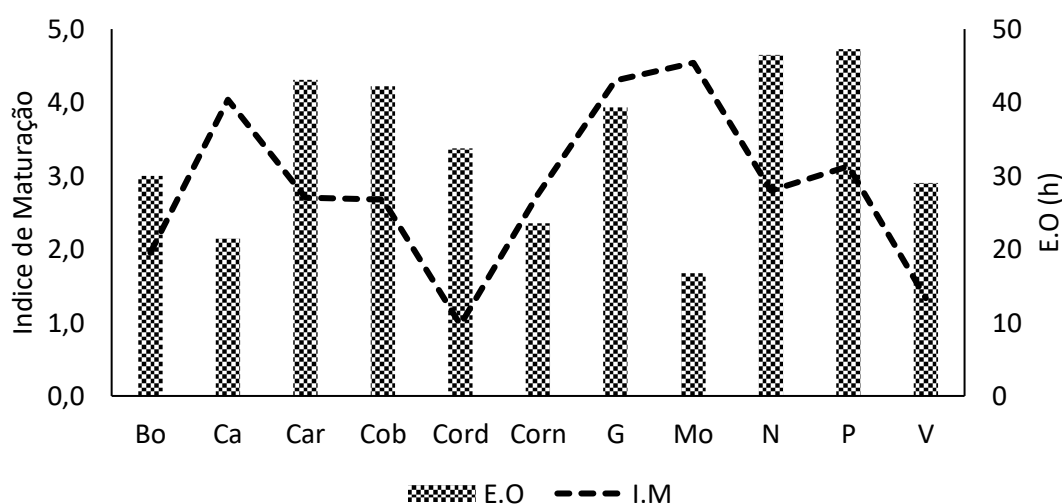


Figura 9. Estabilidade oxidativa dos azeites monovarietais vs. índice de maturação

Legenda: Bo- Borrenta; Ca- Carrasquenha; Car- Carrasquinha; Cob- Cobrançosa; Cord- Cordovil; G- Galega; Mo- Moral; N- Negrinha; P- Passareira e V-Verdeal

Dos resultados obtidos para a estabilidade oxidativa verificamos, como era esperado, que os azeites mais pobres em polinsaturados são os mais estáveis (Velasco e Dobarganes, 2002; Frankel, 2010)

Os azeites das cultivares 'Galega' e 'Moral' têm índice de maturação idênticos, mas o azeite Galega mostrou ser mais estável, o que pode ser justificado pelo facto do azeite Moral ser mais rico em polinsaturados e ter menor teor de fenóis totais.

Estudos realizados por Arcoleo et al. (2006) concluíram que existe uma forte correlação da estabilidade oxidativa com o teor em fenóis, a relação oleico/linoleico, e os tocoferóis.

7.2.8. Análise sensorial

Este trabalho como foi referido inicialmente também teve como finalidade a caracterização sensorial dos azeites monovarietais, com o objetivo de identificar os descritores positivos. Desta forma, foi possível construir os perfis sensoriais de oito cultivares produzidas na Região CIMBSE.

Em todas as cultivares em estudo observou-se que havia uma sobreposição dos descritores sentidos por via retronasal (sensações olfativas) com os da via ortonasal (sensações gustativas). Para simplificação dos resultados na Figura 10 estão representados os perfis sensoriais das sensações olfativas retronasais e gustativas (amargo, picante e doce) dos azeites das cultivares 'Cornicabra', 'Negrinha', 'Cobrançosa', 'Galega', 'Cordovil', 'Passareira', 'Verdeal' e 'Carrasquinha'.

