

AVALIAÇÃO DOS ÍNDICES DE IDENTIDADE E QUALIDADE DO AZEITE DE OLIVA — PROPOSTA PARA ATUALIZAÇÃO DA LEGISLAÇÃO BRASILEIRA¹

Eliane R.M. PEIXOTO², Djalva M.N. SANTANA^{3,*}, Shirley ABRANTES²

RESUMO

O objetivo do trabalho foi avaliar os principais índices de qualidade e identidade do azeite de oliva e compará-los com a Resolução no 22/77/MS, Codex Alimentarius e União Européia. Foram analisadas vinte amostras divididas em duas épocas, provenientes de dez marcas diferentes. Foram avaliados a rotulagem, acidez, absorvibilidade, iodo, composição em esteróis e em ácidos graxos, teores de ácido eláidico e esqualeno. Das marcas nacionais, somente uma apresentou rotulagem correta; a acidez variou de 0,15 a 0,75% em C18:1; a absorvibilidade a 232 e 270 nm foi compatível para mistura de azeite virgem com refinado ou de virgem com extração refinado; o índice de iodo variou de 85,88-127,46 gI₂/100g, com 66,6% das amostras reprovadas. Todas as amostras nacionais apresentaram a composição em esteróis fora dos padrões internacionais. A composição em ácidos graxos mostrou provável adulteração com óleo de soja. Todas as amostras nacionais também apresentaram elevado teor de transoleico (6,6-15,5), indicativo de adulteração com óleos hidrogenados. O teor de esqualeno variou de 14-344 mg/100g. Quanto às importadas, todas apresentaram rotulagem compatível com as normas internacionais;

acidez e absorvibilidade indicaram que as amostras eram mistura de azeite virgem com refinado. O índice de iodo variou de 76,43-85,31 gI₂/100g, dentro dos padrões. Todas as amostras importadas apresentaram a composição em esteróis e em ácidos graxos compatíveis com os padrões internacionais. Somente uma amostra apresentou teor de transoleico (6,6%) acima dos padrões. O teor de esqualeno variou de 183-476 mg/100g. Faz-se necessário a compatibilização da Resolução no 22/77/MS com as normas internacionais.

Palavras-chave: azeite de oliva, controle de qualidade, atualização da legislação brasileira.

SUMMARY

IDENTITY AND QUALITY INDEX EVALUATION OF OLIVE OIL – PROPOSED TO BRAZILIAN LAWS ATUALIZATION. The aim of this work was to evaluate the criteria established by the Resolution 22/77/MS, by the Codex Alimentarius, and by the European Union for the identity and quality of olive oil. Twenty samples from ten different brands collected in two separate occasions were analysed. All samples were examined for labelling, acidity, absorvibility at 230 and 270 nm, iodine index, sterols and fatty acids composition, elaidic acid and squalene content. One out of the national brands complied with the label. The acidity was found to be in the range of 0.15%-0.75% C18:1; absorvibility has shown the Brazilian brands were mixtures of virgin and refined oils. The range found for iodine index was 85.88-127.46 gI₂/100g. All of the locally made oils were outside specifications for sterol content. The fatty acids composition suggested addition of soybean oil. The local brands showed a large amount of transoleic acid (6.6-15.5). The squalene content was in the low range of 14-344 mg/100g. All imported oils complied with the international labelling specifications. The values for acidity, absorvibility have indicated that samples were mixtures of virgin and refined oil. The iodine index range

(76.43-85.31 g/100g) was within the specification. Only one out of the samples had transoleic acid content above specified. The range for squalene content was 183-476 mg/100g, which is considered characteristic for olive oil. It is concluded that the Brazilian specifications shall be harmonised with the existing international standards in order to give protection to the consumer of olive oil against fraud and malpractice.

Keywords: olive oil, quality control, brazilian laws atualization.

1 — INTRODUÇÃO

Dentre os óleos vegetais comestíveis comercializados mundialmente, o azeite de oliva (*Olea europaea sativa* Hoffm. et Link) é um dos mais importantes e antigos do mundo, sendo largamente usado nos países que margeiam o Mediterrâneo. É raro existir, dentre os óleos vegetais não refinados, um "flavour" mais apreciado do que o do azeite de oliva virgem [14]. Apresenta, ainda, algumas propriedades nutricionais que faz com que os habitantes do Mediterrâneo tenham menor incidência de doenças coronarianas do que povos de outras regiões, que consomem mais gorduras saturadas [19]. Como sua produção é pequena em relação à outros óleos vegetais comestíveis, é alvo constante de adulteração.

No Brasil, o azeite de oliva é classificado em três tipos: virgem, refinado e de extração refinado, de acordo com a Resolução nº 22/77 da Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos (CNNPA) do Ministério da Saúde [6]. No exterior, existem vários órgãos governamentais ou não, que regulam a comercialização do azeite de oliva através de padrões de identidade e qualidade, como a Comissão do Codex Alimentarius [9] e da União Européia [25].

Os tipos de adulteração incluem adição de outros óleos vegetais e/ou animais, óleos vegetais parcialmente hidrogenados, óleos vegetais submetidos à remoção de esteróis (desterolizados) e óleos reesterificados. A complexidade que envolve a composição dos diferentes tipos de azeite de oliva, bem como as conseqüências dos processos de refinação, hidrogenação e reesterificação, tornam a detecção da adulteração, muitas

vezes, um problema de difícil solução. Por isso, vários índices são recomendados para a verificação da pureza do azeite de oliva. A Resolução nº 22/77/MS [6] de óleos comestíveis é um convite à adulteração, pois os índices utilizados para o azeite de oliva são de vinte anos atrás. Essa legislação ultrapassada não atende aos interesses dos consumidores, que acabam pagando caro por um produto de baixa qualidade. A *tabela 1* apresenta um resumo dos índices utilizados pela Resolução nº 22/77/MS [6], Codex Alimentarius [9] e União Européia [25] para a comercialização do azeite de oliva, mostrando a defasagem da nossa legislação.

TABELA 1. Padrões de qualidade e identidade do azeite de oliva [6, 9,25].

