



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013  
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

**CARACTERIZAÇÃO DE EMBALAGENS DE VIDRO PARA AZEITE DE OLIVA EXTRA VIRGEM (OLEA EUROPAEA) DISPONÍVEIS NO MERCADO.**

Karina **Miguel**<sup>1a</sup>; Sandra Balan Mendoza **Jaime**<sup>1b</sup>; Paula Fernanda Janetti **Bócoli**<sup>1c</sup>; Ercilia Aparecida Henriques **Ferreira**<sup>2c</sup>; Rosa Maria Vercelino **Alves**<sup>1c</sup>

<sup>1</sup> Instituto de Tecnologia de Alimentos, CETEA - Centro de Tecnologia de Embalagem;

<sup>2</sup> Instituto de Tecnologia de Alimentos, CCQA - Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos.

**Nº 13211**

**RESUMO** – O estudo teve por objetivo avaliar os diferentes tipos de embalagens de vidro existentes para a comercialização do azeite de oliva extra virgem (AOEV) quanto à proteção à luz, integridade e barreira ao oxigênio do sistema de fechamento e atendimento aos parâmetros de qualidade do produto estabelecidos na legislação vigente. Todas as embalagens de vidro analisadas apresentaram características dimensionais e físicas adequadas ao produto acondicionado. As embalagens de vidro contendo rótulo termoencolhível apresentaram melhor propriedade de barreira à luz comparativamente às embalagens de vidro de cor âmbar, independentemente de sua tonalidade (clara ou escura). As embalagens de cor âmbar, por sua vez, apresentam melhor característica de proteção à luz comparativamente às embalagens de vidro transparentes. Os sistemas de fechamento empregados nas embalagens para AOEV evidenciaram boa integridade e boa barreira ao oxigênio, que juntamente com a atmosfera inertizada do espaço livre, garantem uma menor disponibilidade de oxigênio para a oxidação do produto. Em geral os produtos atenderam aos requisitos estabelecidos na legislação vigente, sendo que 75% das amostras analisadas apresentaram valores de índice de acidez acima dos valores declarados nos respectivos rótulos.

**Palavras-chaves:** azeite de oliva extra virgem (AOEV), embalagem de vidro, proteção à luz, sistema de fechamento

<sup>a</sup>Bolsista CNPq; Faculdade de Engenharia de Alimentos, karina\_miguel12@hotmail.com, <sup>b</sup>Orientador, sandra@ital.sp.gov.br, <sup>c</sup>Colaborador



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013  
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

**ABSTRACT** – *This study aimed to evaluate different market types of glass bottles for extra virgin olive oil (EVOO) related to the light protection, integrity and oxygen barrier of the closure system and the quality of the product established in the legislation. All glass bottles analyzed showed adequate physical and dimensional characteristics to the product. The glass bottles with shrink label showed better light barrier property compared to amber glass regardless of its shade (dark or light). However amber glass bottles showed better quality of light protection compared to clear glass bottles. The closure systems used for packaging EVOO showed good integrity and good oxygen barrier properties, which along with the inert atmosphere of the head space guarantee a lower availability of oxygen for product oxidation. In general the products attended to the requirements of the legislation. However 75% of the samples analyzed showed values of free acidity above the values declared in the label.*

**Key-words:** extra virgin olive oil (EVOO), glass bottles, light protection, closure system

## 1 INTRODUÇÃO

O consumo de azeite de oliva no Brasil apresentou um crescimento de 70% na última década, sendo observado nos supermercados, uma diversidade de tipos de azeites de oliva e de embalagens utilizadas em sua comercialização (SILVA, 2011). O crescente consumo deve-se a fatores como divulgação de benefícios da dieta mediterrânea na saúde, entrada de produtos no mercado interno com preços mais acessíveis e aumento do poder aquisitivo de algumas classes sociais (BOTTI, 2011).

A luz acelera significativamente a velocidade de oxidação do azeite. Além da luz, o oxigênio e a umidade podem permear pela embalagem e sistema de fechamento e entrar em contato com o produto. O oxigênio é absorvido rapidamente e reage de maneira irreversível com lipídeos, vitaminas, pigmentos e compostos aromáticos (VELASCO; DOBARGANES, 2002). Assim, estas reações causam alterações indesejáveis na composição e no valor nutricional do azeite.

Para retardar o início do processo de oxidação, o teor de oxigênio residual no espaço-livre e a embalagem tem um papel fundamental na proteção do produto quanto à incidência de luz e quanto à exposição ao oxigênio.

O estudo teve por objetivo avaliar os diferentes tipos de embalagens de vidro existentes para a comercialização do azeite de oliva extra virgem (AOEV) em especial com relação à proteção à luz, integridade e barreira ao oxigênio do sistema de fechamento e avaliação dos principais parâmetros de qualidade do produto estabelecidos pela legislação vigente.



