

Utilização de oregãos e manjeriço desidratados na aromatização de azeites da Cv. Arbequina

Marta Alexandra Carvalho Bobiano

Dissertação apresentada à Escola Superior Agrária de Bragança para obtenção do Grau de Mestre em Qualidade e Segurança Alimentar

Orientado por

Doutor Nuno Miguel de Sousa Rodrigues

Professor Doutor José Alberto Cardoso Pereira

**Bragança
2019**

Aos meus pais

Agradecimentos

A realização desta Dissertação de Mestrado só foi possível graças à colaboração e ao contributo, de forma direta ou indireta, de várias pessoas às quais gostaria de exprimir algumas palavras de agradecimento e profundo reconhecimento, em particular:

Ao Doutor Nuno Rodrigues, por toda a ajuda em todos os momentos, pela simpatia e paciência e esforço para garantir o sucesso máximo deste trabalho.

Ao Professor Doutor José Alberto Pereira, pela oportunidade de trabalhar na sua equipa, pela ajuda na definição do objeto de estudo, pela exigência e rigor, pela orientação científica, pela extrema paciência pelos proveitosos esclarecimentos, opiniões e sugestões e por nunca ter desistido do meu trabalho.

Aos colegas e amigos companheiros de laboratório, pelo apoio, encorajamento, auxílio e momentos de diversão tão benéficos para o bom ambiente de trabalho.

Aos meus pais, agradecer a vida estável e saudável que sempre me proporcionaram, e agradecer o patrocínio de toda esta vida académica que valeu a pena em cada segundo e a todos os níveis.

Índice

Resumo	vii
Abstract	viii
1. Introdução.....	2
2. Breve revisão sobre o tema.....	7
2.1. Classificação comercial dos azeites	7
2.3. Composição química do azeite	9
2.3.1. Ácidos gordos e triglicéridos	9
2.3.2. Hidrocarbonetos	10
2.3.3. Pigmentos	10
2.3.4. Esteróis	10
2.3.5. Tocoferóis.....	11
2.3.6. Compostos voláteis	11
2.3.7. Compostos fenólicos	12
2.4. Azeites aromatizados.....	12
2.4.1. Agentes aromatizantes	13
2.4.1.1. Orégãos.....	13
2.4.1.2. Manjeriço	13
2.5. Metodologias de aromatização de azeites.....	14
3.1. Desenho experimental.....	19
3.1.1. Aromatização com manjeriço e orégãos desidratados	19
3.3 Parâmetros de qualidade	20
4. Resultados e discussão	25
4.1. Adição de agentes aromatizantes de manjeriço e orégãos em azeites da cv. Arbequina com diferentes categorias comerciais	25
5. Conclusão	35
5. Referências bibliográficas.....	36

Índice de Figuras

Figura 1 - Produção em Portugal na campanha de 2017/2018 (INE, 2018).....	3
Figura 1 - Valores médios da sensação de frutado azeite virgem extra.....	26
Figura 3 - Valores médios da sensação de frutado azeite lampante.....	27
Figura 4 - Valores médios de defeito azeite lampante.....	28
Figura 6 - Valores médios, e respetivos desvios padrões, do teor em fenóis totais (mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite) do azeite virgem extra aromatizado com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; e 0,110g) de orégãos e manjerição desidratados.	31
Figura 5 - Valores médios de fenóis totais (mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite) do azeite lampante com e sem aromatizantes com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; e 0,110g) de orégãos e manjerição desidratados.....	32
Figura 7 - Valores médios da atividade sequestradora do radical DPPH do azeite virgem extra aromatizado com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; e 0,110g) de orégãos e manjerição desidratados.	33
Figura 8 - Valores médios da atividade sequestradora do radical DPPH do azeite lampante aromatizado com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; 0,110g) de orégãos e manjerição desidratados.	33

Índice de Tabelas

Tabela 1- Principais parâmetros legais para a classificação comercial de azeites (Regulamento Europeu 2568/91 e alterações posteriores).	8
Tabela 2 - Resumo de trabalhos realizados com o uso de diferentes agentes.	17
Tabela 3. Parâmetros físico-químicos e de qualidade sensorial do azeite virgem extra (AVE lote 1), 30 dias após contato com manjeriço e orégãos desidratados, nas concentrações de 0,011, 0,055 e 0,110 g/ kg de azeite, em comparação com o controlo onde não foi adicionado qualquer agente.	26
Tabela 4. Parâmetros físico-químicos e de qualidade sensorial do azeite lampante (AL lote 2), 30 dias após contato com manjeriço e orégãos desidratados, nas concentrações de 0,011, 0,055 e 0,110 g/ kg de azeite, em comparação com o controlo onde não foi adicionado qualquer agente.	27

Resumo

A olivicultura em Portugal é uma das atividades mais importantes a nível económico e social. O azeite tem uma grande tradição, tendo um mercado muito dinâmico com procura de produtos diferenciados. A utilização de agentes aromatizantes vem de encontro à procura por parte dos consumidores de produtos diferenciados e por outro lado pode permitir aumentar o tempo de prateleira desses produtos. Neste sentido, com o presente trabalho avaliou-se o efeito da adição de dois agentes aromatizantes (orégãos e manjeriço) a dois azeites semelhantes do ponto de vista físico-químico, classificados como virgem extra, mas diferentes do ponto de vista sensorial, sendo um deles classificado de azeite virgem extra e o outro lampante. Em garrafas de 250 mL, e com cinco repetições por tratamento, procedeu-se à aromatização dos azeites com diferentes proporções de agente aromatizante, 0,011, 0,055 e 0,110g de aromatizante desidratado/Kg de azeite, e ao fim de 30 dias de contato procedeu-se à avaliação: - dos parâmetros de qualidade, acidez, índice de peróxidos, coeficiente de extinção específica K_{232} e K_{270} e análise sensorial descritiva; - da estabilidade oxidativa pelo método Rancimat; - e do teor em fenóis totais e atividade antioxidante pelo método de DPPH. Os resultados indicam não terem havido grandes alterações do ponto de vista físico-químico, para os dois azeites analisados e para as diferentes concentrações de agente aromatizante registando-se apenas uma ligeira melhoria com a adição de orégãos. Ao nível sensorial, as concentrações mais elevadas mascaram em grande parte os defeitos do azeite. A resistência à oxidação piorou relativamente ao controlo para os azeites com aromatizantes e ao nível da atividade antioxidante não foram registadas alterações com significado.

Palavras Chave: Qualidade, perfil sensorial, caracterização físico-química, aromatização, tempo de prateleira.

Abstract

The oliviculture is one of the most important economic and social activities in Portugal. Olive oil has a great tradition, having a very dynamic market looking for differentiated products. The use of flavoring agents meets consumer demand for differentiated products and on the other hand may increase shelf life of products. In this sense, the present work evaluated the effect of the addition of two flavoring agents (oregano and basil) to two similar oils classified as extra virgin, from the physicochemical point of view, but different from the sensory point of view, being one of them classified as extra virgin olive oil and the other lampante. In 250 mL bottles, and with five repetitions per treatment, the oils were flavored with different flavoring agent proportions, 0.011, 0.055 and 0.110g of dehydrated flavoring/ kg of olive oil, and after 30 days of contacting. - the parameters of quality, acidity, peroxide index, specific extinction coefficient K_{232} and K_{270} and descriptive sensory analysis; - oxidative stability by the Rancimat method; - total phenol content and antioxidant activity by the DPPH method. The results indicate that there were no major physicochemical changes for the two oils analyzed and for the different concentrations of flavoring agent with only a slight improvement with the addition of oregano. At the sensory level, the highest concentrations largely mask the defects found. Oxidation resistance worsened relative to the control for flavoring oils and at the level of antioxidant activity no significant changes were recorded.

Keywords: Quality, sensorial profile, physico-chemical characterization, aromatization, shelf life.

1. Introdução



1. Introdução

A oliveira (*Olea europaea* L.) é nativa da região mediterrânica e constitui uma das espécies de árvores mais antigas cujos frutos e seus produtos, como o azeite, têm servido historicamente como base de alimentação para as populações. Na atualidade, o azeite goza de grande popularidade e procura. A riqueza da sua composição química, nomeadamente a composição em ácidos gordos, com elevado teor de ácido oleico, o equilíbrio entre ácidos gordos saturados e polinsaturados, e o elevado teor em antioxidantes, fazem com que seja uma gordura com elevado valor biológico (Ayadi et al., 2009). Esta riqueza e diversidade da composição do azeite faz com que seja um produto de excelência, com diferentes utilizações, não apenas na alimentação, mas também na cosmética e na farmacologia.

A nível mundial, a produção de azeitonas encontra-se centralizada junto à Bacia do Mediterrâneo, sendo a olivicultura um dos setores mais importantes a nível económico e social nos países inseridos nesta região. A produção mundial de azeite na campanha 2017/18 foi de 3270500 toneladas (COI, 2018). E, entre os maiores produtores mundiais encontram-se a Espanha, a Itália, a Grécia, a Síria e a Tunísia.

Em Portugal a oliveira predomina sobretudo nas regiões do interior, onde se encontra adaptada e mantém boas produções, e onde é um fator gerador de riqueza e capaz de ajudar a manter as populações nesses territórios. No nosso País têm-se assistido a um aumento gradual da produção de azeite nas últimas décadas. Tal, deve-se sobretudo à plantação de novos olivais, muitos deles em áreas regadas do Alentejo e Ribatejo, com um elevado número de plantas por hectare, normalmente superior a 1500, definidos como olivais intensivos ou superintensivos, que apresentam, e em que se recorre a uma utilização intensiva dos fatores de produção.

Paralelamente, têm havido também um esforço de uma maior valorização do produto e com recurso também a diferentes formas de apresentação, incorporando por vezes alguma inovação. Tudo isto contribui para a manutenção de população no meio rural onde o olival é uma atividade relevante, criando novos postos de trabalho e gerando também mais-valias do ponto de vista paisagístico uma vez que contribui para uma paisagem rural diversificada e humanizada.

Ao nível nacional, em 2018, as regiões com maior produção de azeite foram o Alentejo com cerca de 72% da produção nacional, seguido de Trás-os-Montes com

12%. As restantes regiões como as Beiras (entenda-se por Beira Litoral e Beira interior) apresentaram uma produção conjunta de 9%, seguidas da região Ribatejo e Oeste com 6% e da região do Algarve com 1% da produção nacional como demonstra a Figura 1.

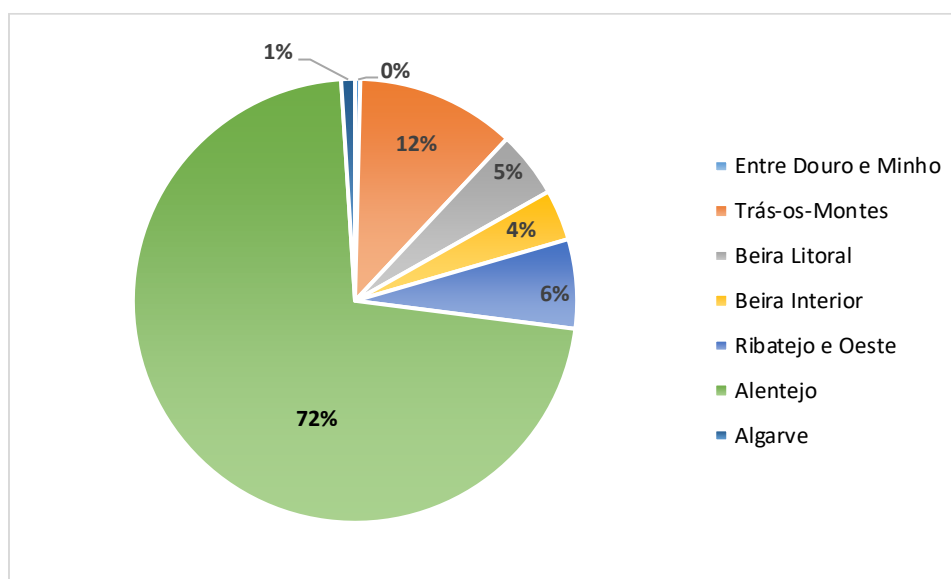


Figura 2 - Produção em Portugal na campanha de 2017/2018 (INE, 2018).