Parâmetros	Resolução nº 22/77/MS	Codex Alimentarius	União Européia
Designação	-	Sim	Sim
Características sensoriais	-	Sim	Sim
Índice de saponificação	Sim	Sim	-
Índice de refração	Sim	Sim	-
Densidade	Sim	Sim	Sim
Índice de iodo	Sim	Sim	-
Matéria insaponificável	Sim	Sim	-
Índice Bellier	Sim	Sim	-
Acidez	Sim	Sim	Sim
Peróxidos	Sim	Sim	Sim
Absortividade no UV	Sim	Sim	Sim

Composição em ácidos graxos	-	Sim	Sim
Composição em esteróis	-	Sim	Sim
Ácido graxo na posição 2	-	Sim	Sim
Teor de ceras	-	-	Sim
Estigmastadieno	-	-	Sim
Eritrodiol+Uvaol	-	-	Sim
Trilinoleína	-	-	Sim
Ácidos graxos trans	-	-	Sim

2 — OBJETIVO

O objetivo deste trabalho foi o estudo dos principais índices (acidez, absorvidade a 232 e 270 nm, iodo, composição em esteróis, composição em ácidos graxos, teores de ácido eláídico e de esqualeno) utilizados na avaliação da qualidade e identidade do azeite de oliva, e aplica-los em algumas marcas comercializadas no Brasil, verificando a adequação com a Resolução nº 22/77/MS [6] e com as normas do Codex Alimentarius [9] e da União Européia [25].

3 — MATERIAL E MÉTODOS

3.1 -- Material

Dez marcas diferentes de azeite de oliva foram adquiridas em duas épocas do ano de 1995 (maio e outubro) no comércio da cidade do Rio de Janeiro. Na primeira época, foram adquiridas cinco amostras produzidas no exterior e acondicionadas no Brasil, e que receberam como código a letra N (nacional) e numeração de 1 a 5; e cinco amostras produzidas no exterior e acondicionadas no país de origem e que receberam como código a letra IM (importada) e numeração de 1 a 5. Todas as amostras estavam acondicionadas em embalagens de 500 ml.

Reagentes: os reagentes e os padrões de ésteres metílicos de ácidos

graxos foram da marca Merck e os padrões dos esteróis da marca Sigma. Equipamentos: Cromatógrafo à gás da marca Varian, modelo 3700 equipado com coluna capilar, injetor split/splitless, detector por ionização em chama e registrador/integrador da marca HP, modelo 3390 A; coluna de sílica fundida revestida com 5% de fenilmetilsiloxano com 30 m x 0,25 mm x 0,25 μm (para esteróis); coluna de sílica fundida FFAP (polietilenoglicol modificado com ácido nitrotereftálico) com 50 m x 0,32 mm x 0,52 μm (para ácidos graxos); espectrofotômetro de duplo feixe com detetor de fotodiodo UV-VIS, marca Shimadzu, modelo UV-160A, com sistema de derivação espectral; espectrofotômetro infra-vermelho por Transformada de Fourier, marca Nicolet modelo Magna 550, com impressora HP laser jet IIP e plotador gráfico HP Color Pro, com acessórios: 1 célula de líquido desmontável com discos de KBr de 32 mm de diâmetro e espaçador de 0,1 mm;

3.2 – Métodos

Acidez: método volumétrico da AOCS [2]. A acidez foi expressa em ácido oleico % (m/m).

Absortividade a 232 e 270 nm: método espectrofotométrico da IUPAC [18].

Índice de iodo (WIJS): método volumétrico da AOCS [2].

Composição em esteróis: método IUPAC [18], modificado para coluna capilar. Condições cromatográficas: temperatura inicial da coluna 190° C, tempo inicial 10 min., temperatura final da coluna 260° C, programação de temperatura da coluna 20° C/min., tempo final 45 min., injetor split na razão de 1:2, temperatura do injetor 250° C, temperatura do detector 300° C, fluxo da fase móvel (H_2) 1 ml/min., fluxo do gás auxiliar (N_2) 30 ml/min., fluxo do ar 300 ml/min. e fluxo do H_2 30 ml/min. Os esteróis foram identificados por comparação com o tempo de retenção dos padrões (campesterol, estigmasterol e β -sitosterol). A quantificação foi feita pelo somatório das áreas dos picos e os resultados expressos em área %.

Composição em ácidos graxos: método IUPAC [18], modificado para coluna capilar. Condições cromatográficas: temperatura da coluna 220° C, split na razão de 1:3, temperatura do injetor 250° C, temperatura do detetor 250° C, fluxo da fase móvel 1 ml/min., fluxo do gás auxiliar 30 ml/min., fluxo do ar 300 ml/min. e fluxo do H_2 30 ml/min.

Teor de ácido elaídico: método IUPAC [18] baseado na

espectrofotometria no infravermelho. A concentração de elaidato de metila (g/100g) na amostra derivatizada foi determinada usando-se uma curva de calibração a partir de soluções padrões de elaidato de metila e estearato de metila.

Teor de esqualeno: método IUPAC [18]. A matéria insaponificável foi separada por cromatografia em camada fina e a banda referente aos hidrocarbonetos foi removida e analisada nas seguintes condições cromatográficas: coluna RTX5 – temp. inicial 190° C/5min., temp. final 270° C/15 min., programação de temperatura 20° C/min.; temperatura do injetor 250° C, detector de trapeamento de ions (temperatura da fonte 220° C e energia de ionização 70 eV), fluxo da fase móvel (He) 1,0 ml/min.

4 — RESULTADOS E DISCUSSÃO

A *tabela 2* apresenta os dados obtidos de rotulagem, acidez, índice de iodo e absorvidade das amostras analisadas.

TABELA 2. Características físicas e químicas das amostras de azeite de oliva.

Amostras	Rotulagem	Acidez ¹	Índice de iodo ²	Absortividade ³	
				232	270
N1 - 1 ^a	azeite virgem	0,28	92,40	2,95	0,54
N1 - 2 ^a	azeite virgem	0,75	91,45	2,82	0,55
N2 - 1 ^a	azeite virgem e puro	0,29	98,80	2,84	0,48
N2 - 2 ^a	azeite virgem e puro	0,52	90,01	2,89	0,48
N3 - 1 ^a	azeite puro	0,28	89,76	2,75	0,54
N3 - 2 ^a	azeite puro	0,72	91,91	3,03	0,59
N4 - 1 ^a	de pressão e extração	0,18	121,57	2,91	0,64

N4 - 2 ^a	de pressão e extração	0,21	127,46	3,00	1,54
N5 - 1 ^a	azeite de oliveira	0,15	85,88	2,75	0,54
IM1 - 1 ^a	olive oil	0,70	85,31	2,62	0,41
IM1 - 2 ^a	olive oil	0,85	84,05	2,74	0,40
IM2 - 1 ^a	aceite de oliva	0,31	76,43	2,35	0,24
IM2 - 2 ^a	aceite de oliva	0,32	81,65	1,98	0,29
IM3 - 1 ^a	aceite puro	0,38	81,16	2,93	0,91
IM4 - 1 ^a	olive oil	0,75	79,45	2,42	0,55
IM4 - 2 ^a	olive oil	0,60	76,48	2,59	0,34
IM5 - 1 ^a	olive oil	0,70	82,48	2,54	0,43
IM5 - 2 ^a	olive oil	0,73	78,12	2,29	0,43

¹ ácido oleico %, ² g I2/100g e ³ nm.