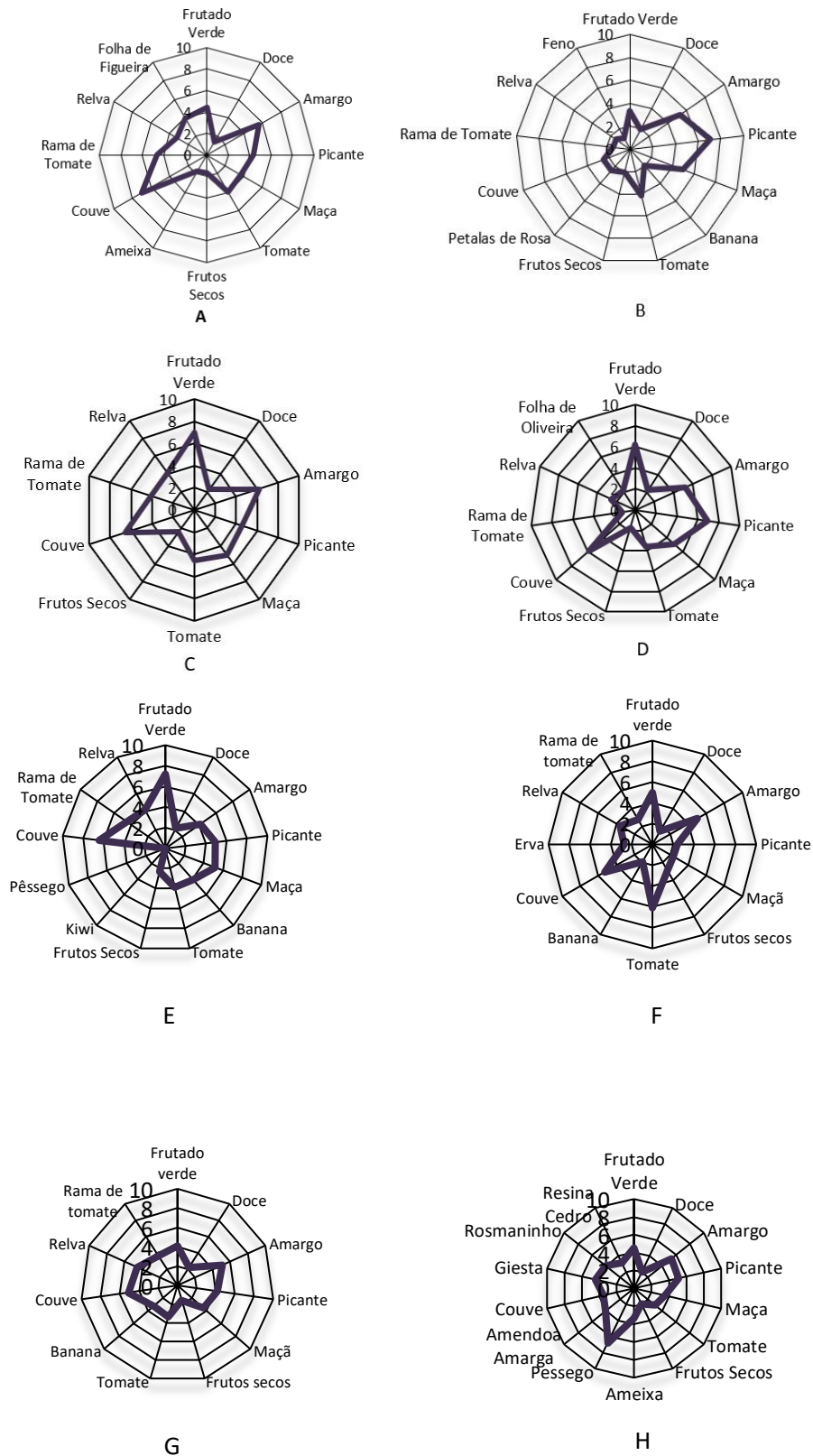


Figura 10. Perfis sensoriais das sensações olfato-gustativas dos azeites monovarietais

Legenda: A- Cornicabra; B- Negrinha do Freixo; C- Cobrançosa; D- Galega; E- Cordovil; F- Passareira; G-Verdeal e H- Carrasquinha

Fazendo uma análise global dos resultados obtidos dos perfis sensoriais característicos dos azeites das 8 cultivares em estudo, podemos concluir que as sensações gustativas transversais a todas elas são os atributos a maçã, tomate, frutos secos, relva e couve.