Nas últimas décadas o setor do azeite tem sofrido também algumas alterações, com diferenciação de mercados, a incorporação de novos produtos e alterações à sua forma de apresentação, com aparecimento de azeites de especialidade. Este segmento de especialidade é um nicho de mercado que, começa a ter alguma relevância, pois inclui azeites selecionados com embalagens mais atrativas e adição de outros componentes. Aromatizar o azeite é uma das especialidades, apesar de ser uma prática antiga, traz alguma inovação ao sector, como sejam a forma de aromatizar, apresentar e utilizar os produtos (Santos, 2010).

A aromatização de azeites com diversos aromatizantes, entre os mais comuns e já comercializados, como alho, louro, alecrim, cascas de limão e laranja, piri-piri, entre outros, tem como objetivo melhorar o valor nutricional, aumentar o tempo de prateleira e valorizar sensorialmente os azeites. Segundo Antoun & Tsimidou (1997) a aromatização de azeites visa aumentar sobretudo o tempo de prateleira. Contudo, e uma vez que de uma maneira geral se utilizam aromatizantes que imprimem um odor forte ao produto, a aromatização de azeites tem servido para mascarar azeites com defeitos

sensoriais, o que a indicar no rótulo que são preparados com azeite virgem extra, constitui uma fraude.

Um dos azeites que mais tem sido usado para aromatizar é o extraído de azeitonas da Cv. Arbequina. A sua utilização prende-se ao fato de por um lado serem azeites vulgarmente com baixa resistência à oxidação, e como tal com tempos de prateleira curtos, e por outro por serem azeites normalmente muito neutros, com baixas sensações de amargo e picante, e sem serem sensorialmente muito expressivos, onde facilmente o agente aromatizante se realça.

Assim, com este trabalho pretendeu estudar-se o efeito da adição de agentes aromatizantes, a diferentes azeites da cv. Arbequina, semelhantes do ponto de vista físico-químico, mas muito distintos do ponto de vista sensorial. Esses azeites apresentavam defeitos sensoriais que impediam a sua classificação em azeite virgem extra, verificando se a adição do agente aromatizante consegue mascarar os defeitos sensoriais. Recorreu-se a aromatização por contato entre o azeite e o agente aromatizante, com orégãos e manjeriço desidratados, adicionados a diferentes concentrações, e procedeu-se à avaliação de parâmetros físico-químicos de qualidade, resistência à oxidação, atividade antioxidante e análise sensorial.

A dissertação encontra-se estruturada em 5 capítulos onde no primeiro se faz uma introdução geral sobre o tema a abordar ao longo do trabalho, no segundo procede-se uma breve revisão sobre o tema, no terceiro capítulo apresenta-se o material usado e os métodos realizados, no quarto capítulo apresentam-se e discutem-se os resultados obtidos. E, por último o quinto capítulo encerra esta dissertação com as conclusões finais.

2. Breve revisão sobre o tema



2. Breve revisão sobre o tema

2.1. Classificação comercial dos azeites

Os azeites podem ser classificados de acordo com o seu processo de extração em “azeites virgens” e “azeites refinados”. Assim, de acordo com o Regulamento 2015/1833 podemos definir:

“Azeites virgens são os azeites obtidos a partir do fruto da oliveira unicamente por processos mecânicos ou outros processos físicos, em condições que não alterem o azeite, e que não tenham sido submetidos a outros tratamentos além da lavagem, da decantação, da centrifugação ou da filtração, com exclusão dos azeites obtidos com solventes, com adjuvantes de ação química ou bioquímica ou por processos de reesterificação, bem como de qualquer mistura com óleos de outra natureza”. Por sua vez os azeites refinados são definidos por *“Azeite obtido por refinação de azeite virgem, com uma acidez livre expressa em ácido oleico não superior a 0,3 g por 100 g, estando as outras características conformes com as previstas para esta categoria”* (Regulamento 1234/2007).

O azeite é classificado nas diversas categorias comerciais, em função dos resultados das análises físico-químicas efetuadas e em função da mediana dos defeitos e da mediana do atributo «frutado». Entende-se por «mediana dos defeitos» a mediana do defeito a que tenha sido atribuída a intensidade mais elevada. A mediana dos defeitos e a mediana do frutado são expressas com uma única casa decimal e o valor do coeficiente de variação robusto que lhes está associado deve ser igual ou inferior a 20%.

Os azeites virgens são classificados comercialmente seguindo as regras do Regulamento 2568/91 de julho e posteriores alterações em:

- Azeite virgem extra - é o azeite virgem com acidez livre, expressa em ácido oleico, não superior a 0,8 g por 100 e cuja mediana dos defeitos igual a 0 e mediana do frutado superior a 0; e cumpre com as características consideradas na tabela 1.
- Azeite virgem - é o azeite virgem com acidez livre, expressa em termos de ácido oleico, não superior a 2 g por 100 g e cuja mediana dos defeitos superior a 0 e inferior ou igual a 3,5 e mediana do frutado superior a 0, e cumpre com as características consideradas na tabela 1.

- Azeite lampante - é o azeite virgem que não cumpre algum dos parâmetros para as categorias de azeite virgem extra e azeite virgem de acordo com as características consideradas na tabela 1.

Além dos azeites virgens, existe também a categoria comercial de “Azeite”, destinada a incluir azeites que sofreram refinação. Assim, pode classificar-se:

- Azeite - produto obtido por mistura de azeite refinado e azeite virgem, com acidez livre, expressa em ácido oleico, não superior a 1 g por 100 g, e cujas restantes características estão de acordo com as estabelecidas na tabela 1.

Apenas as categorias de **azeite virgem extra**, **azeite virgem** e **azeite** (contem uma mistura de azeite refinado com azeite virgem) podem ser comercializadas diretamente ao público. Na tabela 1 encontram-se as características, estabelecidos pelo Regulamento 2568/91 e alterações posteriores, a que devem obedecer as diferentes categorias comerciais.

Tabela 1- Principais parâmetros legais para a classificação comercial de azeites (Regulamento Europeu 2568/91 e alterações posteriores).

	Parâmetro	Azeite virgem extra	Azeite virgem	Azeite	
Parâmetros de qualidade	Acidez (%)	≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 1,0	
	Índice de peróxidos (mEq O ₂ /kg)	≤ 20	≤ 20	≤ 15	
	K ₂₃₂	≤ 2,50	≤ 2,60	-	
	K ₂₆₈ ou K ₂₇₀	≤ 0,22	≤ 0,25	≤ 0,90	
	ΔK	≤ 0,01	≤ 0,01	≤ 0,15	
	Exame organolético – média dos defeitos	0	≤ 3,5	-	
	Exame organolético – média do frutado	> 0	> 0	-	
	Ceras (mg/kg)	≤ 150	≤ 150	≤ 350	
	Eritrodiol e uvaol (%)	≤ 4,5	≤ 4,5	≤ 4,5	
	Ésteres metílicos de ácidos gordos (FAME) e ésteres etílicos de ácidos gordos (FAEE)	Σ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg ou 75 mg/kg < Σ FAME + FAEE ≤ 150 mg/kg e (FAEE/FAME) ≤ 1,5			
	Ácidos <small>carboxílicos</small>	Mirístico	≤ 0,03	≤ 0,03	≤ 0,03
		Linolénico	≤ 1,00	≤ 1,00	≤ 1,00
Araquídico		≤ 0,60	≤ 0,60	≤ 0,60	
Eicosenóico		≤ 0,40	≤ 0,40	≤ 0,40	

	Beénico	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20
	Lignocérico	≤ 0,20	≤ 0,20	≤ 0,20
	Total dos isómeros transoleicos	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,20
	Total dos isómeros trans-linoleicos + trans-linolénicos	≤ 0,05	≤ 0,05	≤ 0,30
Esteróis (%)	Colesterol	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5
	Brassicasterol	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1
	Campesterol	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0
	Estigmasterol	< Campesterol	< Campesterol	< Campesterol
	β-sitosterol aparente	≥ 93,0	≥ 93,0	≥ 93,0
	Δ-7-estigmastenol	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 0,5
	Esteróis totais (mg/kg)	≥ 1000	≥ 1000	≥ 1000

2.3. Composição química do azeite

O azeite é maioritariamente composto por triglicéridos (aproximadamente 99%) (Bajoub et al., 2016) e por ácidos gordos livres, monoglicéridos e diglicéridos que resultaram da hidrólise dos primeiros. Estes, no seu conjunto constituem a fração saponificável do azeite. Estão presentes outros compostos em quantidades inferiores tais como por exemplo, compostos voláteis e compostos fenólicos com importante função ao nível sensorial.

A composição do azeite é afetada por vários aspetos como sejam a região onde as plantas foram cultivadas, as condições climatéricas, as cultivares de azeitona, o ataque de pragas e doenças, as condições de colheita, extração e armazenamento, entre outros aspetos (Borges et al., 2017; Servilli et al., 2004).

De seguida far-se-á uma descrição resumida dos compostos mais importantes ou abundantes.

2.3.1. Ácidos gordos e triglicéridos

Os triglicéridos são os principais componentes da fração saponificável do azeite e são compostos por uma molécula de glicerol ligada a três ácidos gordos (Lucci et al., 2018). Os principais ácidos gordos presentes em azeites são os seguintes: ácido palmítico (C16:0), palmitoleico (C16:1), esteárico (C18:0), oleico (C18:1), linoleico (C18:2) e linolénico (C18:3) (Christopoulou et al., 2004). Para alguns deles, e de forma a garantir a genuinidade dos azeites, existem valores legais que devem ser respeitados como constam na tabela 1.

Os principais triglicéridos presentes no azeite são a trioleína (OOO – 25-56%), a palmitodioleína (POO – 15-25%), a linodioleína (OOL – 10-19%), a

palmitooleolinoleína (POL – 2,1-11,6%) e a estearodioleína (SOO – 2,4-5,6%) (Ollivier et al., 2006). A constituição e designação destes triglicéridos depende dos ácidos gordos que se encontram ligados à molécula de glicerol, por exemplo, a trioleína (OOO) é um triglicerol cuja molécula de glicerol está ligado a três moléculas do ácido oleico. O perfil em triglicéridos pode também ser usado como uma ferramenta para comprovar a autenticidade de um determinado azeite (Olivier et al., 2006).

2.3.2. Hidrocarbonetos

O azeite contém principalmente o esqualeno como hidrocarboneto. O esqualeno responsável por uma série de propriedades que conferem ao azeite aspetos benéficos para a saúde. Segundo Boskou et al. (2006) o esqualeno representa 90% dos hidrocarbonetos.

2.3.3. Pigmentos

As clorofilas e os carotenoides são pigmentos muito comuns, que são responsáveis pela cor em vegetais e várias frutas, onde desempenham papéis fundamentais na fotossíntese (Giuffrida et al., 2007). O processo de extração dos azeites provoca perdas pigmentos, principalmente clorofilas, devido à transformação estrutural de pigmentos causados pela libertação de ácidos, nomeadamente a transformação de clorofilas em feofitinas pela remoção do ião Mg^{2+} . Os pigmentos de clorofila são responsáveis pelas tonalidades esverdeadas do azeite. Dentro das clorofilas, as feofitinas são os pigmentos que se encontram em maior quantidade no azeite.

Os carotenoides, e particularmente a luteína e o β –caroteno, são responsáveis pelos pigmentos de cor amarelada dos azeites. Estes, juntamente com os ácidos gordos monoinsaturados, os polifenóis e os tocoferóis são os responsáveis pela estabilidade oxidativa do azeite (Fakourelis et al., 1987; Giuffrida et al.,2007).