4.1 – Rotulagem

4.1.1 - Amostras nacionais

Quanto à rotulagem, a Resolução nº 22/77/MS [6] é muito incipiente, pois estabelece que deve constar no rótulo apenas a origem da espécie vegetal, e que o uso do vocábulo azeite é exclusivo para os óleos provenientes de frutos. Todas as amostras declararam que eram de azeite de oliva. Como não existe classificação específica para o azeite de oliva, as indústrias não seguem um padrão de rotulagem. As amostras N1 e N2 declararam no rótulo que eram azeite virgem, a amostra N3 foi designada como azeite puro, a N4 como azeite de pressão e de extração, e a N5 como azeite de oliveira. Segundo o Codex Alimentarius [9], o azeite de

oliva pode ser comercializado como azeite de oliva virgem, azeite de oliva refinado, azeite de oliva de extração refinado, mistura de azeite de oliva virgem com azeite de oliva refinado, e mistura do azeite de oliva virgem com azeite de oliva de extração refinado. O Codex Alimentarius [9] determina que deve constar impresso na embalagem a classificação do azeite. A União Européia [23] estabelece para o azeite de oliva uma classificação em dois tipos com nove categorias. Os dois tipos são: de prensagem e de extração. O azeite de oliva de prensagem é classificado em: azeite de oliva virgem (extra, virgem, comum e lampante); azeite de oliva refinado e azeite de oliva (denominado também de azeite de oliva puro, pois é uma mistura do azeite virgem e refinado). O azeite de oliva de extração é classificado em : azeite de oliva de extração bruto; azeite de oliva de extração refinado e azeite de oliva de extração (mistura do azeite de oliva de extração refinado e azeite de oliva virgem). A legislação que melhor se adequa ao Brasil é a do Codex Alimentarius [9], pois a legislação da União Européia [25] é muito detalhista e somente teria aplicação ao Brasil se o mesmo fosse produtor expressivo de azeite de oliva.

4.1.2 – Amostras importadas

A amostra IM1, proveniente de Portugal, apresentou em sua embalagem a inscrição "olive oil", que segundo o Codex Alimentarius [9] pode designar mistura de azeite virgem e azeite refinado. A amostra IM2, proveniente da Espanha, apresentou a inscrição "aceite de oliva", (mesma designação da amostra IM1), a amostra IM3, proveniente da Argentina, utilizou a expressão "aceite puro", que não está contemplada nas normas do Codex Alimentarius [9]. A amostra IM4, proveniente de Portugal, apresentou a inscrição "olive oil"/azeite de oliva, que se enquadra nas normas do Codex Alimentarius [9] como mistura de azeite virgem com azeite refinado. A amostra IM5 designada como "olive oil"/azeite de oliveira português, também declarou ser o mesmo uma mistura de azeite virgem e refinado. Quanto as normas da União Européia [25], as amostras IM1, IM4 e IM5 foram designadas pela expressão "olive oil", que significa mistura de azeite de oliva virgem com azeite de oliva refinado. As amostras IM2 e IM3 receberam as designações "aceite de oliva" e "aceite puro", respectivamente; o que significa a mesma designação das amostras anteriores.

4.2 – Acidez

A acidez é um índice de qualidade do azeite de oliva segundo várias legislações [6, 9, 25]. Este índice está estritamente relacionado à classificação do azeite por tipos [9, 11, 19, 25, 27]. Valores distintos de acidez são estabelecidos para os diferentes tipos de azeite de oliva, classificados através dos modos de obtenção (extração mecânica e/ou extração por solvente), se sofreram refinação ou se são misturas.

Vários fatores influenciam a acidez como a maturação [5,19]; estocagem da azeitona, ação enzimática [11, 22, 23]; qualidade da azeitona, isto é, se está infestada, machucada ou fermentada [11, 13, 19, 22]; sistema de obtenção do azeite virgem, isto é, centrifugação ou prensagem [13]; tipo de extração do azeite, se mecânica ou por solvente [19, 27] e refinação [11, 19].

A Resolução nº 22/77/MS [6] estabelece dois níveis máximos de acidez para o azeite de oliva: 3,3% para o azeite virgem e 0,3% para o azeite refinado e de extração refinado. As amostras N1 e N2 atendem à Resolução nº 22/77/MS [6], com os resultados variando de 0,28 a 0,75%. Para as amostras N3, N4 e N5 foi utilizado como referência o valor de 0,3% já que as mesmas não se enquadram corretamente na classificação da nossa legislação. Nesse caso, os resultados variaram de 0,18 a 0,72%. O Codex Alimentarius [9] utiliza a seguinte escala para acidez em ácido oleico%: virgem ($\leq 3,3\%$), refinado ($\leq 0,3\%$), de extração refinado ($\leq 0,3\%$) e misturas ($\leq 1,5\%$). A União Européia [25] seguindo a classificação que estabelece para o azeite, utiliza para a acidez as nove categorias do azeite, o que torna o Codex Alimentarius [9] mais indicado para ser utilizado no Brasil.

A amostra IM1, provenientes de Portugal, apresentou acidez de 0,70 e 0,85% para a 1ª e 2ª épocas, respectivamente, o que atende ao estabelecido pelo Codex Alimentarius [9]. A amostra IM2, proveniente da Espanha, apresentou acidez de 0,31 e 0,32% para a 1ª e 2ª épocas, respectivamente, o que atende ao estabelecido pelo Codex Alimentarius [9] para misturas, porém estes valores estão muito próximos do valor máximo permitido para azeites refinados. A amostra IM3, proveniente da Argentina, apresentou acidez de 0,38%, semelhante à amostra IM2 (valor próximo do valor máximo permitido para azeites refinados). A amostra IM4, provenientes de Portugal, apresentou acidez de 0,75 e 0,60% para a 1ª e 2ª épocas, respectivamente, semelhantes à amostra IM1. A amostra IM5, proveniente de Portugal, apresentou acidez de 0,70 e 0,73% para a

1ª e 2ª épocas, respectivamente. Estes resultados atendem ao estabelecido pelo Codex Alimentarius [9], já que no rótulo foi declarado que era azeite virgem e refinado, isto é, podem ser enquadradas como mistura. A acidez pôde ser utilizado como auxiliar na classificação das amostras de azeite IM2 e IM3, apesar da designação aceite puro não estar contemplada nas normas do Codex Alimentarius [9].