De uma forma geral, no que diz respeito ao sabor, os azeites são caracterizados por terem amargo e picantes médios, onde o amargo prevalece.

Os azeites da cultivar 'Cornicabra' são pouco doces, com mais amargo do que picante, apresentam sensações herbáceas, nomeadamente, a couve, a rama de tomate e a folha de figueira.

O azeite Negrinha era um azeite picante, onde predominam as notas a maçã e tomate.

O azeite da cultivar 'Cobrançosa' a nível de gustativo apresenta um frutado verde intenso, onde a sensação herbácea a couve se destaca e tem notas de tomate e maçã; é caracterizado por ser um azeite mais amargo que picante.

Os azeites da cultivar 'Galega' apresentam-se mais picantes do que amargos com notas de couve, tomate, maçã e com pouca intensidade das sensações de relva e rama de tomate.

No que diz respeito ao azeite da cultivar 'Cordovil', este caracteriza-se por ser pouco amargo e picante, mas com uma intensidade de frutado verde elevada e com algumas notas a frutos.

No azeite Passareira as sensações dos frutos foram bastante intensas, nomeadamente, a tomate e são mais amargos que picantes.

O azeite Verdeal apresenta-se mais amargos do que picante e persistente com notas a couve, rama de tomate, relva, banana e tomate.

Por último, o azeite proveniente da cultivar 'Carrasquinha' foi o mais complexo do ponto de vista sensorial, dado que apresenta diversas sensações olfato gustativas, nomeadamente, pêssego, amêndoa amarga, giesta, rosmaninho, resina de cedro, ameixa, couve, frutos secos, tomate e maçã. São ainda caracterizados como azeites pouco amargos e picantes.

Para além destes atributos mencionados ainda foram encontradas notas de pétalas de rosa e feno nos azeites Negrinha e kiwi em Cordovil.

Como foi mencionado anteriormente os azeites ricos em compostos fenólicos são de uma maneira geral mais amargos, picantes e adstringentes e isso confirmou-se na avaliação sensorial das amostras em estudo.

8. Conclusões

Os “Azeites de Montanha” são assim designados devido à sua produção e transformação ser realizada na sub-região das Beiras e Serra da Estrela, apresentando como limites a norte a sub-região do Douro, a noroeste Viseu e Dão Lafões, a sudoeste a Região de Coimbra e a Sul a sub-região da Beira Baixa.

No presente trabalho analisaram-se azeites provenientes de 14 cultivares desta Região nomeadamente: ‘Cornicabra’, ‘Galega Vulgar’, ‘Cobrançosa’, ‘Cordovil’, ‘Carrasquinha’, ‘Madural’, ‘Passareira’, ‘Redondal’, ‘Bical’, ‘Borrenta’, ‘Carraspana’, ‘Negrinha’ e ‘Moral’. Pela primeira vez caracterizaram-se azeites das cultivares ‘Moral’, ‘Carraspana’ e ‘Passareira’.

Relativamente à qualidade potencial destes azeites verificámos que apresentaram muito baixa acidez ($< 0,4\%$) e os restantes critérios de qualidade cumprem os limites impostos para a categoria “Azeite Virgem Extra”. O exame organolético destes azeites também confirmou a ausência de defeitos e mediana de frutado superior a zero, pelo que cumprem a legislação para AVE.

Os fenóis hidrofílicos apresentaram teores muito elevados (teores médios de 763 mg GAE kg⁻¹ para o azeite Galega e de 998 mg GAE kg⁻¹ para o azeite Cobrançosa). O teor em hidroxitirosol foi mais elevado no azeite Cornicabra, enquanto que o de tirosol foi superior no azeite Negrinha.

A composição em fenóis lipofílicos (principalmente alfa-tocoferol) apresentou valores médios entre 220 mg kg⁻¹ (Negrinha) e 405 mg kg⁻¹ (Verdeal).