2.3.4. Esteróis

Os esteróis são componentes do azeite com grande importância ao nível da autenticidade, uma vez que o perfil esterólico é considerado como uma impressão digital dos azeites, quer varietal quer pela mistura de outros óleos vegetais (Salazar et

al., 2018). O β -sitosterol é o esteroide mais abundante, seguido do campesterol e estigmasterol (Salazar et al., 2018). Normalmente, o teor em esteróides em azeites está entre os 1000 e 2000 mg/kg de azeite (Boskou et al., 2006). Na tabela 1 apresentam-se os limites legais para os esteróides mais importantes do azeite.

2.3.5. Tocoferóis

Os tocoferóis podem estar presentes no azeite na forma de tocoferóis e tocotrienóis, nas diferentes formas α , β , γ e δ . O α -tocoferol é o vitâmero maioritário, representando mais de 90% dos tocoferóis presentes no azeite (Boskou et al., 2006), seguido pelo β -tocoferol. Os tocotrienóis estão presentes em quantidades muito reduzidas. A importância destes compostos no azeite advém do facto de serem antioxidantes e terem uma função nutricional importante, sendo reportada a sua quantidade total em teor de vitamina E (Ambra et al., 2017).

2.3.6. Compostos voláteis

Os compostos voláteis têm um papel importante ao nível da aceitabilidade de azeites virgens, além de serem importantes na classificação comercial dos azeites. Estes compostos formam-se exclusivamente durante o processo de extração do azeite, durante as fases de moenda e termobatedura, através do “mecanismo da lipoxigenase”, também conhecido como LOX (Aprea et al., 2018). No mecanismo da LOX atuam várias enzimas, mas a principal é a lipoxigenase que leva à formação de hidroperóxidos tendo como substrato os ácidos linoleico e linolénico (Kalua et al., 2007). A partir deste mecanismo são formadas várias classes químicas de compostos voláteis: álcoois, aldeídos e ésteres essencialmente (Aprea et al., 2018), donde pertencem os principais compostos voláteis presentes em azeites, destacando-se o hexanal, (*E*)-2-hexenal, (*Z*)-3-hexen-1-ol e o (*Z*)-3-hexenil acetato (Kalua et al., 2007). Estes são os compostos responsáveis pelo odor a notas herbáceas e frutado do azeite (Angerosa et al., 2000).

Podem ser encontradas outras classes químicas de compostos no perfil volátil de azeites, como cetonas, terpenos, sesquiterpenos, derivados de ácidos gordos, hidrocarbonetos, alcanos, alcenos, entre outros (Aprea et al., 2018).

Quando aromatizados, os aromas presentes provêm na sua maioria do agente aromatizante, dependendo a sua quantidade da concentração de agente utilizado.

2.3.7. Compostos fenólicos

Os secoiridóides são o grupo de compostos fenólicos mais abundantes no azeite. Dos secoiridóides formados durante o processo de extração são de realçar as formas dialdeídicas do ácido decarboximetil elenólico ligado ao hidroxitirosol (3,4-DHPEA-EDA) e ao tirosol (p-HPEA-EDA). Estão presentes diferentes secoiridóides em quantidades consideráveis, como a demetiloleuropeína, o ligstrosídeo, o ácido elenólico, a aglicona da oleuropeína, entre outros derivados da oleuropeína, o ácido elenólico e o ligstrosídeo. Podem também ser encontrados outros grupos de compostos fenólicos em azeites como os ácidos fenólicos (ácido cafeico, clorogénico, ferúlico, entre outros), os álcoois fenólicos (hidroxitirosol e tirosol), os flavonoides (rutina, luteolina, entre outros), e os lignanos (pinoresinol e acetoxipinoresinol) (Malheiro et al., 2015).

2.4. Azeites aromatizados

Os azeites aromatizados são azeites aos quais foi adicionado um agente aromatizante, alterando as suas características físico-químicas, valor nutricional e tempo de prateleira, mas influenciando sobretudo nas características sensoriais (Lagouri e Boskou, 1996). Usualmente são usados azeites com a categoria de virgem extra, ou virgem, mas também podem ser usados azeites lampantes, sobretudo do ponto de vista sensorial.

Como aromatizantes utilizam-se ervas aromáticas, especiarias, frutos, entre outros (Lagouri e Boskou, 1996). A classificação comercial e a rotulagem de azeites aromatizados são um tema ainda controverso. A legislação Europeia (Regulamento 1308/2013), refere que este tipo de azeites não pode ser classificado como azeites virgem ou virgem extra, uma vez que o produto final não foi obtido exclusivamente a partir de azeitona por processos físicos e tem na sua constituição outros ingredientes. Para o Concelho Oleícola Internacional (COI), os azeites aromatizados são considerados temperos, e devem ser designados como “*tempero feito com azeite*” e discriminar o agente aromatizante.

2.4.1. Agentes aromatizantes

Têm sido diversos os agentes aromatizantes adicionados/usados para aromatizar azeites. Na tabela 2 faz-se um apanhado dos diferentes agentes utilizados, podendo ser agrupados por:

- Vegetais desidratados (ex. alho, cebola, malagueta, pimento, tomate seco);
- Plantas aromáticas e respectivos óleos essenciais (ex. tomilho, manjeriço, orégãos);
- Frutos frescos (ex. laranja, limão, tangerina)
- Especiarias (ex. cravinho, gengibre, pimenta, noz-moscada);
- Frutos desidratados (ex. laranja, limão, tangerina);
- Cogumelos de diferentes espécies (ex. trufas, boletos);
- Aromas (ex. baunilha, café).

De seguida faz-se uma referência breve aos agentes aromatizantes utilizados neste trabalho.

2.4.1.1. Orégãos

Os orégãos, com nome científico *Origanum vulgare* L., pertencem à família Lamiaceae. É uma planta amplamente utilizada como erva aromática na cozinha mediterrânica. Devido às suas propriedades químicas e biológicas tem sido utilizada em medicina tradicional. Vários estudos têm demonstrado que os orégãos têm inúmeras propriedades, tais como antibacteriana, antifúngica, antimutagénica e antioxidante. Na indústria alimentar, estas plantas têm sido utilizadas para prolongar o tempo de prateleira de alguns géneros alimentícios (Figiel et al., 2010; Gulluce et al., 2012; Costa, 2012).

2.4.1.2. Manjeriço

O manjeriço, *Ocimum basilicum* L., pertencente à família Lamiaceae, faz parte do grupo de plantas medicinais e aromáticas de grande valor económico, e que tem sido muito utilizado para diversos fins como ornamental, condimentar, medicinal, aromático, na indústria de perfumaria e da cosmética. Trata-se de uma espécie herbácea, fortemente aromática, que pode ser anual ou perene conforme as condições da região onde é cultivada (Blank, 2004).

2.5. Metodologias de aromatização de azeites

Existem várias técnicas de aromatizar azeites, no entanto o método de contacto por imersão é o mais usual (Ayadi et al., 2009). Ou seja, o azeite é extraído e posteriormente o agente aromatizante é adicionado ao azeite estabelecendo-se contato entre o azeite e agente aromatizante. Este processo tem a desvantagem de poder demorar várias semanas, ou mesmo meses até as características do agente aromatizante serem realçadas (Assami et al., 2016). Este período pode levar também a uma ligeira deterioração ou oxidação do azeite. É muito importante manter uma proporção adequada entre o agente aromatizante e o azeite, de modo a não obter azeites exageradamente aromáticos. Geralmente, os aromatizantes adicionados são secos e colocados diretamente em contacto com o azeite (muito usual em plantas aromáticas).

Outra metodologia usualmente usada é a co-extração, ou seja, o azeite extraído consiste numa mistura, a uma proporção adequada, de azeitonas e o agente aromatizante (Mannina et al., 2012). Esta metodologia permite obter imediatamente o azeite aromatizado, poupando tempo e levando a uma mais rápida estabilização organoléptica do produto final, além de os azeites serem mais límpidos que os azeites obtidos por contato. No entanto, o contacto e co-extração têm como desvantagem a possível passagem de sabores desagradáveis que podem resultar do agente aromatizante.

A adição de óleos essenciais tem sido outro dos processos utilizados. Este processo não contribui para a turbidez do azeite, são concentrados e apenas uma pequena quantidade pode aromatizar grandes quantidades de azeite. Além disso, os óleos essenciais não apresentam problemas de difusão e homogeneização no azeite. No entanto a extração de óleos essenciais por hidro-destilação é um processo demorado e resulta em pequenas quantidades de óleo essencial. Alguns autores apontam críticas a esta técnica, uma vez que ao serem extraídos pode haver arrastamento de substâncias indesejáveis e que possam acarretar alguns riscos, contudo, até ao momento, o conhecimento destes aspetos é ainda reduzido.

Entre os diferentes agentes aromatizantes usados na aromatização de azeites, os óleos essenciais apresentam uma série de vantagens, nomeadamente a pequena quantidade necessária para aromatizar grandes quantidades de azeites, devido ao elevado poder odorífero; não causam turbidez no produto final; não contém água; se extraídos adequadamente não acarretam a adição de nenhum agente de extração ao

produto; tem uma excelente capacidade de difusão e homogeneização; o aroma persiste durante mais tempo e são mais estáveis relativamente a outros agentes aromatizantes; transmitem sensações sensoriais de acordo com a planta aromática ou fruto (ex. cascas de citrinos) que lhe deu origem. No entanto, para além das vantagens mencionadas, os óleos essenciais também atuam ao nível de outras valências nos azeites aromatizados. Ao nível sensorial, azeites aromatizados com óleo essencial de diferentes espécies de orégãos obtiveram melhores pontuações ao nível do sabor e aroma em relação a azeites controlo (Asensio et al., 2013). Os mesmos autores verificaram que os processos de auto-oxidação do azeite ocorreram em muito menor extensão durante o armazenamento (126 dias) nos azeites aromatizados, tendo uma influência muito positiva em todos os parâmetros de qualidade. Este facto deve-se à composição dos óleos essenciais.

A composição dos óleos essenciais varia consideravelmente de acordo com a matriz onde foi extraído. No entanto, independentemente do material extraído (planta aromática, flores, frutos, entre outros.), os componentes dos óleos essenciais têm uma elevada capacidade bioativa, nomeadamente antioxidante (Charai et al., 1999). Estes compostos bioativos (terpenos, compostos aromáticos, incluindo fenóis voláteis e terpenóides) ao serem incorporados em azeites vão auxiliar na estabilidade, evitando processos de oxidação e aumentando a estabilidade oxidativa e o tempo de prateleira (Asensio et al., 2013; Taoudiat et al., 2018). Além de todos os aspetos já mencionados, o uso de óleos essenciais como agentes aromatizantes também tem um impacto positivo na saúde do consumidor (Clodoveo et al., 2016), uma vez que a ingestão destes compostos também possui propriedades bioativas em ensaios realizados *in vivo*. Entre estas propriedades são de realçar propriedades citotóxicas, fototóxicas, mutagenicidade nuclear, mutagenicidade citoplasmática, carcinogénicas, antimutagénicas, entre outras (Bakkali et al., 2008).