Os padrões da União Européia [25] classificam o azeite de oliva em nove tipos, dependendo do método de extração e do grau de acidez. Segundo a *tabela 2*, a amostra IM1 (1ª e 2ª épocas) pode ser classificada como mistura de azeite virgem com refinado. A amostra IM2 (1ª e 2ª épocas) apresenta acidez mais compatível com azeite refinado ou de extração refinado. A amostra IM3 apresenta a mesma classificação da amostra IM2. As amostras IM4 e IM5 (1ª e 2ª épocas) estão dentro dos limites estabelecidos pela União Européia [25] para mistura de azeite virgem com refinado. Os valores da acidez podem servir como auxiliar na classificação do tipo do azeite de oliva.

4.3 – Índice de iodo

De acordo com a Resolução nº 22/77/MS [6], o índice de iodo para os três tipos de azeite de oliva varia de 75 a 90. As amostras N1(1ª e 2ª), N2 (1ª), N3 (2ª) e N4 (1ª e 2ª) estão fora dos padrões, o que pode ser indicativo de adulteração. O Codex Alimentarius [9] utiliza a faixa de 75 a 94 para os azeite virgem e refinado, e 75 a 92 para o de extração refinado. A União Européia [25] não o utiliza como índice de identidade para o azeite de oliva. Todas as amostras importadas estão atendendo ao Codex Alimentarius [9]. O índice de iodo deve continuar a constar da nova legislação brasileira, pois em caso de adulteração grosseira com alguns tipos de óleos vegetais (soja, por exemplo) é facilmente detectável. A faixa ideal seria aquela adotada pelo Codex Alimentarius [9].

4.4 – Absortividade no ultravioleta

A absorção da radiação ultravioleta é freqüentemente usada para verificação da adulteração do azeite de oliva. O azeite de oliva absorve 3 a 4 vezes menos na região entre 208 e 210 nm do que outros óleos vegetais [19]. O exame espectrofotométrico do azeite de oliva no ultravioleta pode fornecer informações sobre a sua identidade, seu estado de conservação e mudanças causadas por processamento [7, 20].

Portanto, esta análise é de grande importância na avaliação da qualidade

do azeite de oliva.

As tabelas 3, 4 e 5 apresentam os valores da medida da absorvidade da Resolução nº 22/77/MS [6], Codex Alimentarius [9] e União Européia [25], respectivamente.

TABELA 3. Valores de absorvidade máxima do azeite de oliva [6].

Tipos de azeite	$E_{1\text{cm}}^{1\%} 232$ nm	$E_{1\text{cm}}^{1\%} 270$ nm	$\Delta E_{1\text{cm}}^{1\%} 270$ nm
Virgem	3,50	0,25	1
Refinado	-	1,10	0,16
De extração refinado	6,00	2,00	0,20
Mistura de virgem e refinado	3,30	0,90	0,15
Mistura de virgem e ext. refinado	5,50	1,70	0,18

¹ azeites com absorvidade > 0,25 podem ser considerados virgens se após passagem da amostra por alumina ativada, sua absorvidade for < 0,11.

TABELA 4. Valores de absorvidade máxima do azeite de oliva (9).

Tipos de azeite	$E_{1\text{cm}}^{1\%} 232$ nm	$E_{1\text{cm}}^{1\%} 270$ nm	$\Delta E_{1\text{cm}}^{1\%} 270$ nm
Virgem	3,50	0,30	1
Refinado	-	1,10	0,16
De extração refinado	6,00	2,00	0,20
Mistura de virgem e refinado	-	0,90	0,15

Mistura de virgem e ext. refinado	5,50	1,70	0,18
-----------------------------------	------	------	------

¹ azeites com absorvidade > 0,30 podem ser considerados virgens se após passagem da amostra por alumina ativada a absorvidade for < 0,11

TABELA 5. Absorvidade do azeite de oliva (25).

Azeites	$K_{1cm}^{1\%} 232$ nm	$K_{1cm}^{1\%} 270$ nm	$K_{1cm}^{1\%} 270$ nm ¹	$\Delta K_{1cm}^{1\%} 270$ nm
Extra virgem	M 2,50	M 0,20	M 0,10	M 0,01
Virgem	M 2,60	M 0,25	M 0,10	M 0,01
Comum	M 2,60	M 0,25	M 0,10	M 0,01
Virgem lampante	M 3,70	M 0,25	M 0,11	-
Refinado	M 3,40	M 1,20	-	M 0,16
Mist. virg.+refin.	M 3,30	M 1,00	-	M 0,13
Extração bruto	-	-	-	-
Extração/refinado	M 5,50	M 2,50	-	M 0,25
Mist.virgem/ext.ref.	M 5,30	M 2,00	-	M 0,20

M = valor máximo ¹ esses valores são referentes as amostras após passagem em coluna de alumina.

A *tabela 6* apresenta os resultados encontrados nas amostras nacionais. As amostras N1 e N2 estão fora dos valores a 270 nm para azeite virgem. A amostra N4 está de acordo com o tipo declarado no rótulo. As demais, por não constar do rótulo o tipo de azeite, não puderam ser avaliadas.

Não se justifica na Resolução nº 22/77/MS [6] o detalhamento dos valores de absorvidade se a indústria não é obrigada a declarar o tipo de azeite.

TABELA 6. Absortividade a 232 e 270 nm das amostras nacionais em 2 épocas.

λ 1	N1		N2		N3		N4		N5
	1ª.	2ª.	1ª.	2ª.	1ª.	2ª.	1ª.	2ª.	1ª.
232	2,95	2,82	2,84	2,89	2,75	3,03	2,91	3,00	2,75
270	0,54	0,55	0,48	0,48	0,54	0,59	0,64	1,54	0,54

1 em nm

A *tabela 7* apresenta os resultados encontrados nas amostras importadas. Comparando-se os resultados com o Codex Alimentarius [9], a amostra IM1 apresenta absorvidade nas duas regiões que indicam mistura de azeite virgem com azeite refinado. A amostra IM2 apresenta absorvidade característica de azeite virgem. As amostras IM3, IM4 e IM5 apresentam o mesmo tipo de azeite da amostra IM1. De acordo com as normas da União Européia [25], a amostra IM1 apresentara características de mistura de azeite virgem com azeite refinado ou de azeite refinado. A amostra IM2 apresentara absorvidade tanto para azeite virgem quanto para azeite comum. As amostras IM3, IM4 e IM5 são semelhantes à amostra IM1. As análises de absorvidade mostraram que este parâmetro auxilia na classificação do azeite de oliva.

