



Instituto Politécnico  
de Castelo Branco  
Escola Superior  
Agrária

# Determinação de Ceras, Ésteres Etílicos e Metílicos em Azeite Virgem

Licenciatura em Engenharia Biológica e Alimentar

Tânia Sofia Flores Andrade

**Orientadores**

Professora Adjunta Maria de Fátima Pratas Peres  
Doutora Luísa Alexandra Serrano Paulo

Outubro de 2013





# Determinação de Ceras, Ésteres Etílicos e Metílicos em Azeite Virgem

Tânia Sofia Flores Andrade

## **Orientadores**

Professora Adjunta Maria de Fátima Pratas Peres

Doutora Luísa Alexandra Serrano Paulo

Relatório de Estágio apresentado à Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Licenciado em Engenharia Biológica e Alimentar, realizada sob a orientação científica do Professor Adjunto Maria de Fátima Pratas Peres, do Instituto Politécnico de Castelo Branco e da Doutora Luísa Alexandra Serrano Paulo.

Outubro de 2013



## Agradecimentos

Aquando da realização deste trabalho, expresso o meu sincero agradecimento e consideração a todas as pessoas que de alguma forma contribuíram para a sua execução.

À Engenheira Fátima Peres, como minha orientadora, por todo o apoio prestado ao longo deste trabalho, pela ajuda na recolha das amostras e na provisão de informação, pela sua disponibilidade, dedicação e simpatia.

À Doutora Luísa Paulo, como minha orientadora externa, pelo auxílio e colaboração na parte experimental e por toda a sua amabilidade.

Às Engenheiras Cecília Gouveia e Conceição Vitorino, pela disponibilidade e cooperação na recolha das amostras.

À Engenheira Mafalda Resende, pela disponibilidade e simpatia com que me recebeu no seu local de trabalho.

À Associação Centro de Apoio Tecnológico Agro Alimentar, pela disponibilidade concedida para a realização deste estágio curricular.

Aos meus pais e irmão, pelo amor e motivação constantes a cada nova etapa.

Ao meu namorado, pelo apoio e amor em mais uma fase da minha vida.

A todos o meu sincero e grande,

Obrigada!



Nome: Tânia Sofia Flores Andrade

Título: Determinação de Ceras, Ésteres Etílicos e Metílicos em Azeite Virgem.

## Resumo

O Reg. (UE) N.º 61, da comissão de 24 de Janeiro de 2011, veio tornar obrigatória a avaliação de ésteres etílicos (FAEE) e metílicos (FAME) nos azeites virgem extra, impondo limites inferiores a  $75 \text{ mg kg}^{-1}$  ou razão (FAEE/FAME) inferior a 1,5 caso se encontrem no intervalo de 75 a  $150 \text{ mg kg}^{-1}$ . Para a rotulagem do azeite virgem extra a avaliação das ceras, como critério de autenticidade, é obrigatória desde 2002, Reg. (UE) N.º 1019 de 13 de Junho, que impõe como limite máximo o valor de  $250 \text{ mg kg}^{-1}$ . No que se refere aos azeites produzidos na Região da Beira Interior, a investigação acerca do teor médio de ceras é escassa e não são conhecidos estudos para a quantificação de ésteres etílicos e metílicos. Neste sentido, este trabalho pretende contribuir para o conhecimento sobre os teores destes compostos em azeites virgem extra. A determinação destes compostos foi efetuada por cromatografia gasosa com injeção on-column, detetor de ionização de chama (FID) e quantificação utilizando como padrões internos araquidato de laurilo e heptadecanoato de metilo, para as ceras e ésteres respetivamente. Avaliaram-se amostras de azeite Galega Vulgar, Cobrançosa, Bical de Castelo Branco, Cordovil de Castelo Branco, Arbequina, Carrasquenha e Frantoio. Os azeites foram avaliados relativamente aos seus critérios de qualidade, acidez, índice de peróxido e absorvâncias no ultravioleta. Os resultados mostram que os azeites monovarietais analisados cumprem os limites legais para as ceras e ésteres. O azeite Cobrançosa foi o mais rico em FAEE e FAME; o azeite Carrasquenha foi o que apresentou os valores mais elevados de ceras. Verifica-se ainda que para os critérios mais restritivos que o Conselho Oleícola Internacional (COI) pretende impor em 2015/2016, isto é,  $30 \text{ mg kg}^{-1}$  para FAEE e  $150 \text{ mg kg}^{-1}$  para ceras, os azeites monovarietais estudados também cumprem estes limites. No entanto, dois azeites comerciais analisados paralelamente neste trabalho, excedem os limites máximos impostos, pelo que se deve aumentar o número de amostras a investigar.