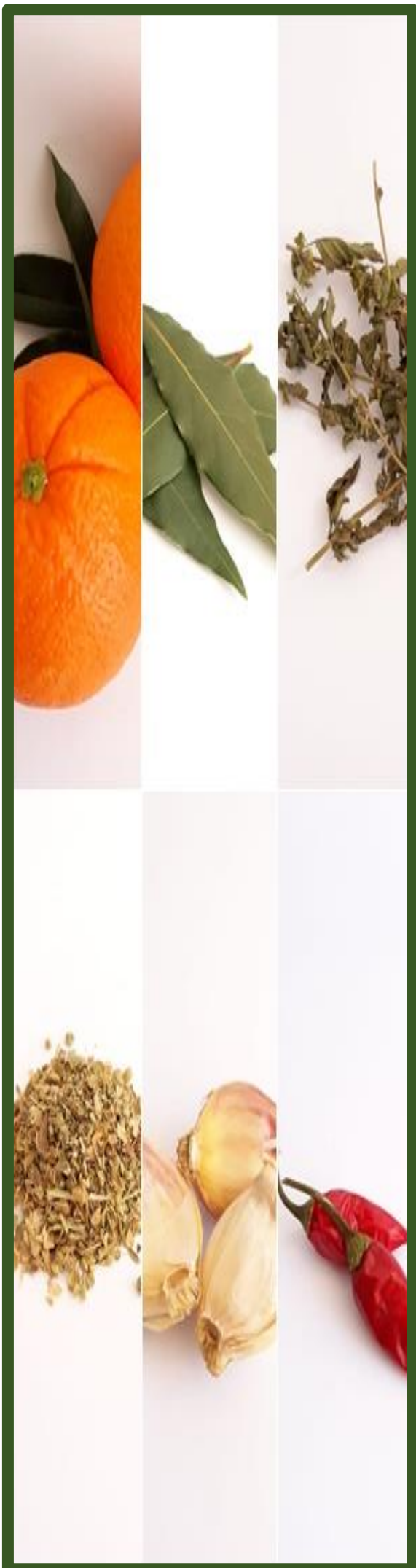
Na tabela 2, é apresentada uma listagem de alguns estudos realizados com a aromatização de azeites com o propósito de estudar diversos aspetos, demonstrando que a incorporação destes aromatizantes tem uma série de vantagens no azeite. No entanto os benefícios do agente aromatizante dependem consideravelmente da metodologia usada para o incorporar no azeite (Mannina et al., 2012).

No presente trabalho são usados como agentes aromatizantes: orégãos, manjeriço, ambos desidratados.

Tabela 2 - Resumo de trabalhos realizados com o uso de diferentes agentes.

Aromatizante(s)	Tipo de aromatizante(s)	Incorporação	Principal objetivo	Referência
Limão, orégãos, alho, malagueta	Plantas aromáticas, frutos e vegetais, condimentos e especiarias	Sem informação	Atividade microbiológica	Ciafardini et al. (2004)
Orégãos e rosmaninho	Plantas aromáticas	Por contacto	Estudo de antioxidantes e pro-oxidantes	Damechki et al. (2001)
Alho, malagueta, louro, orégãos, pimenta	Plantas aromáticas, especiarias, condimentos, vegetais	Por contacto	Qualidade, composição, estabilidade e antioxidantes	Sousa et al. (2015).
Malagueta	Fluido supercrítico de especiaria	Adição após extração	Estabilidade oxidativa	Gouveia et al. (2006)
Alho, limão, orégãos, malagueta e rosmaninho	Plantas aromáticas, frutos e vegetais, condimentos e especiarias	Co-extração	Qualidade, fenóis e atividade antioxidante durante armazenamento	Baiano et al. (2009)
Óleo essencial de orégãos (4 clones)	Óleo essencial	Adição após extração	Aceitabilidade do consumidor, qualidade e estabilidade	Asensio et al. (2013)
Laranja, manjeriço, bergamota, cardamomo, limão, mandarina, pimento, rosmaninho, trufas brancas e negras, gengibre, alho e cogumelos	Plantas aromáticas, frutos e vegetais, condimentos e especiarias	Co-extração, contacto, ou adição de aromas naturais.	Distinção por ressonância magnética nuclear (NMR)	Mannina et al. (2012)
Manjeriço, pimento, mistura de manjeriço e pimento	Plantas aromáticas, condimentos e especiarias	Co-extração, por contacto	Co-extração vs. contacto – estudo da qualidade	Caponio et al. (2016)
Rosmaninho, lavanda, salva, menta, manjeriço, limão e tomilho	Plantas aromáticas e frutos	Por contacto	Modificações físico-químicas e estabilidade ao aquecimento	Ayadi et al. (2009)
Menta e tomilho	Óleo essencial	Adição após extração	Caracterização do azeite aromatizado	Moldão-Martins et al. (2004)
Limão, cebola, alho e pimento	Frutos, vegetais e condimentos	Por contacto	Aceitabilidade do consumidor e estabilidade térmica	Issaoui et al. (2019)
Rosmaninho, alho, orégãos e tomilho	Plantas aromáticas, vegetais, condimentos e especiarias	Por contacto	Estudo do perfil volátil	Perestrelo et al. (2017)
Cominhos	Óleo essencial	Infusão e infusão por ultrassons	Estudo de aromatização por infusão vs. infusão por ultra-sons	Assami et al. (2016)
Louro	Óleo essencial	Adição após extração	Estudo de diferentes embalagens e estabilidade foto-oxidativa	Taoudiat et al. (2018)
Alho, louro, pimenta preta, orégãos, malagueta	Plantas aromáticas, condimentos e especiarias	Por contacto	Influência do aromatizante na qualidade, composição, estabilidade, antioxidantes.	Sousa et al. (2015)

3. Material e métodos



3. Material e métodos

3.1. Desenho experimental

3.1.1. Aromatização com manjeriço e orégãos desidratados

Para a realização deste trabalho, foram selecionados azeites monovarietais (cv. Arbequina) numa unidade de extração local (Olimontes, Macedo de Cavaleiros, Portugal). Foram selecionados dois lotes pelas características que apresentavam. Ambos os lotes foram extraídos de azeitonas do mesmo produtor, produzidas na mesma área de exploração, e que apresentavam graus de maturação semelhantes. A extração ocorreu numa linha de duas fases, tendo de acordo com as práticas de extração da unidade. Foi realizada uma avaliação inicial da qualidade (dados não apresentados), demonstrando que, do ponto de vista físico-químico, os azeites de ambos os lotes de produção podiam ser classificados como azeite virgem extra (AVE), cumprindo os limiares legais estabelecidos pelos regulamentos (Reg. (UE) 2015/1830, 2015).

Do ponto de vista sensorial, e de acordo com a análise sensorial realizada por um painel de provadores treinados da Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Bragança, os azeites de ambos os lotes tinham uma sensação de intensidade frutada maior que 0, zero, numa escala de perceção de intensidade variando que varia entre 0, sensação não percebida, e 10, nível máximo de intensidade percebido, atendendo ao requisito de classificação AVE. No lote 1 não foram detetados quaisquer defeitos sensoriais confirmando assim a classificação AVE. No lote 2, foi encontrado uma sensação gustativa-retronasal de avinhado (defeito sensorial), com valor da mediana de intensidade superior a 3,5, levando a uma classificação de qualidade Azeite Lampante (AL), de acordo com as recomendações do Regulamento (UE) 2015/1830, 2015). De cada um dos lotes foi adquirido azeite suficiente para realizar todos os ensaios pretendidos.

Para cada um dos agentes aromatizantes, orégãos desidratados e manjeriço desidratado, foram escolhidos três níveis de concentração (0,011, 0,055 e 0,110 g de aromatizante seco/ kg de azeite). Os dois agentes aromatizantes foram adquiridos numa unidade comercial local, sendo que os orégãos são da marca comercial Margão, e encontravam-se em embalagens de 8g; enquanto o manjeriço, da marca comercial Espiga, se encontrava em embalagens de 7g. De cada um dos agentes foram adquiridas várias embalagens, pertencentes ao mesmo lote, de forma a ter quantidade suficiente para o estudo.

Para cada uma das concentrações de agente aromatizante (0,011; 0,055; e 0,110 g/kg) e para cada um dos azeites (AVE e AL), foram embaladas cinco garrafas de vidro âmbar, com 125 mL de capacidade cada, utilizando azeite sem agente aromatizante como controlo, do qual foram embaladas também cinco garrafas. No total, embalaram-se 80 garrafas, nomeadamente 2 azeites (AVE e AL) x 2 agentes aromatizantes (orégãos e manjerição) x 4 concentrações por agente aromatizante (0-controlo; 0,011; 0,055; e 0,110 g/kg) x 5 repetições. Todas as garrafas foram armazenadas por 30 dias em ambiente escuro, à temperatura ambiente (18–25 °C), antes do azeite ser analisado.

Em cada um dos azeites procedeu-se à análise dos parâmetros a seguir indicados.

3.3 Parâmetros de qualidade

3.3.1. Acidez

A determinação da acidez foi executada de acordo com o anexo II do Regulamento (CEE) nº 2568/91 da Comissão Europeia de 11 de julho de 1991, de acordo com a seguinte metodologia: foram pesados para cada ensaio, aproximadamente, 5,0 g de azeite para um erlenmeyer de 100 mL, adicionados 50 mL de uma solução alcoólica (1:1) etanol/éter etílico e titulado com uma solução de hidróxido de sódio 0,1 M, utilizando como indicador uma solução de fenolftaleína, até aparecimento de cor rosada ténue e persistente. Todas as amostras foram analisadas em duplicado. A acidez obtida, é expressa em percentagem de ácido oleico livre na amostra, utilizando a seguinte equação para a sua determinação:

$$Acidez (\%) = \frac{V \times C \times M}{10 \times m}$$

onde:

V - volume de hidróxido de sódio gasto na titulação (mL);

C - concentração exata da solução de hidróxido de sódio em moles por litro;

M - massa molar do ácido oleico em g/mol;

m - massa da amostra em grama

3.3.2. Índice de peróxidos

A determinação do índice de peróxidos está de acordo com o anexo III do Regulamento (CEE) nº 2568/91 da Comissão Europeia de 11 de Julho de 1991, com a seguinte metodologia: foram pesados rigorosamente 1,2 g para um erlenmeyer de 250 mL, dissolvidos em ácido acético glacial (15 mL) e clorofórmio (10 mL), com uma solução de

iodeto de potássio (1 mL). Após 1 minuto de agitação com o erlenmeyer tapado, armazenase (5 min.) à temperatura ambiente e ao abrigo da luz. Por último, acrescenta-se 75 mL de água destilada, uma solução de amido (1g/100mL) como indicador e titula-se o iodo libertado com uma solução padrão de tiosulfato de sódio 0,01N. Cada amostra foi analisada em duplicado e foi realizado um ensaio em branco. Os valores de índice de peróxidos foram calculados segundo a fórmula:

$$\text{Índice de peróxidos (mEq.O2/kG)} = \frac{V \times N \times 1000}{m}$$

onde:

V - volume de tiosulfato de sódio gasto na titulação, tendo em conta o ensaio em branco;

N - normalidade exata da solução de tiosulfato de sódio;

m - massa da amostra em grama.

3.3.3. Coeficiente de extinção específica

A análise da absorvância no ultravioleta foi efetuada segundo o anexo IX do Regulamento (CEE) nº 2568/91 da Comissão Europeia de 11 de Julho de 1991, com a seguinte metodologia: pesaram-se para um tubo de falcon de 15 mL aproximadamente 0,6 g de amostra, dissolvidas em 10 mL de iso-octano (2,2,4-trimetilpentano), determinando-se em seguida, em “cuvettes” de quartzo de percurso ótico de 1cm, o coeficiente de extinção da solução nos comprimentos de onda prescritos (232 a 276nm) em relação ao iso-octano no seu estado puro. As leituras de absorvância foram efetuadas num espectrofotómetro UV/Visível modelo Genesys™ 10. Os coeficientes de extinção a 232 nm, 270 nm e ΔK foram calculados da seguinte forma:

$$K_{232} = \frac{A_{232}}{c \times l}$$

$$K_{270} = \frac{A_{270}}{c \times l}$$

$$\Delta K = K_{270} \frac{(A_{266} + A_{274})}{2}$$

onde:

A_{232} , A_{266} , A_{270} e A_{274} são absorvâncias;

c - concentração do azeite em g/ 100 mL;

l - percurso ótico (1 cm).

3.3.7. Análise sensorial

A análise sensorial dos azeites em estudo, foi realizada por um painel sensorial treinado, composto por provadores da Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Bragança (Portugal), seguindo os regulamentos estabelecidos pelo Concelho Oleícola Internacional (COI, 2013, 2014), sendo solicitado especificamente a avaliação de atributos positivos de frutado do ponto de vista olfativo e gustativo-retronasal, bem como possíveis defeitos organoléticos, utilizando uma escala de intensidade que varia de 0 (ausência de atributo) a 10 (intensidade máxima de atributo).