TABELA 7. Absortividade a 232 e 270 nm das amostras importadas em duas épocas.

λ 1	IM1		IM2		IM3	IM4		IM5	
	1ª.	2ª.	1ª.	2ª.	1ª.	1ª.	2ª.	1ª.	2ª.
232	2,62	2,74	2,35	1,98	2,93	2,42	2,59	2,54	2,29
270	0,41	0,40	0,24	0,29	0,91	0,55	0,34	0,43	0,43

4.5 – Avaliação das amostras de azeite de oliva quanto à composição em esteróis

A composição em esteróis é um importante parâmetro para auxiliar na identificação de adulteração em azeite de oliva [8, 10, 15, 26]. A *tabela 8* apresenta a composição em esteróis das amostras de azeite de oliva nacionais. A Resolução nº. 22/77/MS [6] não adota este parâmetro como índice de identidade. Para melhor avaliar a pureza das amostras de azeite de oliva envasadas no Brasil, os resultados foram confrontados com os padrões do Codex Alimentarius [9] e da União Européia [25]. O Codex Alimentarius [9] estabelece que a composição em esteróis do azeite de oliva é o resultado do somatório do β -sitosterol ($\geq 93\%$), campesterol ($\leq 4,0\%$) e colesterol ($\leq 0,5\%$) para os três tipos de azeite: virgem, refinado e de extração refinado.

TABELA 8. Composição em esteróis das amostras de azeite de oliva nacionais.

Amostra	Campesterol %	Estigmasterol %	β -sitosterol %
N1 - 1 ^a .época	14,35	16,61	69,04
N1 - 2 ^a .época	13,31	10,09	76,61
N2 - 1 ^a .época	16,26	12,05	71,68
N2 - 2 ^a .época	14,62	10,47	74,91
N3 - 1 ^a .época	17,12	12,93	69,94
N3 - 2 ^a .época	13,84	12,46	73,70
N4 - 1 ^a .época	22,21	16,60	61,19
N4 - 2 ^a .época	14,80	20,34	64,85

N5 - 1 ^a .época	13,44	11,91	74,64
----------------------------	-------	-------	-------

De acordo com a *tabela 8*, nenhuma amostra envasada no Brasil atendeu ao estabelecido no Codex Alimentarius [9], pois o principal esterol do azeite, β -sitosterol, apresentou uma variação de 61,19% (N4-1^a época) a 76,61 (N1-2^a época), o que está muito aquém do mínimo exigido. O campesterol apresentou uma variação de 13,31% (N1-2^a época) a 22,21 (N4-1^a época), o que está muito além do máximo permitido pelo Codex Alimentarius [9].

A União Européia [25] estabelece que a composição em esteróis do azeite de oliva é o resultado do somatório do β -sitosterol (mín. 93%), campesterol (máx. 4,0%), colesterol (máx. 0,5%), brassicasterol (máx. 0,1%), estigmasterol (< campesterol) e Δ -7 estigmastenol (máx. 0,5%) para os nove tipos de azeite. Mesmo que nem todos os esteróis tenham sido quantificados neste trabalho, nenhuma amostra envasada no Brasil atende aos padrões estabelecidos por essa legislação, pois o principal esterol do azeite (β -sitosterol) está muito aquém do mínimo exigido e o campesterol está muito além do máximo permitido pela União Européia [25].

Esses resultados mostram que o azeite envasado no Brasil está sendo adulterado. Essa conclusão já foi mostrada em trabalho feito pelo Instituto Brasileiro de Defesa do Consumidor [17], que analisou 18 amostras (14 importadas e 4 nacionais) de azeite de oliva. Os índices utilizados foram a composição em ácidos graxos e a composição em esteróis, que não constam da Resolução nº 22/77/MS [6]. Os resultados mostraram que três amostras nacionais estavam fraudadas com outros óleos.

De acordo com FERNÁNDEZ SAN JUAN [10] o óleo de soja tem uma composição em esteróis caracterizada por β -sitosterol (54,3-56,1%), campesterol (19,6-23,0%) e estigmasterol (18,1-19,8%). Para o azeite de oliva os principais esteróis são β -sitosterol (93,5-95,7%), campesterol (2,3-4,0%) e estigmasterol (1,5-2,6%). Os resultados encontrados nas amostras nacionais mostraram que, provavelmente, todas as amostras estão adulteradas com óleo de soja, por ser um óleo de baixo valor comercial e com grande produção.

A *tabela 9* apresenta a composição em esteróis das amostras de azeite de oliva importadas. De acordo com os padrões do Codex Alimentarius [9] a amostra IM1 apresenta os principais esteróis dentro dos limites estabelecidos. A amostra IM2 apresentou uma composição compatível com azeite de oliva. A amostra IM3 também apresentou uma composição em esteróis semelhante à amostra IM2. A amostra IM4-1ª época apresentou uma composição semelhante à amostra IM3. Porém, a amostra IM4-2ª época apresentou a % de campesterol ligeiramente superior ao máximo permitido. A amostra IM5-1ª época apresentou uma distorção na composição em esteróis, foi encontrado traços de campesterol e o estigmasterol estava presente em 1,85%. A amostra IM5-2ª época apresentou a % de campesterol um pouco maior que o máximo permitido.

TABELA 9. Composição em esteróis das amostras de azeite de oliva importadas.

Amostra	Campesterol %	Estigmasterol %	β -sitosterol %
IM1 - 1ª.época	3,28	nd	96,72
IM1 - 2ª.época	2,08	nd	97,92
IM2 - 1ª.época	-	-	-
IM2 - 2ª.época	3,86	nd	96,14
IM3 - 1ª.época	3,10	nd	96,90
IM4 - 1ª.época	3,01	nd	96,99
IM4 - 2ª.época	4,55	nd	95,45
IM5 - 1ª.época	traços	1,85	98,15
IM5 - 2ª.época	4,69	traços	95,31

nd = não detectado

Com relação à composição em esteróis estabelecida pela União Européia [25], já apresentado na discussão das amostras nacionais, existem nove tipos azeite de oliva e seis diferentes compostos definidos como esteróis. No entanto, os limites são praticamente os mesmos para todos os tipos de azeite de oliva, o que torna este parâmetro inviável para a sua classificação. Entretanto é um parâmetro importante para avaliar adição fraudulenta de outros óleos ao azeite. Quanto à aplicação das normas da União Européia [25] nas amostras importadas, as mesmas discussões realizadas para o Codex Alimentarius [9] aplicam-se aqui.