Os azeites obtidos da cultivar 'Negrinha' apresentaram teores mais elevados em ácidos gordos monoinsaturados (C18: 1 > 80%) e altos teores em fenóis hidrofílicos (>700 mg GAE kg⁻¹).

O azeite Cornicabra apresentou teores mais elevados em ácidos gordos insaturados e, conseqüentemente, a menor estabilidade oxidativa, embora com um alto teor em fenóis hidrofílicos (> 500 mg GAE kg⁻¹).

No que se refere à análise sensorial quantitativa descritiva os azeites Carrasquinha e Negrinha foram os que apresentaram maior complexidade. No azeite Carrasquinha foram encontradas notas de pêsego, amêndoa amarga, giesta, rosmaninho, resina de cedro, ameixa, algumas sensações de couve, frutos secos, tomate, maçã, amargo e picante. A intensidade de amargo e picante relacionou-se principalmente com o teor em fenóis totais e com as azeitonas mais verdes.

Os resultados obtidos no presente trabalho são uma boa contribuição para ajudar a promover a diferenciação dos “Azeites de Montanha”, pelo que se deve continuar a estudar outras cultivares autóctones, bem como avaliar as características dos azeites em vários estados de maturação e em diferentes anos de produção. Tal, foi aqui apenas iniciado.

Referências Bibliográficas

- AGRILOGIS. (2014). "A caraterização do olival da Beira Interior". – Associação de Agricultores Para Produção Integrada de Frutos de Montanha.
- Aguilera, M. P., Beltrán, G., Ortega, D., Fernández, A., Jiménez, A., e Uceda, M. (2005). Characterisation of virgin olive oil of Italian olive cultivars: "Frantoio" and "Leccino", grown in Andalusia. *Food Chemistry*. 89:387–391.
- Andrade, T. S. F. (2018). Azeites de Agricultura Biológica – Valorização do Azeite Virgem de Idanha-a-Nova. Tese Mestrado de Inovação e Qualidade na Produção Alimentar. ESACB/IPCB
- Aparicio, R., e Luna, G. (2002). Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 96:4577–4583
- Aragón, Á., Cortés, J. M., Toledano, R. M., Villén, J., e Vázquez, A. (2011). Analysis of wax esters in edible oils by automated on-line coupling liquid chromatography-gas chromatography using the through oven transfer adsorption desorption (TOTAD) interface. *Journal of Chromatography A*. 1218:4960–4965.
- Arcoleo, G., Corona, O., Russa, E. L. A., Indovina, M. C., Pusateri, U., e Varvaro, G. (2006). Effect of various parameters on virgin olive oil stability measured by Rancimat. *Italian Journal of Food Science*, 18(5), 424–429.
- Baccouri, O., Guerfel, M., Baccouri, B., Cerretani, L., Bendini, A., Lercker, G., Zarrouk, M., e Miled, D. D. B. (2008). Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry*. 109:743–754.
- Beltrán, G., Uceda, M., Jiménez, A., e Aguilera, M. P. (2003). Olive oil extractability index as a parameter for olive cultivar characterisation. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 83:503–506.
- Biedermann, M., Bongartz, A., Mariani, C., e Grob, K. (2008). Fatty acid methyl and ethyl esters as well as wax esters for evaluating the quality of olive oils. *European Food Research and Technology*. 228:65–74.
- Boskou, D. (2006). *Olive oil: chemistry and technology*. 2 ed, AOCS Publishing, Thessalonki
- Boskou, D. (2009): *Olive oil. Minor constituents and health*. London: CRC Press
- Casa do Azeite, (2019). www.casadoazeite.pt; acedido em 14 de novembro de 2019.
- Cayuela-Sánchez, J. A., e Palarea-Albaladejo, J. (2018). Olive oil nutritional labeling by using Vis/NIR spectroscopy and compositional statistical methods. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 51:139-147.
- Cerretani, L., Salvador, M. D., Bendini, A., e Fregapane, G. (2008). Relationship between sensory evaluation performed by Italian and spanish official panels and volatile and phenolic profiles of virgin olive oils. *Chemosensory Perception*. 1:258–267
- Chiacchierini, E., Mele, G., Restuccia, D., e Vinci, G. (2007) Impact evaluation of innovative and sustainable extraction technologies on olive oil quality. *Trends in Food Science and Technology*. 18:299–305.