3.3.4. Resistência à oxidação (Rancimat)

A resistência à oxidação (RO) foi medida em um aparelho Rancimat 743 (Metrohm CH, Suíça), seguindo a metodologia descrita por Rodrigues et al. (2016). É um processo que consiste em fazer borbulhar uma corrente de ar filtrado, limpo e seco (20 L/ h) através de uma toma de amostra (3,0 g) aquecida a $120 \pm 1,6^{\circ}\text{C}$., em que os compostos voláteis são recolhidos em água e em que as alterações na condutividade da água são registadas continuamente por potenciometria. O cálculo dos tempos de estabilidade oxidativa das amostras é feito diretamente pelo programa informático, associado ao aparelho, pelo traçado das tangentes à curva obtida. O intervalo de tempo compreendido entre o início do registo e o ponto de interceção das tangentes à curva, corresponde ao chamado “período de indução”.

3.3.5. Teor em fenóis totais

A composição em fenóis totais foi determinada pelo método utilizado por Capannesi et al. (2000), com algumas modificações. É colhida uma toma de 2,5 g de amostra, para se dissolver 2,5 mL de n-Hexano e 2,5 mL de metanol/H₂O (80/20; v/v). Extrai-se 1 mL de sobrenadante após centrifugações de 5 minutos a 5000 rpm. Adiciona-se 1 mL de Folin-Ciocalteu, 1 mL de Na₂CO₃ (7,5%) e 7 mL de água destilada. Leva-se ao frigorífico durante, aproximadamente 16 horas. Efetua-se a leitura num espectrofotómetro UV/Visível modelo Genesys™ a 765 nm.

3.3.6 Efeito bloqueador de radicais livres de DPPH

As amostras de azeite foram analisadas quanto à sua capacidade de eliminar o radical DPPH (2,2-difenil-1-picril-hidrazil) estável, de acordo com o procedimento descrito por Kalantzakis et al. (2006) com algumas modificações. A 1 mL de solução de azeite em acetato de etilo (10%, p/ v), foram adicionados 4 mL de uma solução radical DPPH recém-preparada (1×10^{-4} M em acetato de etilo) em um tubo de ensaio de 15 mL com tampa de rosca. A mistura foi agitada vigorosamente por 10 s e o tubo foi mantido no escuro por 30 min. A absorvância foi medida a 515nm (espectrofotômetro UV/Visível modelo Genesys™) contra uma solução em branco. Uma amostra de controle foi preparada e medida diariamente. Os resultados obtidos são expressos como porcentagem de inibição.

3.3.8. Análise Estatística

As influências do tipo de aromatizante utilizado (manjerição ou orégãos) e da sua concentração (0-controle, 0,011, 0,055 e 0,110 g de aromatizante seco/ kg de azeite) nos parâmetros físico-químicos e nos atributos sensoriais de os azeites não aromatizados ou aromatizados foram avaliados pelo teste t-Student ou pela análise de variância unidirecional (ANOVA), respetivamente. Para o último teste, o teste post-hoc de multi-comparação de Tukey foi aplicado ainda mais se fosse encontrado um efeito estatístico significativo (valor de $P < 0,050$). Além disso, os coeficientes de correlação R-Pearson também foram calculados para inferir sobre a existência de uma tendência linear entre a estabilidade oxidativa ou a intensidade dos atributos sensoriais e as concentrações adicionadas de cada agente aromatizante.

4. Resultados e Discussão



4. Resultados e discussão

4.1. Adição de agentes aromatizantes de manjeriço e orégãos em azeites da cv. Arbequina com diferentes categorias comerciais

A adição de diferentes tipos de agentes aromatizantes de forma a mascarar defeitos sensoriais presentes no azeite é uma prática recorrente por parte de alguns produtores menos escrupulosos.

No presente trabalho foram avaliados dois agentes aromatizantes (orégãos e manjeriço) a azeites da cv. Arbequina, classificados como azeite virgem extra (AVE) e azeite lampampe (AL). Os valores dos parâmetros avaliados (acidez, índice de peróxidos, coeficientes de extinção no ultravioleta (K_{232} , K_{270} , ΔK) e resistência à oxidação) são apresentados nas tabelas 3 e 4. Nessas tabelas são também apresentados os resultados obtidos ao nível sensorial, para as mesmas garrafas de azeite, as intensidades percebidas (média \pm desvio padrão) da sensação positiva frutado, bem como do defeito sensorial avinhado (sensação negativa).

Os resultados obtidos mostram claramente que os parâmetros de qualidade físico-química (acidez, índice de peróxidos, K_{232} e K_{270}) do AVE e AL estudados foram, em geral e do ponto de vista estatístico, significativamente influenciados (valor $P < 0,05$ para a ANOVA unidirecional) pela presença e concentração de cada erva aromática usada. No entanto, como também pode ser facilmente deduzido, não foi encontrada uma tendência clara, sendo geralmente observada uma tendência de aumento-diminuição, dependendo da qualidade do azeite, da erva aromática e/ou do nível de concentração adicionado.

No presente trabalho os resultados obtidos são concordantes aos observados por Baiano et al. (2016) que constataram que os parâmetros de qualidade vão-se alterando, e essa alteração depende da qualidade do azeite inicialmente usado, embora o agente aromatizante e a concentração também exerçam alguma influência nesses parâmetros. Contudo, alguns autores têm relatado efeitos diferenciados da adição de agentes aromatizantes naturais na qualidade geral do azeite. Gambacorta et al. (2007) ao estudarem o efeito da adição de diferentes níveis de alecrim, pimenta, orégãos e alho em parâmetros como acidez, índice de peróxidos, K_{232} e K_{270} , bem como nas características sensoriais globais dos azeites constaram que os valores de índice de peróxidos e K_{232}

diminuíram com a adição dos agentes aromatizantes, não sendo registada nenhuma alteração com significado estatístico para acidez e K_{270} . A figura 2 apresenta que após adição dos agentes aromatizantes o azeite virgem extra melhora ainda mais a sua sensação de frutado.

Tabela 3. Parâmetros físico-químicos e de qualidade sensorial do azeite virgem extra (AVE lote 1), 30 dias após contato com manjeriçã e orégãos desidratados, nas concentrações de 0,011, 0,055 e 0,110 g/ kg de azeite, em comparação com o controlo onde não foi adicionado qualquer agente.

AVE (lote 1)	Agente aromatizante	Nível de concentração (g de agente secos/ kg de azeite)				Valor P^1
		Controlo	0,011 g/kg	0,055 g/kg	0,110 g/kg	
<i>Parâmetros físico-químicos</i>						
Acidez (%)	Manjeriçã	0,171±0,014	0,175±0,012	0,170±0,000	0,170±0,013	0,6007
	Oregãos	0,171±0,014 ^a	0,152±0,014 ^b	0,158±0,014 ^{a,b}	0,164±0,012 ^{a,b}	0,0083
	Valor P^2	----	0,0013	0,0246	0,3352	
Índice de peróxidos (mEq O_2 /kg)	Manjeriçã	4,821±1,180	4,446±0,200	4,610±0,361	5,254±0,479	0,1458
	Oregãos	4,821±1,180 ^a	3,275±0,310 ^b	4,436±0,897 ^{a,b}	5,645±1,356 ^a	< 0,0001
	Valor P^2	----	< 0,0001	0,5773	0,4019	
K_{232}	Manjeriçã	1,507±0,043 ^b	2,073±0,044 ^a	2,042±0,055 ^a	2,024±0,077 ^a	< 0,0001
	Oregãos	1,507±0,043 ^b	2,053±0,080 ^a	2,107±0,074 ^a	2,034±0,085 ^a	< 0,0001
	Valor P^2	----	0,4896	0,0357	0,7882	
K_{270}	Manjeriçã	0,119±0,012 ^b	0,138±0,009 ^a	0,136±0,003 ^a	0,139±0,004 ^a	< 0,0001
	Oregãos	0,119±0,012	0,124±0,007	0,119±0,015	0,130±0,007	0,0540
	Valor P^2	----	0,0010	0,0019	0,0024	
RO (h)	Manjeriçã	8,750±0,184 ^a	7,608±0,294 ^b	7,616±0,181 ^b	7,611±0,203 ^b	< 0,0001
	Oregãos	8,750±0,184 ^a	8,445±0,162 ^b	8,362±0,165 ^b	8,285±0,247 ^b	< 0,0001
	Valor P^2	----	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	

¹Para cada linha, um valor $P < 0,05$ (em negrito e itálico) significa que, para cada agente aromatizante (manjeriçã ou orégãos), o valor médio do parâmetro avaliado de pelo menos um nível de concentração aromatizante difere dos demais, de acordo com os resultados ANOVA unidirecionais (neste caso, testes de comparação múltipla foram realizados). Em cada linha, letras minúsculas diferentes significam diferenças estatísticas significativas do parâmetro em avaliação, no nível de significância de 5% (valor $P < 0,05$), de acordo com o teste HSD de Tukey de comparação múltipla.

²Para cada coluna e para o nível de concentração aromatizante, um valor $P < 0,05$ (em negrito e itálico) significa que o valor médio do parâmetro avaliado variou com o tipo de aromatizante, de acordo com o teste t-Student. N.D.: não sentido (nenhuma sensação negativa provadores treinados) foi percebida pelos sensorialmente

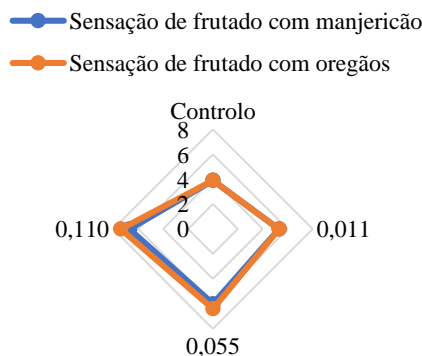


Figura 3 - Valores médios da sensação de frutado azeite virgem extra.

Tabela 4. Parâmetros físico-químicos e de qualidade sensorial do azeite lampante (AL lote 2), 30 dias após contato com manjerição e orégãos desidratados, nas concentrações de 0,011, 0,055 e 0,110 g/ kg de azeite, em comparação com o controlo onde não foi adicionado qualquer agente.

AL (lote 2)	Agente aromatizante	Nível de concentração (g de agente secos/ kg de azeite)				Valor P ¹
		Controlo	0,011 g/kg	0,055 g/kg	0,110 g/kg	
<i>Parâmetros físico-químicos</i>						
Acidez (%)	Manjerição	0,250±0,010 ^{a,b}	0,257±0,009 ^a	0,257±0,016 ^a	0,240±0,015 ^b	0,0104
	Oregãos	0,250±0,010 ^b	0,268±0,015 ^a	0,268±0,020 ^a	0,280±0,021 ^a	< 0,0001
	Valor P ²	----	0,0538	0,1783	0,0001	
Índice de peróxidos (mEq O ₂ /kg)	Manjerição	8,432±1,037	8,526±0,776	7,826±0,360	8,557±0,588	0,1529
	Oregãos	8,432±1,037 ^a	8,886±1,603 ^a	7,932±0,997 ^{a,b}	7,062±0,342 ^b	0,0025
	Valor P ²	----	0,5299	0,7536	< 0,0001	
K ₂₃₂	Manjerição	2,127±0,070 ^a	2,161±0,055 ^a	1,925±0,025 ^b	2,156±0,043 ^a	< 0,0001
	Oregãos	2,127±0,070 ^a	2,056±0,108 ^{a,b}	2,024±0,115 ^b	2,026±0,103 ^b	0,0132
	Valor P ²	----	0,0137	0,0160	0,0017	
K ₂₇₀	Manjerição	0,126±0,008 ^b	0,141±0,008 ^a	0,139±0,006 ^a	0,127±0,004 ^b	< 0,0001
	Oregãos	0,126±0,008 ^b	0,138±0,013 ^a	0,132±0,014 ^{a,b}	0,120±0,013 ^b	0,0053
	Valor P ²	----	0,5734	0,1406	0,1372	
RO (h)	Manjerição	6,768±0,183 ^a	5,996±0,102 ^b	6,032±0,270 ^b	5,969±0,120 ^b	< 0,0001
	Oregãos	6,768±0,183 ^a	6,288±0,186 ^b	6,336±0,123 ^b	6,305±0,145 ^b	< 0,0001
	Valor P ²	----	0,0004	0,0005	< 0,0001	

¹Para cada linha, um valor P <0,05 (em negrito e itálico) significa que, para cada agente aromatizante (manjerição ou orégãos), o valor médio do parâmetro avaliado de pelo menos um nível de concentração aromatizante difere dos demais, de acordo com os resultados ANOVA unidirecionais (neste caso, testes de comparação múltipla foram realizados). Em cada linha, letras minúsculas diferentes significam diferenças estatísticas significativas do parâmetro em avaliação, no nível de significância de 5% (valor P <0,05), de acordo com o teste HSD de Tukey de comparação múltipla.