4.6 – Avaliação das amostras de azeite de oliva quanto à composição em ácidos graxos

A *tabela 10* apresenta a composição em ácidos graxos das amostras de azeite de oliva nacionais. A Resolução nº. 22/77/MS [6] não adota este parâmetro como índice de identidade. O Codex Alimentarius [9] estabelece que o azeite de oliva deve apresentar como ácidos graxos predominantes o C16:0 (7,5-20,0%), C16:1 (0,3 a 3,5%), C18:0 (0,5-5,0%), C18:1 (55,0-83,0%), C18:2 (3,5-21,0%) e C18:3 ($\leq 1,5\%$). Com relação ao C16:0, somente a amostra N5 (1ª época) apresentou-se abaixo do limite inferior da Resolução nº. 22/77/MS [6]; para o C16:1, as amostras N1 (1ª época), N2 (1ª época), N3 (1ª época), N4 (1ª e 2ª épocas) e N5 (1ª época) apresentaram-se abaixo do limite inferior; para o C18:0, todas as amostras estavam dentro dos limites; para o C18:1, somente a amostra N4 (1ª e 2ª épocas) estava abaixo do limite inferior; para o C18:2, somente a amostra N4 (1ª e 2ª épocas) estava acima do limite superior; para o C18:3, somente a amostra N4 (1ª e 2ª épocas) esteve acima do limite superior. A dificuldade em se condenar uma amostra pela sua composição em ácidos graxos está na grande amplitude entre os limites inferior e superior. Para o C18:1 a variação é de 51,0% e para o C18:0 chega a 900%. Mesmo com esta variação permitida, verifica-se que a amostra N4 (1ª e 2ª épocas) está fraudada com outro óleo. Por se tratar de azeite envasado no Brasil, o mais provável é que tenha havido adição de óleo de soja. A composição em esteróis encontrado nessa amostra confirma isso. Todas as amostras, com exceção da N4, apresentaram composição característica de azeite de oliva.

TABELA 10. Composição em ácidos graxos (%) das amostras de azeite de oliva

nacionais.

Amostra	C14:0	C16:0	C16:1	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	C20:0
N1-1 ^a .época	tr.	10,8	tr.	3,8	69,5	14,9	0,6	0,4
N1-2 ^a .época	tr.	12,3	0,6	3,8	65,0	17,1	0,7	0,5
N2-1 ^a .época	tr.	10,8	tr.	3,9	70,2	14,1	0,5	0,5
N2-2 ^a .época	tr.	12,4	0,7	3,1	64,6	18,1	0,6	0,4
N3-1 ^a .época	nd	10,9	tr.	4,0	70,0	14,5	0,6	tr.
N3-2 ^a .época	nd	11,0	0,4	2,9	67,3	17,3	0,5	0,5
N4-1 ^a .época	nd	12,5	tr.	3,8	31,0	48,1	4,6	tr.
N4-2 ^a .época	nd	12,0	nd	4,1	26,2	52,4	5,2	tr.
N5-1 ^a .época	nd	6,2	tr.	3,5	78,6	11,1	0,6	tr.

tr. = traço, nd = não detectado

A União Europeia [25] estabelece um outro critério para o perfil em ácidos graxos do azeite de oliva, conforme *tabela 11*. Nesta tabela estão os limites máximos permitidos de ácidos graxos encontrados em pequenas quantidades no azeite de oliva. Pelos padrões da União Europeia [25] todas as amostras estão abaixo do limite máximo permitido para o C14:0; para o C18:3 somente a amostra N4 (1^a e 2^a épocas) está acima do limite; para o C20:0 todas as amostra estão abaixo do limite máximo permitido. Esses resultados mostram que a amostra N4 está fraudada com outro óleo. A ausência desse tipo de índice na Resolução nº. 22/77/MS [6] dificulta a condenação de amostras adulteradas.

TABELA 11. Composição em ácidos graxos do azeite de oliva [25].

Tipos de azeite ¹	C 14:0	C 18:3	C 20:0	C20:1	C 22:0	C 24:0
Extra-Virgem	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2
Virgem	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2
Comum	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2
Lampante	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2
Refinado	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2
Azeite de oliva	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,2	M 0,2
De extração bruto	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2
De extração refinado	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2
De extração	M 0,05	M 0,9	M 0,6	M 0,4	M 0,3	M 0,2

M = máximo, m= mínimo

¹ o azeite será rejeitado se algum ácido graxo estiver acima do limite.

A *tabela 12* apresenta a composição em ácidos graxos das amostras de azeite de oliva importadas. De acordo com os padrões do Codex Alimentarius [9] e da União Europeia [25] todas as amostras importadas encontram-se dentro dos limites estabelecidos para cada legislação.

TABELA 12. Composição em ácidos graxos (%) das amostras de azeite de oliva importadas.

Amostra	C14:0	C16:0	C16:1	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	C20:0
IM1-1 ^a .época	traços	13,5	1,4	2,8	69,6	12,2	0,5	traços
IM1-2 ^a .época	traços	14,8	1,8	2,3	67,3	13,2	0,6	traços

IM2-1 ^a .época	nd	10,9	0,8	3,7	76,8	7,2	0,6	traços
IM2-2 ^a .época	nd	10,5	0,8	3,5	76,6	7,5	0,7	0,4
IM3-1 ^a .época	traços	10,9	0,8	2,8	74,8	9,6	0,6	0,4
IM4-1 ^a .época	nd	12,3	1,3	2,9	74,4	8,2	0,6	0,4
IM4-2 ^a .época	nd	11,3	1,0	3,3	75,2	8,0	0,8	0,5
IM5-1 ^a .época	traços	13,6	1,4	3,1	70,0	10,8	0,6	0,4
IM5-2 ^a .época	traços	12,9	1,2	3,3	70,0	11,5	0,7	0,4

nd = não detectado

4.7 – Avaliação das amostras de azeite de oliva quanto ao teor de ácido eláidico

O teor de ácido eláidico somente está contemplado nas normas da União Européia [25], pois tanto a Resolução n.º 22/77/MS [6] quanto o Codex Alimentarius [9] não utilizam esse índice de identidade. A *tabela 13* apresenta a % de ácidos graxos trans estabelecida pela União Européia [25].