CIMBSE (2018). Território Intermunicipal Beiras e Serra da Estrela. <https://cimbse.pt/territorio-intermunicipal-beiras-e-serra-da-estrela/> acessado em 19 de fevereiro de 2019

COI. (2011). International Olive Council Guide for the Determination of the Characteristics of Oil-Olives. Disponível em: <http://www.internationaloliveoil.org/>. Conselho Oleícola Internacional.

COI. (2015). International Trade Standard Applying To Olive Oils and Olive-Pomace Oils. 1-17. Disponível em: <http://www.internationaloliveoil.org/> Conselho Oleícola Internacional.

COI. (2017). Determination of Biophenols in olive oil by HPLC. 1-8. Disponível em: <http://www.internationaloliveoil.org/>. Conselho Oleícola Internacional.

Cordeiro, A., Santos, M.L.C. e Morais, N.C. (2014). As Variedades de Oliveira. Pp:174- 232. In O Grande Livro da Oliveira e do Azeite. Editor: J. Böhm. Dinalivro.

Cordeiro, A. (2015) Caracterización de las aceitunas de mesa y tipos de conservas más usadas en Portugal. Comunicação oral. Jornadas "Nuevas tecnologías en la aceituna de mesa". Almendralejo, 11 Junho.

Criado, M. N., Romero, M. P., e Motilva, M. J. (2007). Effect of the technological and agronomical factors on pigment transfer during olive oil extraction. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 55: 5681-5688.

Cunha, S. C., Amaral, J. S., Fernandes, J. O., e Oliveira, M. B. P. (2006). Quantification of tocopherols and tocotrienols in Portuguese olive oils using HPLC with three different detection systems. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 54: 3351-3356.

DGAV (2016). Catálogo Nacional de Variedades do COTHN. Disponível em: <https://www.cothn.pt/publicfiles/isfjyaq9ysdcxppntl3lxrvlhaxvbp2cadfoqwdj.pdf>. Direção Geral e Alimentação e Veterinária.

DRAPC (2008) Produtos Tradicionais de Qualidade na Região Centro. Disponível em: http://ptqc.drapc.minagricultura.pt/documentos/azeites_beira_interior.htm. Direção Regional de Agricultura e Pescas do Centro.

EFSA. (2011). Scientific Opinion on the substantiation of health claims related to polyphenols in olive and protection of LDL particles from oxidative damage (ID 1333, 1638, 1639, 1696, 2865), maintenance of normal blood HDL cholesterol concentrations (ID 1639), EFSA Journal. 9:2033.

El Riachy, M., Priego-Capote, F., León, L., Rallo, L., e Luque de Castro, M. D. (2011). Hydrophilic antioxidants of virgin olive oil. Part 1: Hydrophilic phenols: A key factor for virgin olive oil quality. European Journal of Lipid Science and Technology. 113: 678-691

Fernández-Cuesta, A., León, L., Velasco, L., e De la Rosa, R. (2013). Changes in squalene and sterols associated with olive maturation. Food Research International. 54: 1885-1889

Fevereiro, P. (2014). A Diversidade Biomolecular da Oliveira Portuguesa. Pp:160-171. In O Grande Livro da Oliveira e do Azeite. Editor: J. Böhm. Dinalivro.