## **2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1 Material**

Foram analisadas garrafas de vidro para azeite de oliva extra virgem (AOEV), com capacidade volumétrica nominal de 500 mL, sendo 02 amostras de garrafas transparentes (amostras A e B), 04 amostras de garrafas de vidro coloridas com diferentes tonalidades (amostras C, D, E e F) e 02 garrafas de garrafas de vidro coloridas e com rótulo termoencolhível (sendo uma amostra com rótulo de coloração branca e outro de coloração preta) aplicado em toda a embalagem (Amostras G e H).

### **2.2 Métodos**

#### **2.2.1 Caracterização das embalagens de vidro**

As embalagens de vidro foram avaliadas quando à caracterização dimensional (altura total e diâmetro), capacidade volumétrica total, distribuição de espessura e grau de recozimento, conforme estabelecido na ABNT NBR 14910 (2002). As amostras foram avaliadas quanto à característica de proteção à luz na faixa do espectro da luz no ultravioleta (< 400 nm) e visível (400 a 700 nm), conforme apresentando em Jaime & Dantas (2009). Também foram avaliadas quanto à determinação indireta da cor por meio da determinação do percentual de transmissão de luz no comprimento de onda de 550 nm, conforme indicado na norma ABNT NBR 14910 (2002).

#### **2.2.2 Avaliação do sistema de fechamento**

A integridade do sistema de fechamento foi avaliada por meio da técnica de detecção de vazamentos por gás hélio, conforme método adaptado da norma ASTM E499/E499M. A barreira ao oxigênio das embalagens para AOEV foram avaliadas por meio da determinação das taxas de transmissão de oxigênio (TPO<sub>2</sub>), segundo procedimento descrito na norma ASTM F1307.

#### **2.2.3 Caracterização da composição gasosa do espaço livre e caracterização do produto**

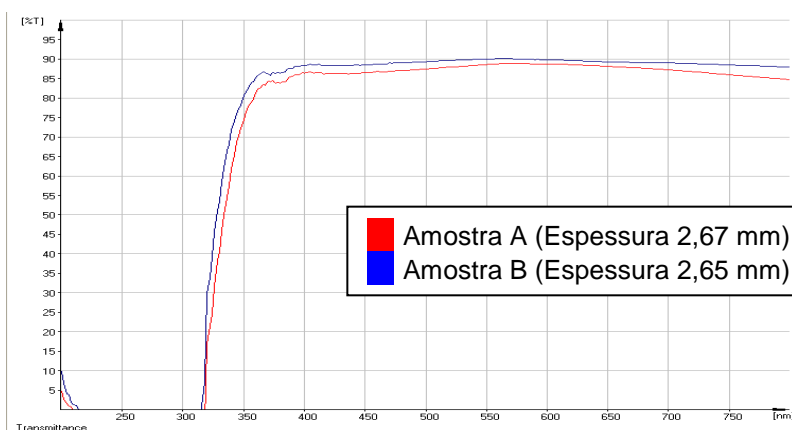
A concentração de oxigênio (O<sub>2</sub>) e nitrogênio (N<sub>2</sub>) no espaço-livre das embalagens foi determinada segundo norma ASTM F 1307-02. A caracterização do produto foi feita através dos ensaios de índice de acidez, índice de peróxidos e extinção específica, com base nos métodos met. Ca 5a-40, met. Ja 6-55, met. Cd 8b-90 e met. Ch 5-91 de Firestone (2009).



### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As embalagens de vidro estudadas apresentaram características dimensionais altura, diâmetro, capacidade volumétrica total e distribuição de espessura de acordo com as respectivas tolerâncias e especificações apresentadas na norma ANBT NBR 14910. Tais parâmetros caracterizam e indicam que as embalagens apresentam parâmetros dimensionais adequados ao acondicionamento do AOEV.

Pode-se observar que as embalagens transparentes (incolores ou *flint*) (Figura 1) oferecem total proteção quanto à transmissão de radiações abaixo de 320 nm. Contudo, entre 400 a 700 nm, correspondente a faixa da luz visível, as embalagens transparentes não oferecem proteção e, no máximo, 90% de toda a luz que incide na embalagem de vidro transparente poderá atingir o produto acondicionado.