TABELA 13. Composição em ácidos graxos trans do azeite de oliva [25].

Tipos de azeite	% de transoleico	% translinoleico e translinolênico
Extra virgem	M 0,05	M 0,05
Virgem	M 0,05	M 0,05
Comum	M 0,05	M 0,05

Virgem lampante	M 0,10	M 0,10
Refinado	M 0,20	M 0,30
Azeite de oliva	M 0,20	M 0,30
De extração bruto	M 0,20	M 0,10
De extração refinado	M 0,42	M 0,35
De extração	M 0,20	M 0,35

M = máximo

Na *tabela 14* estão os resultados encontrados para as amostras analisadas. Nas amostras nacionais, os valores variaram de 6,6 a 15,5%, muito acima do permitido, o que pode indicar presença de óleos parcialmente hidrogenados, óleos reesterificados ou azeite de oliva refinado energicamente.

TABELA 14. Teor de ácido elaídico g/100 g de amostra.

Amostra	g ácido elaídico/100 g
N1 - 1 ^a .época	14,0
N1 - 2 ^a .época	14,6
N2 - 1 ^a .época	13,8
N2 - 2 ^a .época	15,5
N3 - 1 ^a .época	13,2
N3 - 2 ^a .época	12,5

N4 - 1 ^a .época	7,2
N4 - 2 ^a .época	6,6
N5 - 1 ^a .época	7,0
IM1 - 1 ^a .época	nd
IM1 - 2 ^a .época	6,9
IM2 - 1 ^a .época	nd
IM2 - 2 ^a .época	nd
IM3 - 1 ^a .época	nd
IM4 - 1 ^a .época	nd
IM4 - 2 ^a .época	nd
IM5 - 1 ^a .época	nd
IM5 - 2 ^a .época	nd

nd = não
detectado

A amostra IM1 2^a época foi a única que apresentou absorção na região do infravermelho, o que pode indicar a presença de azeite refinado enérgicamente ou azeite reesterificado, ao contrário do declarado no rótulo, que a designa como mistura de azeite virgem com refinado. Em trabalho para avaliar a qualidade e identidade de azeites de oliva comercializados no estado de São Paulo, AUED-PIMENTEL *et al.* [4], verificaram, em algumas amostras, a presença de isômeros geométricos cis e trans e/ou de posição através do perfil em ácidos graxos, mostrando, segundo os autores, um perfil com características de gordura vegetal

hidrogenada.

4.8 – Avaliação das amostras de azeite de oliva quanto à determinação do teor de esqualeno

A *tabela 15* apresenta o teor de esqualeno encontrado nas amostras de azeite de oliva. O teor de esqualeno não é adotado pelas legislações que foram utilizadas neste trabalho, porém a sua determinação revelou que as amostras nacionais apresentaram uma variação de 14-344 mg/100g azeite. As amostras N4 e N5 apresentaram valores muito inferiores aos observados na literatura para azeite de oliva, indicando possíveis adulterações.

TABELA 15. Teor de esqualeno (mg/100g) das amostras de azeite de oliva.

Amostra	Média
N1 - 1ª época	344
N1 - 2ª época	157
N2 - 1ª época	216
N2 - 2ª época	174
N3 - 1ª época	203
N3 - 2ª época	153
N4 - 1ª época	41
N4 - 2ª época	14
N5 - 1ª época	78
IM1 - 1ª época	207
IM1 - 2ª época	183

IM2 - 1ª época	439
IM2 - 2ª época	241
IM3 - 1ª época	202
IM3 - 2ª época	476
IM4 - 1ª época	278
IM4 - 2ª época	320
IM5 - 1ª época	262

ANDRADE [1] determinou o teor de esqualeno em azeites de oliva envasados nos países de origem e no Brasil, e encontrou teores de 150-562 mg/100 g de azeite, sendo que naqueles enlatados no Brasil, os valores foram de 150-171 mg/100g. SONNTAG [24] encontrou variação de 136 a 708 mg/100g. Esses resultados mostram que as amostras N3 e N4 não se enquadram nos valores encontrados na literatura. AUED-PIMENTEL *et al.* [3] encontraram valores de 125 a 725 mg/100g em azeites de oliva comercializados em São Paulo.

As amostras importadas apresentaram uma variação de esqualeno de 183 a 476 mg/100g de azeite, o que está compatível com os valores encontrados na literatura [12, 16, 21].

4 — CONCLUSÕES

- Com relação à **rotulagem** do azeite de oliva, a Resolução nº. 22/77/MS é muito deficiente porque não estabelece a classificação do tipo de azeite. **As normas do Codex Alimentarius** são as mais adequadas para serem aplicadas na atualização da legislação brasileira de óleos e gorduras comestíveis;
- **A acidez e absortividade a 232 e 270 nm** devem continuar fazendo parte da nova legislação brasileira de óleos, pois são parâmetros importantes na avaliação da **qualidade do azeite de oliva**. As faixas estabelecidas devem ser compatíveis com a classificação do tipo de

- azeite, conforme definido pelas normas do Codex Alimentarius;
- **O índice de iodo, a composição em ácidos graxos e em esteróis** são parâmetros importantes para a **identidade do azeite de oliva**. Também nesse caso, as normas do Codex Alimentarius são as mais adequadas para a atualização da legislação brasileira;
 - **Não recomendamos** a inclusão do **teor de esqualeno** na nova legislação brasileira, pois os seus valores pouco contribuíram para a elucidação de prováveis adulterações;
 - **O teor de ácido eláidico deve ser incluído na nova legislação brasileira**, pois sua quantificação pode ser feita junto com a composição em ácidos graxos, utilizando-se colunas capilares seletivas;
 - A Resolução nº. 22/77/MS está ultrapassada e precisa urgentemente ser atualizada, pois os índices de identidade e qualidade que adota não são confiáveis, pois aprovou 80 % das amostras nacionais.