- Franco, M. N., Galeano-Díaz T., López, Ó., Fernández-Bolaños, J. G., Sánchez, J., De Miguel, C., Gil, M. V. e Martín-Vertedor, D. (2014). Phenolic compounds and antioxidant capacity of virgin olive oil. *Food Chemistry*. 163:289–298.
- Frankel, E. N. (2010). Chemistry of extra virgin olive oil: Adulteration, oxidative stability, and antioxidants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 58: 5991–6006
- Garcia, B., Magalhães, J., Fregapane, G., Salvador, M. D., e Paiva-Martins, F. (2012). Potential of selected Portuguese cultivars for the production of high quality monovarietal virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*.
- Gharbi, I., Moret, S., Chaari, O., Issaoui, M., Conte, L. S., Lucci, P., e Hammami, M. (2017). Evaluation of hydrocarbon contaminants in olives and virgin olive oils from Tunisia. *Food Control*. 75:160–166.
- Gómez-Caravaca, A., Segura-Carretero, A., Cerretani, L., Fernández-Gutiérrez, A., Bendini, A., Carrasco-Pancorbo, A., e Lercker, G. (2008). Phenolic Molecules in Virgin Olive Oils: A Survey of Their Sensory Properties, Health Effects, Antioxidant Activity and Analytical Methods. An Overview of the Last Decade. *Molecules*, 12: 1679-1719
- Gómez-Rico, A., Fregapane, G., e Salvador, M. D. (2008). Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*. 41: 433–440
- Gómez-Rico, A., Salvador, M. D., Moriana, A., Pérez, D., Olmedilla, N., Ribas, F., e Fregapane, G. (2007). Influence of different irrigation strategies in a traditional Cornicabra cv. olive orchard on virgin olive oil composition and quality. *Food Chemistry*. 100:568–578.
- Gouveia, C., Peres, M. F., Vitorino, M. C., Henriques, L. R., e Pinheiro-Alves, M. C. (2003). Polifenóis e tocoferóis em azeites monovarietais. *Actas Portuguesas de Horticultura*. 13:209–214.
- Guillaume, C., Ravetti, L., e Gwyn, S. (2012). Characterisation of phenolic compounds in oils produced from frosted olives. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 87:247–254.
- Henriques, L. R., Conceição, A. C., Peres, M. F., e Pinheiro-Alves, M. C. (2001). β -caroteno e pigmentos clorofilinos em azeites monovarietais da Beira Baixa, campanha 1998/99 *Revista das Ciências Agrárias*, 199-204.
- Inarejos-García, A. M., Gómez-Rico, A., Salvador, M. D., e Fregapane, G. (2009). Influence of malaxation conditions on virgin olive oil yield, overall quality and composition. *European Food Research and Technology*. 228:671–677
- INE (2018). Estatística Agrícola de 2018. Lisboa. Disponível em: www.ine.pt. Instituto Nacional de Estatística
- Kalua, C. M., Allen, M. S., Bedgood Jr, D. R., Bishop, A. G., Prenzler, P. D., e Robards, K. (2007). Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry* 100: 273–286.
- Kiritsakis, A. e Shahidi, F. (2017). *Olives and Olive Oil as Functional Foods: Bioactivity, Chemistry and Processing*; 1ed, John Wiley & Sons, Ltd.: Hoboken, NJ, USA.