**Palavras-chave:** Azeite; autenticidade; ceras; FAME; FAEE.



**Nome:** Tânia Sofia Flores Andrade

**Title:** Determination of waxes, ethyl esters and methyl esters in virgin olive oils.

## Abstract

The Reg. (EU) No. 61, of the commission of January 24, 2011, came the mandatory assessment of ethyl esters (FAEE) and methyl (FAME) in extra virgin olive oils, imposing limits below 75 mg kg<sup>-1</sup> or reason (FAEE/FAME) less than 1.5 if they are in the range of 75 to 150 mg kg<sup>-1</sup>. For the labeling of extra virgin olive oil the assessment of waxes, such as purity criteria, is mandatory since 2002, Reg. (EU) No. 1019 of 13 June, which imposes as a maximum limit the value of 250 mg kg<sup>-1</sup>. As far as the olive oil produced in the Region of Beira Interior, research about the average content of waxes is scarce and there are no known studies for quantification of methyl and ethyl esters. In this respect, this study intends to contribute to the knowledge about the levels of these compounds in extra virgin olive oils. The determination of these compounds was performed by gas chromatography with on-column injection, flame ionization detector (FID) and quantification using as internal standards lauryl arachidate and heptadecanoate methyl for the waxes and esters respectively. It was evaluated samples of olive oil Galega Vulgar, Cobrançosa, Bical of Castelo Branco, Cordovil of Castelo Branco, Arbequina, Carrasquenha and Frantoio. The oils were evaluated in relation to its quality criteria, acidity, peroxide and UV absorbance. The results showed that the monovarietal olive oils analyzed fulfill the legal limits for the waxes and esters. The olive oil Cobrançosa was the richer in FAEE and FAME; regarding the analysis of the waxes Carrasquenha olive oil was the one that presented the highest values. It was further noted that for the more restrictive criteria that the International Olive Oil Council (IOOC) wants to impose in 2015/2016, i.e., 30 mg kg<sup>-1</sup> for FAEE and 150 mg kg<sup>-1</sup> for waxes, the monovarietal olive oils studied also comply with these limits. However, olive oil trade analyzed in parallel in this work, exceeded the maximum limits imposed, showing that investigation on commercial olive oils should be improved.

**Keywords:** Olive Oil; authenticity; waxes; FAME; FAEE.



# Índice Geral

1. Introdução.....	1
2. Características dos azeites .....	2
2.1 Critérios de qualidade.....	2
2.2 Critérios de autenticidade .....	2
3. Ésteres etílicos e metílicos de ácidos gordos.....	5
4. Ceras.....	7
5. Material e métodos.....	9
5.1 Caracterização das amostras.....	9
5.2 Extração de azeites monovarietais em sistema Abencor .....	10
5.3 Análise dos critérios de qualidade do azeite .....	10
5.4 Determinação do teor de ceras, de ésteres etílicos e metílicos de ácidos gordos	11
5.4.1 Preparação da amostra .....	11
5.4.2 Equipamento e condições cromatográficas.....	12
5.4.3 Identificação e quantificação .....	12
6. Resultados.....	14
6.1 Análise cromatográfica de ésteres metílicos, etílicos e ceras .....	14
6.2 Determinação dos critérios químicos de qualidade dos azeites monovarietais...	15
6.3 Teor de ceras.....	16
6.4 Teor de ésteres alquílicos .....	18
7. Conclusões .....	21
Referências Bibliográficas.....	22