²Para cada coluna e para o nível de concentração aromatizante, um valor P <0,05 (em negrito e itálico) significa que o valor médio do parâmetro avaliado variou significativamente com o tipo de agente aromatizante, de acordo com o teste t-Student.

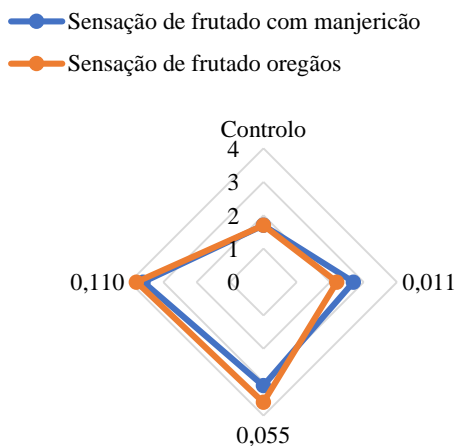


Figura 4 -Valores médios da sensação de frutado azeite lampante.

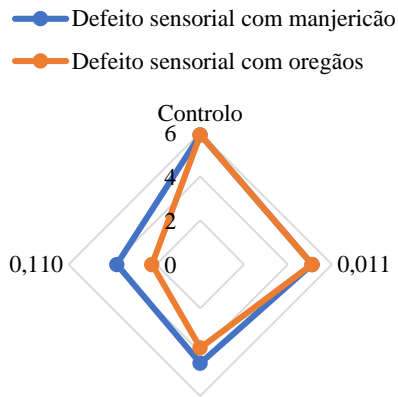


Figura 5 - Valores médios de defeito azeite lampante

De acordo com Baiano et al. (2009) após proceder à aromatização de azeites com alho, limão, pimenta, orégãos ou alecrim, constatou um decréscimo da acidez, em comparação com o controlo. Esse resultado para nós é surpreendente, uma vez que a acidez avalia a extensão da hidrólise dos ácidos gordos e a rotura de ligações nos triglicéridos, e uma vez ocorrida essa rotura não é expectável que se reverta. Os mesmos autores verificaram um aumento do índice de peróxidos e K_{232} e K_{270} o que indica aumento da oxidação. Por sua vez Khemakhem et al. (2015) não encontraram diferenças entre os valores de acidez dos azeites aromatizados (limão e laranja) e não aromatizados, embora tenham relatado um aumento significativo do índice de peróxidos de alguns azeites aromatizados.

Caponio et al. (2016) mostraram que os azeites aromatizados por contacto tinham níveis significativamente superiores de índice de peróxidos e K_{232} em comparação com os azeites não aromatizados. Ao contrário, outros autores relataram que a adição de agentes aromatizantes naturais (por exemplo, manjericão, limão, alho, alecrim e tomilho) induziu um aumento nos valores de acidez, mas não nos outros índices de qualidade (Ayadi et al., 2009; Sousa et al., 2015), enquanto Caporaso et al.

(2013) e Assami et al. (2016) mencionaram o aumento ligeiro de todos os níveis de parâmetros de qualidade do azeite com a adição de aromatizantes. Por exemplo, Sacchi et al. (2017) verificaram que a aromatização de azeite com limão afetou significativamente os índices de qualidade, com um aumento significativo dos valores de acidez, K_{232} e K_{270} . Por outro lado, Clodoveo et al. (2016) não encontraram diferenças significativas de acidez, índice de peróxidos, K_{232} e K_{270} devido à aromatização dos azeites com tomilho ou orégãos. Benmoussa et al. (2016) constataram que a aromatização de azeite com folhas de alecrim leva a um aumento da acidez, uma diminuição dos índices de peróxidos e do K_{232} , enquanto não registaram alterações significativas para os valores de K_{270} .

Os diferentes efeitos (tendências de aumento ou redução) ou a ausência de influência nos níveis dos parâmetros de qualidade do azeite e sua estabilidade oxidativa, após a adição de agentes aromatizantes naturais, podem ser tentativamente explicados, considerando: as diferenças na composição química e teor em bioativos das plantas/ervas aromáticas ou espécies utilizadas pelos diferentes investigadores; utilização de agentes aromatizantes naturais frescos ou secos; técnicas diferentes de aromatização; e características intrínsecas dos azeites que dependem da cultivar e da qualidade da azeitona de qua foram extraídos, origem geográfica, práticas de produção da azeitona e extração dos azeites entre outros fatores (Clodoveo et al., 2016). No entanto, deve notar-se que, no presente trabalho, independentemente das alterações observadas para cada parâmetro individual avaliado, os níveis finais dos parâmetros de qualidade físico-química dos azeites não aromatizados e aromatizados (aromatizados com diferentes concentrações de manjerição ou orégãos) permaneceram abaixo dos limites legais estabelecidos para a classificação AVE (Regulamento UE 2015/1830, 2015, embora os azeites aromatizados não possam ser comercializados como tal.

Este estudo também mostrou que a resistência à oxidação (RO) diminuiu significativamente com o aumento da concentração do agente aromatizante, sendo mais pronunciado para o manjerição em comparação com os orégãos e para o AVE comparado com o AL. No entanto, outros autores relataram um aumento da RO devidos à adição de ervas aromáticas ou temperos naturais (Assami et al., 2016; Gambacorta et al., 2007; Sousa et al., 2015), embora essa pode depender do agente aromatizante (Ayadi et al., 2009; Issaoui et al., 2011).

O impacto mais notório do processo de aromatização foi ao nível sensorial do azeite. A intensidade do frutado do AVE aumentou linearmente com o aumento da concentração aromatizante (tabela 3 e figura 2). Tendo sido observado um comportamento semelhante para AL (tabela 4 e figura 3 e 4). É de referir, que para o AVE a adição de manjeriço ou orégãos não originou o aparecimento de qualquer defeito sensorial. Já em relação ao AL, a adição de manjeriço ou orégãos contribuiu para mascarar/diminuir a perceção da intensidade do defeito sensorial a avinhado, que diminuiu linearmente com o aumento da concentração aromatizante.

Uma constatação importante é que a aromatização do AL com a concentração mais elevada de orégãos (0,11 g de orégãos desidratados por kg de azeite) mascarou a intensidade da perceção do defeito sensorial de tal forma que pode ter implicações ao nível da classificação dos azeites, passando de AL para azeite virgem (AV). Este aspeto é de grande relevância, e salienta a importância do presente trabalho ao demonstrar que adição de agentes aromatizantes pode mascarar os atributos sensoriais negativos do azeite, permitindo comercialização fraudulenta de AL como AV ou AVE aromatizado, dependendo da intensidade do defeito e do agente aromatizante.

Constatou-se também que nem todos os agentes aromatizantes interagem da mesma forma e têm comportamento semelhante. No presente trabalho, para o caso da adição de manjeriço, a diminuição da intensidade do defeito não foi tão acentuada como nos orégãos, mantendo-se a classificação de AL na concentração mais elevada, o que indica ainda que a concentração a utilizar para cada azeite deverá ser ajustada para o tipo de azeite e agente aromatizante a utilizar.

Na figura 5, são mostrados os valores médios dos teores em fenóis totais dos azeites virgem extra com e sem adição dos agentes aromatizantes orégãos e manjeriço desidratados. A concentração mais elevada foi observada no azeite não aromatizado ($216,93 \pm 13,38$ mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite), enquanto que a mais baixa no azeite virgem extra aromatizado com manjeriço ($163,56 \pm 12,28$ mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite).

Comparando o comportamento dos agentes aromatizantes em relação ao teor em fenóis totais observou-se que para o agente aromatizante orégãos apenas influenciou este parâmetro na concentração mais elevada de 0,11g orégãos por litro de azeite. Em

relação ao agente aromatizante manjeriçao, no teor em fenóis totais observaram-se oscilações em relação ao controlo não havendo um aumento ou um decréscimo linear. No presente trabalho, para o caso do azeite virgem extra, não se observou um efeito favorável no teor em fenóis totais com a adição de orégãos e manjeriçao desidratados, o que vai de encontro ao registado por Sousa et al. (2015) e Baiano et al. (2009).

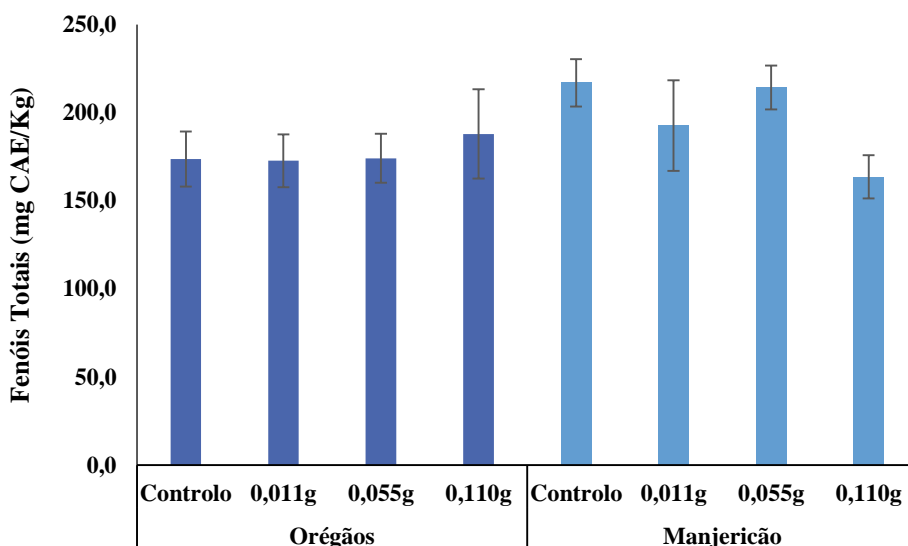


Figura 6 - Valores médios, e respetivos desvios padrões, do teor em fenóis totais (mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite) do azeite virgem extra aromatizado com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; e 0,110g) de orégãos e manjeriçao desidratados.

No que respeita à adição a azeite lampante, também não foi registado um padrão de evolução no teor em fenóis totais (figura 6). O maior teor de fenóis totais foi detetado no azeite lampante aromatizado com manjeriçao na concentração de aromatizante mais elevada ($167,07 \pm 11,25$ mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite), enquanto a menor verificou-se no azeite lampante aromatizado com a maior concentração de orégãos ($143,43 \pm 10,93$ mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite).