- Kritioti, A., Menexes, G. e Drouza, C. (2018). Chemometric characterization of virgin olive oils of the two major Cypriot cultivars based on their fatty acid composition. *Food Research International*. 103: 426–437.
- Lazzerini, C., e Domenici, V. (2017). Pigments in Extra-Virgin Olive Oils Produced in Tuscany (Italy) in Different Years. *Foods*. 6(4), 25.
- Leitão, F., Potes, M.F., Calado, M.L. e Almeida, F. J. (1986). Descrição das variedades de oliveira cultivadas em Portugal. MAPA. DGPA. Lisboa.
- Lorenzo, M.I., Pavón, P.J., Laespada, F.M., Pinto, G.C., Cordero, M.B., Henriques, L., Peres, M.F, Simões, M. e Lopes, P. (2002) Application of headspace–mass spectrometry for differentiating sources of olive oil. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*. 374(7-8), 1205-1211.
- Lozano Sánchez, J., Segura Carretero, A. e Fernández Gutiérrez, A. (2009). Composición del aceite de oliva. *Aceite de oliva virgen: Tesoro de Andalucía*. 197-224. Málaga.
- Lozano-Sanchez, J., Cerretani, L., Bendini, A., Segura-Carretero, A., e Fernández-Gutiérrez, A. (2010). Filtration process of extra virgin olive oil: effect on minor components, oxidative stability and sensorial and physicochemical characteristics. *Trends in Food Science and Technology*. 21: 201- 211.
- Maia, F. (2014). Estudos de Estabilidade Exidativa em Azeites Monovarietais. Tese Mestrado de Inovação e Qualidade na Produção Alimentar. ESACB/IPCB
- Matos, L. C., Pereira, J. A., Andrade, P. B., Seabra, R. M., e Oliveira, M. B. P. (2007). Evaluation of a numerical method to predict the polyphenols content in monovarietal olive oils. *Food Chemistry*. 102(3), 976-983.
- Martínez-Vidal, J. L., Garrido-Frenich, A., Escobar-García, M. A., e Romero-González, R. (2007). LC-MS determination of sterols in olive oil. *Chromatographia*. 65:695–699.
- Moyano, M. J., Heredia, F. J., e Meléndez-Martínez, A. J. (2010). The color of olive oils: The pigments and their likely health benefits and visual and instrumental methods of analysis. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 9:278–291.
- Norma Portuguesa (NP) 896, (1986). Gorduras e óleos comestíveis. Preparação da amostra.
- Nieto, L. M., Hodaifa, G. e Peña, J. L. L. (2010). Changes in phenolic compounds and Rancimat stability of olive oils from varieties of olives at different stages of ripeness *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 90:2393–2398.
- Pereira, J. A., Casal, S., Bento, A., e Oliveira, M. B. P. P. (2002). Influence of olive storage period on oil quality of three Portuguese cultivars of *Olea europea*, Cobrançosa, Madural, and Verdeal Transmontana. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(22). 6335–6340.
- Peres, F., Martins, L. L., Mourato, M., Vitorino, C., Antunes, P., e Ferreira-Dias, S. 2016. Phenolic compounds of “Galega Vulgar” and “Cobrançosa” olive oils along early ripening stages. *Food Chemistry*. 211, 51–58.
- Peres, M. F., Henriques, L., Vitorino, M. C., Simões-Lopes, P., Gouveia, C. e Pinheiro-Alves, M. C. (2005). Characterisation of monovarietal virgin olive oil of “Beira Alta” Region (Portugal). *Journal of Chemical Information and Modeling*. 53:1689–1699

Peres, M. F., Martins, L. L., e Ferreira-Dias, S. (2012). Otimização da extração de azeite de azeitona “Cobrançosa” por adição de adjuvantes tecnológicos. VI Simpósio Nacional de Olivicultura, 21:375–380.

Peri, C. (2014). The extra-virgin olive oil chain. John Wiley and Sons. UK.

Pokorny, J., Kalinova, L., e Dysseleer, P. (1995). Determination of chlorophyll pigments in crude vegetable oils: Results of a collaborative study and the standardized method (Technical Report). Pure and Applied Chemistry. 67:1781–1787.

PVAM (2019). Projeto de Promoção e Valorização de Azeites de Montanha. <https://azeitesdemontanha.pt/>. Acedido em 19 de novembro de 2019.

Regulamento (CEE) n.º 2082/92 do Conselho de 14 de julho de 1992, relativo aos certificados de especificidade dos produtos agrícolas e dos géneros alimentícios. Jornal Oficial das Comunidades Europeias n.º L, 208, 0009-0014.

Regulamento de Execução (UE) N.º 1348/2013 da Comissão de 16 de dezembro de 2013 que altera o Regulamento (CEE) N.º 2568/91, relativo às características dos azeites e dos óleos de bagaço de azeitona, bem como aos métodos de análise relacionados.