5 — BIBLIOGRAFIA

1. ANDRADE, M. F. V. Estudo Sobre Alguns Óleos de Oliva Consumidos na Região do Grande Rio - Reações de Caracterização, Índices Físicos e Químicos e Determinação do Esqualeno. **Tese de Livre Docência**. Universidade Federal Fluminense, 1975.
2. AOCS - American Oil Chemists' Society. **Official and Tentative Methods**, 1981.
3. AUED-PIMENTEL, S.; MANCINI, J.; BADOLATO, E.S.G. & CARVALHO, J.B. Avaliação dos Parâmetros Físicos e Químicos no Estudo da Adulteração do Azeite de Oliva. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v.54, n.2, p.69-77, 1994.
4. AUED-PIMENTEL, S.; MANCINI, J.; BADOLATO, E.S.G. & CARVALHO, J.B. Monitoramento da Qualidade de Azeites de Oliva Comercializados na Cidade de São Paulo. In: **6th Latin American Congress**. Campinas: 1995. p.217-222.
5. BORONAT, M.^a C. de la T.; SABATER, M.^a C. L. & ARENY, J.C. Evolución de la Fracción Esterólica durante la Maduración de las Aceitunas. **Grasas y Aceites**, v.36, n.3, p.198-202, 1985.
6. BRASIL- Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos - Ministério da Saúde. Resolução nº 22/77 de 6 de setembro de 1977. Estabelece padrão de identidade e qualidade para os óleos e gorduras comestíveis, destinados à alimentação humana. **Diário Oficial**

- (República Federativa do Brasil), Brasília, 6 set. 1977. Seção 1, pt 1.
7. BROWN, J. S. Methods Crucial for Olive Oil Identification. **Inform**, v.5, n.4, p. 451-453, 1994.
 8. BRUMLEY, W.C.; SHEPPARD, A. J.; RUDOLF, T.S.; SHEN, C. J.; YASAEI, P. & SPHON, J.A. Mass Spectrometry and Identification of Sterols in Vegetable Oils as Butyryl Esters and Relative Quantitation by Gas Chromatography with Flame Ionization Detection. **Journal of the Association Official of Analytical Chemical International**, v 68, n. 4, p.701-709, 1985.
 9. CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION - FAO/WHO, *Codex Alimentarius*, Fats, Oils and Related Products. 2.ed. Roma: Secretariat of the Joint FAO/WHO Food Standards Programme, FAO, Roma, 1993. v.8, 133p.
 10. FERNÁNDEZ SAN JUAN, P. M. Sterol Composition of Vegetable Oils by GLC. In: **Proceeding Thirteenth International Symposium Capillary Chromatography**. Riva del Garda: Huethig, 1991. v.1.
 11. FEDELI, E. Miscellaneous Exotic Oils. The **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v.60, n.2, p.404-406, 1983.
 12. FREGA, N.; BOCCI, F. & LERCKER, G. High-Resolution Gas Chromatographic Determination of Alkanols in Oils Extracted from Olives. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v.70, n.9, p.919-921, 1993.
 13. GIOVACCHINO, L.; SOLINAS, M. & MICCOLI, M. Effect of Extraction Systems on the Quality of Virgin Olive Oil. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v.71, n.11, p.1189-1194, 1994.
 14. GOODACRE, R.; KELL, D. B. & BIANCHI, G. Rapid Assessment of the Adulteration of Virgin Olive Oils by Other Seed Oils Using Pyrolysis Mass Spectrometry and Artificial Neural networks. **Journal of Science of Food Agricultural**. v.63, p.297-307, 1993.
 15. GROB, K. & LANFRANCHI, M. Determination of Free and Esterified Sterols and of Wax Esters in Oils and Fats by Coupled Liquid Chromatography-GasChromatography. **Journal of Chromatography**, v.471, p.397-405, 1989.
 16. GUTFINGER, T. & LETAN, A. Studies of Unsaponifiables in Several Vegetable Oils. **Lipids**, v.9, n.9, p.658-663, 1974.
 17. INSTITUTO BRASILEIRO DE DEFESA DO CONSUMIDOR (IDEC). Teste Revela Fraude no Azeite de Oliva. **Consumidor S. A.**, n.4,

p.6-9, 1995.

18. INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY (IUPAC). **Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives**. Londres: Blackwell Scientific Publication, 1987.
19. KIRITSAKIS, A. & MARKAKIS, P. Olive Oil: A Review. **Advances in Food Research**, vol. 31, p.453-483, 1987.
20. LI-CHAN, E. Developments in the Detection of Adulteration of Olive Oil. **Trends in Food Science & Technology**, v.5, n.1, p.3-11, 1994.
21. MORDRET, F. & DE HAUT, C. Dosage du Squalène dans les Huiles d'Olive - par chromatographie en phase gazeuse. **Revue Française des Corps Gras**, v.15, n.10, p.605-609, 1968.
22. NORRIS, F.A. HANDLING, STORAGE, AND GRADING OF OILS AND OIL-BEARING MATERIALS. In: **BAILEY'S INDUSTRIAL OIL AND FAT PRODUCTS**. 4.ed. Nova York: Daniel Swern, 1979. v.1. c.7. p.479-510.
23. PÉREZ-CAMINO, M.C.; GARCIA, J. M. & CASTELLANO, J. M. Polar Compound Concentrations in Virgin Oils from Stored Cultivar Picual Olive Fruits. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 40, n.11, p.2260-2262, 1992.
24. SONNTAG, N. O. V. COMPOSITION AND CHARACTERISTICS OF INDIVIDUAL FATS AND OILS In: **BAILEY'S INDUSTRIAL OIL AND FAT PRODUCTS**. 4.ed. Nova York: Daniel Swern, 1979. v.1. c.6. p.289-478.
25. UNION EUROPEAN. Commission of the European Communities. Commission Regulation (EC) No 656/95 of 28 March 1995. Amending Regulation Economic European Community (EEC) No 2568/91 on characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis. **Official Journal of the European Communities**. 1995.
26. WETZLER, L.C.F.; FRIGIOTTI, M.C.Z.; MACCHI, R.A. Estudio de la Composición Esterólica de Aceites de Oliva Argentinos. **Grasas y Aceites**, v.28, n.3, p.155-160, 1977.
27. ZAMORA, R.; NAVARRO, J.L. & HIDALGO, F.J. Identification and Classification of Olive Oils by High-Resolution ¹³C Nuclear Magnetic Resonance. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, v.71, n.4, p. 361-364, 1994.0

¹ Recebido para publicação em 03/07/98. Aceito para publicação em 21/10/98.

² INCQS/FIOCRUZ. Av. Brasil, 4.365, Manguinhos, Rio de Janeiro/RJ.

³ Adjunto UFRRJ, Km 47 antiga Rodovia Rio-São Paulo, Seropédica/RJ. E-mail: djalva@rural.com.br

* A quem a correspondência deve ser endereçada.