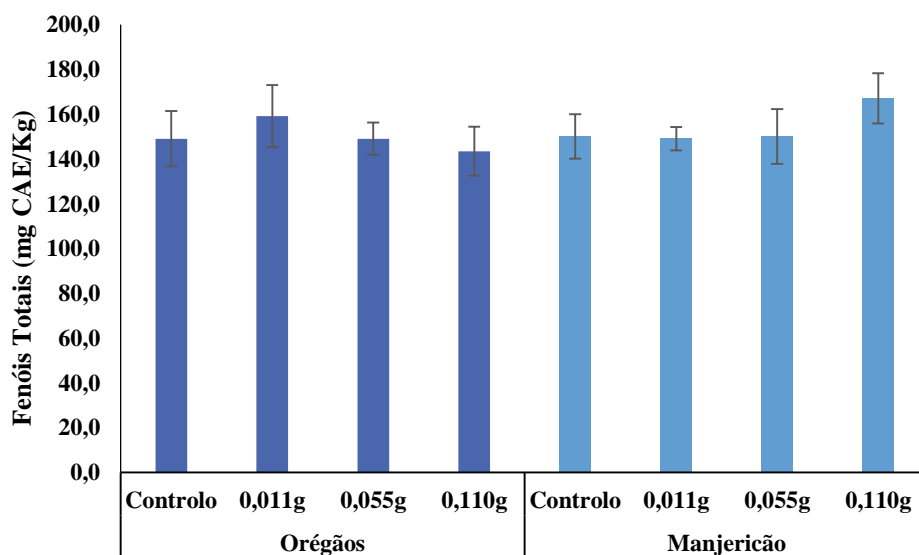


Figura 7 - Valores médios de fenóis totais (mg equivalentes de ácido cafeico/kg de azeite) do azeite lampante com e sem aromatizantes com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; e 0,110g) de orégãos e manjeriço desidratados.

Na determinação da capacidade oxidante é medida pelo radical 2,2-difenil-1-picrilhidrazilo (DPPH•), verificou-se existir diferenças na adição de agentes aromatizantes aos azeites (figuras 7 e 8). Este método é uma das ferramentas essenciais para perceber o potencial antioxidante, mais especificamente, a atividade antiradicalar dos azeites e é apresentado em percentagem (%) de inibição. Quanto maior o seu valor, maior será a sua atividade sequestradora do radical de DPPH. Nos resultados obtidos, verificou-se que a adição de ervas aromáticas ao azeite virgem extra e no azeite lampante diminuiu a atividade sequestradora do radical DPPH e como tal a uma diminuição da atividade antioxidante. Os resultados parecem indicar que as adições de agentes aromatizantes diminuíram a atividade antioxidante dos azeites parecendo pelo contrário exercer atividade pro-oxidante em vez de um efeito protetor.

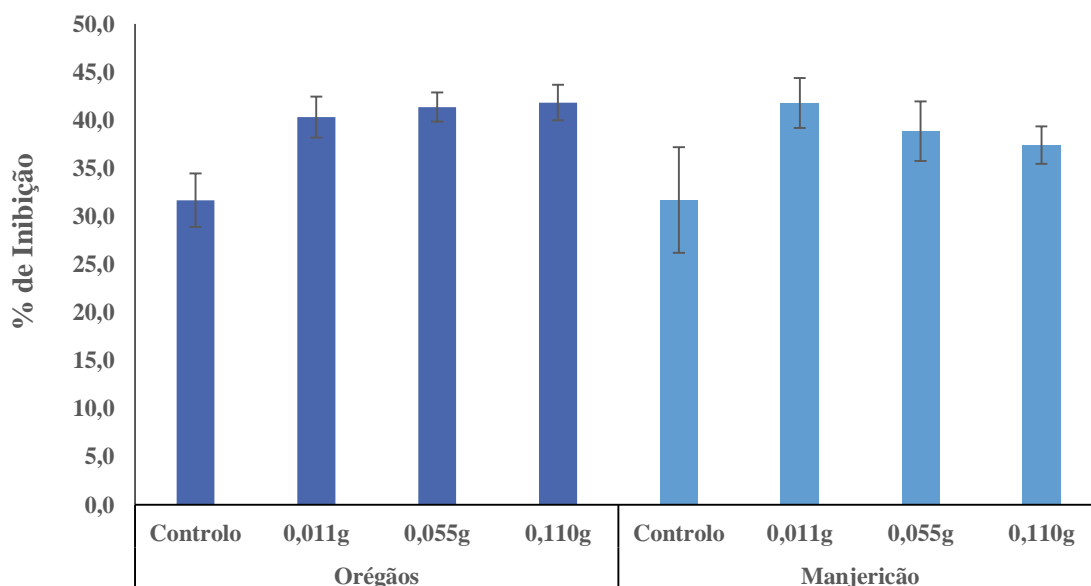


Figura 8 - Valores médios da atividade sequestradora do radical DPPH do azeite virgem extra aromatizado com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; e 0,110g) de orégãos e manjeriço desidratados.

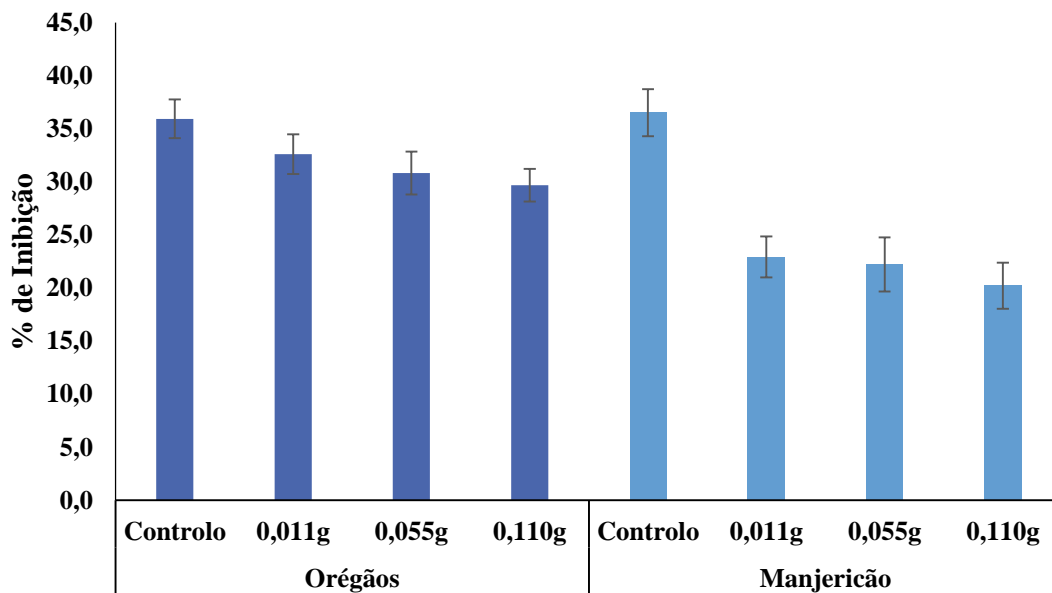
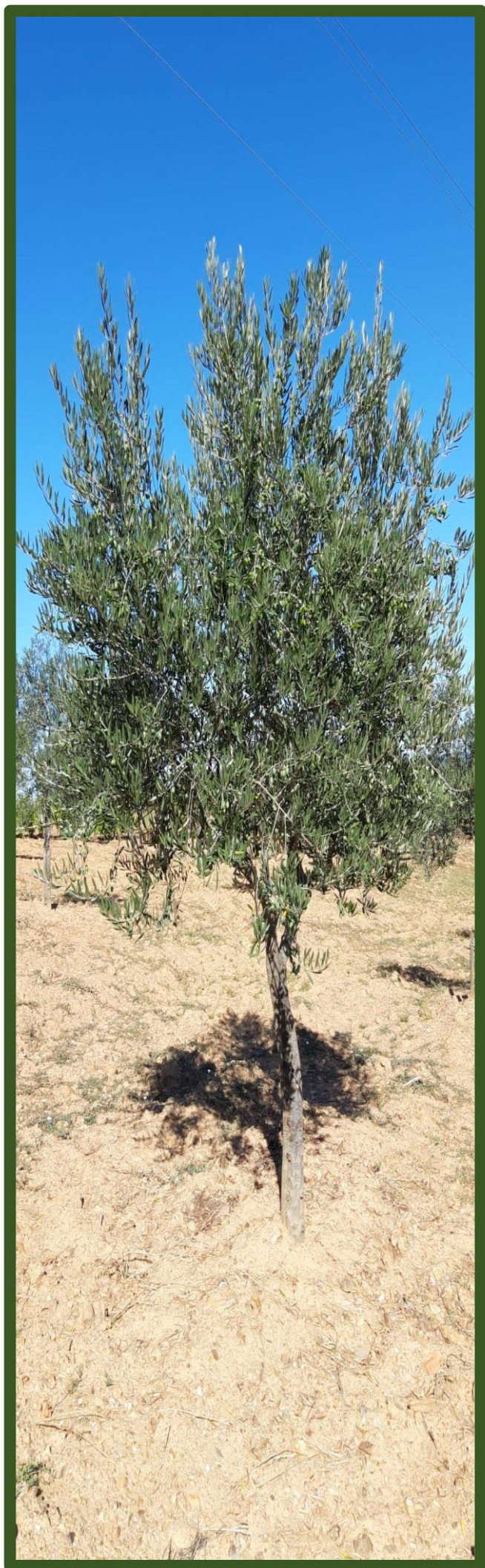


Figura 9 - Valores médios da atividade sequestradora do radical DPPH do azeite lampante aromatizado com diferentes concentrações (0-controlo; 0,011; 0,055; 0,110g) de orégãos e manjeriço desidratados.

5. Conclusão



5. Conclusão

O enriquecimento do azeite com ervas aromáticas desidratadas, incluindo manjeriço e orégãos, é uma prática comum na região do Mediterrâneo, sendo muito apreciado pelos consumidores e promovido pela culinária gourmet. Esse procedimento permite obter azeites diferenciados com atributos sensoriais positivos aprimorados, tornando esse alimento nutritivo e saudável mais atraente do ponto de vista organolético. No entanto, essa prática usual pode ocultar um objetivo fraudulento, como seja mascarar a presença de algum defeito sensorial ou minimizar sua intensidade percebida, o que pode permitir comercializar um azeite aromatizado como um azeite de alta qualidade, quando na realidade não a tem.

Os resultados obtidos no presente trabalho permitem concluir que a aromatização de azeite com manjeriço ou orégãos não influencia apenas significativamente os níveis dos principais parâmetros físico-químicos de qualidade, mas principalmente a estabilidade oxidativa (que foi reduzida em comparação com os azeites não aromatizados) e os seus atributos sensoriais (com um aumento da sensação positiva frutada e uma diminuição significativa da intensidade negativa do avinhado/avinagrado), levando a uma possível classificação de um azeite lampante aromatizado como um azeite virgem aromatizado.

5. Referências bibliográficas

- Ambra, R., Natella, F., Lucchetti, S., Forte, V., Pastore, G., 2017. α -Tocopherol, β -carotene, lutein, squalene and secoiridoids in seven monocultivar Italian extra-virgin olive oils. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 68, 538-545.
- Angerosa, F., Mostallino, R., Basti, C., Vito, R., 2000. Virgin olive oil odour notes: their relationships with volatile compounds from the lipoxygenase pathway and secoiridoid compounds. *Food Chemistry*, 68, 283-287.
- Antoun, N., & Tsimidou, M., 1997. Gourmet olive oils: stability and consumer acceptability studies. *Food Research Internacional*, 30, 131-136.
- Apra, E., Gasperi, F., Betta, E., Sani, G., Cantini, C., 2018. Variability in volatile compounds from lipoxygenase pathway in extra virgin olive oils from Tuscan olive germoplasm by quantitative SPME/GC-MS. *Journal of Mass Spectrometry*, 53, 824-832.
- Asensio, C.M., Nepote, V., Grosso, N.R., 2013. Consumers' acceptance and quality stability of olive oil flavoured with essential oils of different oregano species. *International Journal of Food Science and Technology*, 48, 2417-2428.
- Assami, K., Chemat, S., Meklati, B.Y., Chemat, F., 2016. Ultrasound-assisted aromatisation with condiments as an enabling technique for olive oil flavouring and shelf life enhancement. *Food Analytical Methods*, 9, 982-990.
- Ayadi, M.A., Grati-Kamoun, N., Attia H., 2009. Physico-chemical change and heat stability of extra virgin olive oils flavoured by selected Tunisian aromatic plants. *Food and Chemical Toxicology*, 47, 2613–2619.
- Baiano, A., Previtali, M. A., Viggiani, I., Varva, G., Squeo, G., Paradiso, V. M., Summo, C., Gomes, T., & Caponio, F. (2016). As oil blending affects physical, chemical, and sensory characteristics of flavoured olive oils. *European Food Research and Technology*, 242, 1693–1708.
- Baiano, A., Terracone, C., Gambacorta, G., & La Notte, E. (2009). Changes in quality indices, phenolic content and antioxidant activity of flavored olive oils during storage. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 86, 1083–1092.