Rodrigues, N., Casal, S., Pinho, T., Peres, A. M., Bento, A., Baptista, P., e Pereira, J. A. (2019). Ancient olive trees as a source of olive oils rich in phenolic compounds. Food Chemistry, 276: 231–239

Salvador, M. D., Aranda, F., e Fregapane, G. (2001). Influence of fruit ripening on ‘Cornicabra’ virgin olive oil quality a study of four successive crop seasons. Food Chemistry. 73:45–53.

Sánchez, J.L., Carretero, A.S., e Gutiérrez, A.F. (2001) - Composición del aceite de oliva. In I. Omega 3 e F. Puleva (Eds.), Aceite de oliva virgen: nuestro patrimonio alimentario (pp. 195-224). Granada

Servili, M. (2014). The phenolic compounds: a commercial argument in the economic war to come on the quality of olive oil? OCL. 21(5) D509

Servili, M., e Montedoro, G. (2002). Contribution of phenolic compounds to virgin olive oil quality. European Journal of Lipid Science and Technology. 104:602–613.

Servili, M., Selvaggini, R., Esposto, S., Taticchi, A., Montedoro, G., e Morozzi, G. (2004). Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. Journal of Chromatography A. 1054:113–127.

Torres, A., Espínola, F., Moya, M., Alcalá, S., Vidal, A. M., e Castro, E. (2018). Assessment of phenolic compounds in virgin olive oil by response surface methodology with particular focus on flavonoids and lignans. LWT- Food Sci. Technol. 90:22–30.

Toschi, T. G., Rotondi, A., Bendini, A., Lercker, G., Mari, M., e Cerretani, L. (2004). Effect of Olive Ripening Degree on the Oxidative Stability and Organoleptic Properties of Cv. Nostrana di Brisighella Extra Virgin Olive Oil. Journal of Agricultural and Food Chemistry. 52: 3649–3654.

Tovar, M. J., Motilva, M. J., e Romero, M. P. (2001). Changes in the phenolic composition of virgin olive oil from young trees (*Olea europaea* L. cv. Arbequina) grown under linear irrigation strategies. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 49:5502–5508.

Tovar, M. J., Romero, M. P., Alegre, S., Girona, J., e Motilva, M. J. (2002). Composition and organoleptic characteristics of oil from Arbequina olive (*Olea europaea* L) trees under deficit irrigation. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 82:1755–1763.

Trapani, S., Migliorini, M., Cherubini, C., Cecchi, L., Canuti, V., Fia, G., e Zanoni, B. (2016). Direct quantitative indices for ripening of olive oil fruits to predict harvest time. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 118:1202–1212.

Tura, D., Failla, O., Bassi, D., Pedò, S., e Serraiocco, A. (2008). Cultivar influence on virgin olive (*Olea europea* L.) oil flavor based on aromatic compounds and sensorial profile. *Scientia Horticulturae*. 118:139–148

Tura, D., Gigliotti, C., Pedò, S., Failla, O., Bassi, D., e Serraiocco, A. (2007). Influence of cultivar and site of cultivation on levels of lipophilic and hydrophilic antioxidants in virgin olive oils (*Olea europea* L.) and correlations with oxidative stability. *Scientia Horticulturae*. 112:108–119.

Velasco, J., e Dobarganes, C. (2002). Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104:661–676.

Wolinsky, I., Hickson, J. F. e Garner, S. C. (2001). *Vegetarian nutrition. (Modern Nutrition)* 1 ed, CRC press, Washington.

Yorulmaz, A., Erinc, H., e Tekin, A. (2013). Changes in olive and olive oil characteristics during maturation. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 90:647–658

Yousfi, K., Cert, R. M., e García, J. M. (2006). Changes in quality and phenolic compounds of virgin olive oils during objectively described fruit maturation. *European Food Research and Technology*. 223:117–124.

Youssef, N. B., Zarrouk, W., Carrasco-Pancorbo, A., Ouni, Y., Segura-Carretero, A., Fernández-Gutiérrez, A., Daoud, e Zarrouk, M. (2010). Effect of olive ripeness on chemical properties and phenolic composition of chétoui virgin olive oil. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 90, 199–204.