- Baiano, A., Terracone, C., Gambacorta, G., La Notte, E., 2009. Changes in quality indices, phenolic content and antioxidant activity of flavored olive oils during storage. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 86, 1083-1092.
- Bajoub, A., Medina-Rodríguez, S., Hurtado-Fernández, E., Ouazzani, E.A.A.N., Fernández-Gutiérrez, A., Carrasco-Pancorbo, A., 2016. A first approach towards the development of geographical origin tracing models for North Moroccan olive oils based on triacylglycerols profiles. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 118, 1223-1235.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., Idaomar, M., 2008. Biological effects of essential oils – A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46, 446-475.
- Benmoussa, H., Elfalleh, W., Farhat, A., Servili, M., Algabr, M., Romdhane M., 2016. Impact of Microwave Assisted Infusion on the Quality and Volatile Composition of Olive Oil Aromatized with Rosemary Leaves. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 93, 921–928.
- Blank, A., Carvalho, J., Santos, A., Alves, P., Arrigoni, M., Silva, R., Mendonça, M., 2004. Caracterização morfológica e agrônômica de acessos de manjeriço e alfavaca. *Horticultura Brasileira*, 22, 113-116.
- Borges, T.H., Pereira, J.A., Cabrera-Vique, C., Lara, L., Oliveira, A.F., Seiquer, I., 2017. Characterization of Arbequina virgin olive oils produced in different regions of Brazil and Spain: Physicochemical properties, oxidative stability and fatty acid profile. *Food Chemistry*, 215, 454-462.
- Boskou, D., Blekas, G., Tsimidou, M., 2006. Olive oil composition. Em: Boskou, D. (Ed.). *Olive Oil: Chemistry and Technology*. AOCS Press, Illinois, EUA, pp. 41-72.
- Capannesi, C., Palchetti, I., Mascini, M., & Parenti, A. (2000). Electrochemical sensor and biosensor for polyphenols detection in olive oils. *Food Chemistry*, 71:553–562. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(00\)00211-9](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(00)00211-9).
- Caponio, F., Durante, V., Varva, G., Silletti, R., Previtali, M.A., Viggiani, I., Squeo, G., Summo, C., Pasqualone, A., Gomes, T., Baiano, A., 2016. Effect of infusion of spices into the oil vs. combined malaxation of olive paste and spices on quality of naturally flavoured virgin olive oils. *Food Chemistry*, 202, 221-228.
- Caporaso, N., Paduano, A., Nicoletti, G., Sacchi, R., 2013. Capsaicinoids, antioxidant activity, and volatile compounds in olive oil flavored with dried chili

- pepper(*Capsicum annuum*). *European Journal of Lipid Science and Technology*, 115, 1434–1442.
- Charai, M., Faid, M., Chaouch, A., 1999. Essential oils from aromatic plants (*Thymus broussonetti* Boiss., *Origanum compactum* Benth., and *Citrus limon* (L.) N.L. Burm.) as natural antioxidants for olive oil. *Journal of Essential Oil Research*, 11, 517-521.
- Christopoulou, E., Lazaraki, M., Komaitis, M., Kaselimis, K., 2004. Effectiveness of determinations of fatty acids and triglycerides for the detection of adulteration of olive oils with vegetable oils. *Food Chemistry*, 84, 463-474.
- Ciafardini, G., Zullo, B.A., Peca, G., 2004. Presence of microorganisms in flavoured extra-virgin olive oil. *Annals of Microbiology*, 54, 161-168.
- Clodoveo, M.L., Dipalmo, T., Crupi, P., Durante, V., Pesce, V., Maiellaro, I., Lovece, A., Mercurio, A., Laghezza, A., Corbo, F., Franchini, C., 2016. Comparison between different flavored olive oil production techniques: healthy value and process efficiency. *Plant Foods for Human Nutrition*, 71, 81-87.
- COI- Conselho Oleícola Internacional 2018, World Olive Oil <http://www.internationaloliveoil.org/estaticos/view/131-world-olive-oil-figures>. Acedido em 19 de janeiro de 2019.
- Commission Delegated Regulation (EU) 2015/1830 (2015) Commission Delegated Regulation (EU) 2015/1830 of 8 July 2015 amending Regulation (EEC) No 2568/91 on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis. *Official Journal of the European Union*, L266:9–13.
- EU No 1348/2013 (2013). Commission implementing regulation of 16 December 2013 amending Regulation No 2568/91/EEC on the characteristics of olive oil and olive-residue oil and on the relevant methods of analysis. *Official Journal of the European Union*, L338, 31–67.
- Fakourelis, N., Lee, E. C., & Minn, D. B. (1987). Effects of chlorophyll and b-carotene on the oxidation stability of olive oil. *Journal of Food Science*, 52, 234–235.
- Figiel, A., Szumny, A., Gutiérrez-Ortíz, A., & Carbonell-Barrachina, Á.A., 2010. Composition of oregano essential oil (*Origanum vulgare*) as affected by drying method. *Journal of Food Engineering*, 98, 240-247.

- Gambacorta, G., Faccia, M., Pati, S., Lamacchia, C., Baiano, A., & La Notte, E. (2007). Changes in the chemical and sensorial profile of extra virgin olive oils flavored with herbs and spices during storage. *Journal of Food Lipids*, 14, 202–215.
- Giuffrida, D., Salvo, F., Salvo, A., Pera, L., Dugo, G., 2007. Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various sicilian olive varieties, *Food Chemistry*, 101, 833-837
- Gouveia, A.F., Duarte, C., Costa, M.L.B., Bernardo-Gil, M.G., Moldão-Martins, M., 2006. Oxidative stability of olive oil flavoured by *Capsicum frutescens* supercritical fluid extracts. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 108, 421-428.
- Gulluce, M., Karadayi, M., Guvenalp, Z., Ozbek, H., Arasoglu, T., & Baris, O., 2012. Isolation of some active compounds from *Origanum vulgare* L. ssp. *vulgare* and, *Food Chemistry*, 130, 248–253
- INE, (2018). Instituto Nacional de Estatística, Estatísticas Agrícolas 2017: www.ine.pt acedido em 16 de janeiro de 2019
- IOC, International Olive Council (2013). Sensory analysis of olive oil – Method for the organoleptic assessment of virgin olive oil. COI/T.20/Doc. No 15/Rev. 6 November 2013, 18pp. (<http://www.internationaloliveoil.org/>).
- IOC, International Olive Council (2014). IOC Mario Solinas quality award – Rules of the International competition for extra virgin olive oils. T.30/Doc. No 17 June 2014, 9pp. (<http://www.internationaloliveoil.org/>).
- Issaoui, M., Bendini, A., Soud, S., Flamini, G., Barbieri, S., Toschi, G., Hammami, M., 2019. Flavored olive oils: focus on their acceptability and thermal stability. *Grasas y Aceites*, 70, e293.
- Kalantzakis, G., Blekas, G., Pegklidou, K., Boskou D., 2006. Stability and radical scavenging activity of heated olive oil and other vegetable oils *European Journal of Lipid Science and Technology*, 108, 329-335.
- Kalua, C.M., Allen, M.S., Bedgood, D.R., Bishop, A.G., Prenzler, P.D., Robards, K., 2007. Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*, 100, 273-286.
- Khemakhem, I., Yaiche, C., Ayadi, M. A., Bouaziz, M., 2015. Impact of aromatization by *Citrus limetta* and *Citrus sinensis* peels on olive oil quality, chemical

- composition and heat stability. *JAOCS, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 92, 701–708.
- Lagouri, V., Boskou, D., 1996. Nutrient antioxidants in oregano. *International Journal of Food Science and Nutrition*, 47, 493-497.
- Lucci, P., Moret, S., Buchini, F., Ferlat, G., Conte, L., 2018. Improved analysis of olive oils triacylglycerols by UHPLC-charged aerosol detection. *Journal of Food Composition and Analysis*, 66, 230-236.
- Malheiro, R. Rodrigues, N., Pereira, J.A., 2015. Olive oil phenolic composition as affected by geographic origin, olive cultivar, and cultivation systems. Em: Boskou, D. (Ed.). *Olive and Olive Oil Bioactives*. AOCS Press, Illinois, EUA, pp. 93-122.
- Mannina, L., D'Imperio, M., Gobbino, M., D'amico, I., Casini, A., Emanuele, M.C., Sobolev, A.P., 2012. Nuclear magnetic resonance study of flavoured olive oils. *Flavour and Fragrance Journal*, 27, 250-259.
- Moldão-Martins, M., Beirão-da-Costa, S., Neves, C., Cavaleiro, C., Salgueiro, L., Beirão-da-Costa, M.L., 2004. Olive oil flavoured by the essential oils of *Mentha × piperita* and *Thymus mastichina* L.. *Food Quality and Preference*, 15, 447-452.
- Ollivier, D., Artaud, J., Pinatel, C., Durbec, J.-P., Guérère, M., 2006. Differentiation of French virgin olive oil RDOs by sensory characteristics, fatty acid and triacylglycerol compositions and chemometrics. *Food Chemistry*, 97, 382-393.
- Perestrelo, R., Silva, C., Silva, P., Câmara, J.S., 2017. Global volatile profile of virgin olive oils flavoured by aromatic/medicinal plants. *Food Chemistry*, 227, 111-121.
- Regulamento (CE) 1234/2007 (2007). Que estabelece uma organização comum dos mercados agrícolas e disposições específicas para certos produtos agrícolas (Regulamento «OCM única»). *Jornal Oficial da União Europeia*, 270, 1-299
- Regulamento (EU) 2015/1833. Relativo às características dos azeites e dos óleos de bagaço de azeitona, bem como aos métodos de análise relacionados. *Jornal Oficial das Comunidades Europeias*, L266, 1-52.
- Rodrigues, N., Dias, L.G., Veloso, A.C.A., Pereira, J.A., Peres A.M., 2016. Evaluation of extra-virgin olive oils shelf life using an electronic tongue-chemometric approach. *European Food Research and Technology*, 243, 597-607.

- Sacchi, R., Medaglia, D. D., Paduano, A., Caporaso, N., Genovese, A., 2017. Characterisation of lemon-flavoured olive oils. *LWT - Food Science and Technology*, 79, 326-332.
- Salazar-García, D.C., Malheiro, R., Pereira, J.A., López-Cortés, I., 2018. Unexplored olive cultivars from the Valencian Community (Spain): some chemical characteristics as a valorization strategy. *European Food Research and Technology*, 245, 325-334.
- Santos, S., 2010. Desenvolvimento De Um Azeite Com Aroma a Limão, 1-2, 44.
- Servilli, M., Selvaggini, R., Esposito, S., Taticchi, A., Montedoro, G., 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.
- Sousa, A., 2015. Determinação do ponto ótimo de colheita das cultivares de oliveira pertencentes à denominação de origem protegida “azeite de Trás-os-Montes”, 164pp..
- Sousa, A., Casal, S., Malheiro, R., Lamas, H., Bento, A., Pereira, J.A., 2015. Aromatized olive oils: Influence of flavouring in quality, composition, stability, antioxidants, and antiradical potential. *LWT – Food Science and Technology*, 60, 22-28.
- Taoudiat, A., Djenane, D., Ferhat, Z., Spigno, G., 2018. The effect of *Laurus nobilis* L. essential oil and different packaging systems on the photo-oxidative stability of Chemlal extra-virgin olive oil. *Journal of Food Science and Technology*, 55, 4212-4222.