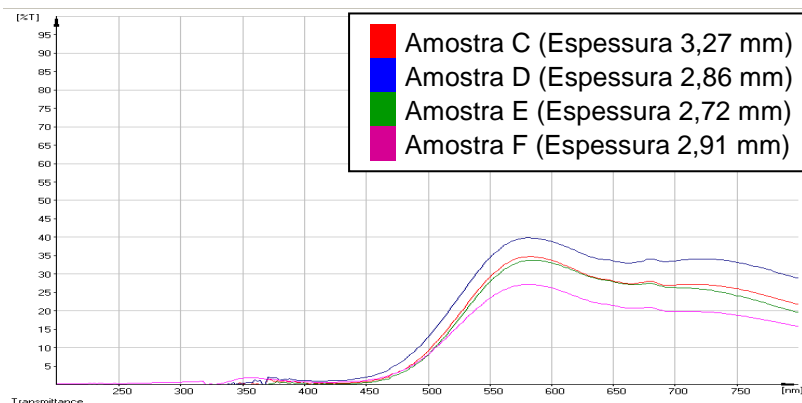
**Figura 1.** Curvas de transmissão de luz ao longo da faixa de 200 a 800 nm obtidas para as amostras de embalagem de vidro transparente (amostras A e B).

Assim, em especial nas regiões de máxima absorção de luz pela clorofila (entre 400 e 500 nm / entre 600 e 700 nm - pigmento presente no azeite de oliva), o vidro transparente não oferece barreira à luz.

Avaliando-se a barreira à luz das embalagens de diferentes colorações (Figura 2) nas regiões de máxima absorção de luz da clorofila (entre 400 e 500 nm / entre 600 e 700 nm), pode-se observar que as três amostras analisadas apresentaram transmissão de luz variando de 0 a 18% entre 400 e 500 nm. Para a faixa do comprimento de onda de 600 a 700 nm, observou-se maior variabilidade de transmissão de luz das embalagens, com percentuais de 20 a 40%. O desempenho diferenciado das amostras deveu-se à variações nas tonalidades/intensidades de coloração das embalagens associado a maiores espessuras da embalagem de vidro.

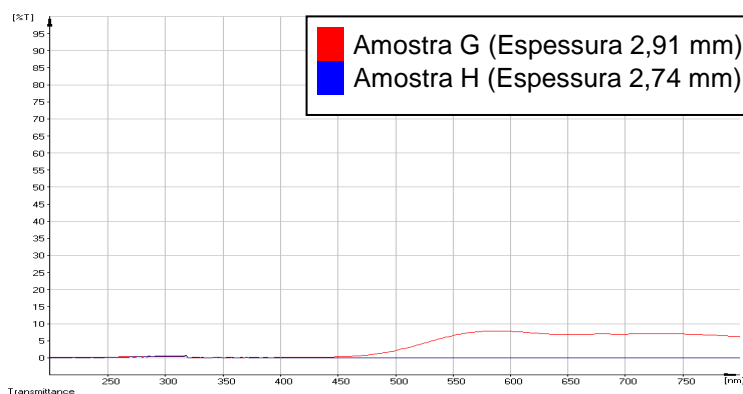


VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013  
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo



**Figura 2.** Curvas de transmissão de luz ao longo da faixa de 200 a 800 nm obtidas para as amostras C, D, E e H – embalagem de vidro âmbar.

As garrafas de vidro coloridas e com rótulo termoencolhível de coloração branca (amostra G) e de coloração preta (amostra H) (Figura 3) foram as embalagens que apresentaram maior barreira à luz, pois apresentaram transmissão de luz de 0 a 3 % na faixa do comprimento entre 400 e 500 nm. A embalagem com rótulo preto apresentou total barreira à luz de 200 a 800 nm e a embalagem com rótulo branco apresentou transmissão de luz de, no máximo 10%, para a faixa do comprimento de 600 a 700 nm.



**Figura 3.** Curvas de transmissão de luz ao longo da faixa de 200 a 800 nm obtidas para as amostras G e H – embalagem de vidro com rótulo termoencolhível branco e preto, respectivamente.

Assim, pode-se dizer que a embalagem de vidro colorida e com rótulo apresenta melhor barreira à luz comparativamente às embalagens de vidro coloridas e transparentes.

Quanto à determinação indireta da cor (Tabela 1) pode-se dizer que as amostras de vidro incolor apresentaram transmissão de luz superior a 85% e, portanto, são classificadas como transparentes pela ABNT NBR 14910. As amostras C, D, E e F embora levem à percepção de uma



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013  
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

coloração esverdeada, são classificadas de acordo com a ABNT 14910, como embalagem de cor âmbar, pois apresentaram de 20 a 35% de transmissão de luz a 550 nm.

**Tabela 1.** Determinação indireta da cor das embalagens de vidro para AOEV.

Valor	Porcentagem de transmissão de luz no comprimento de onda de 550 nm <sup>1</sup> (%)					
	Amostra A	Amostra B	Amostra C	Amostra D	Amostra E	Amostra F
Média	87	85	31	30	25	22
D.P.	1	3	2	3	4	0
Min. - Máx.	86 - 88	83 - 89	28 - 32	26 - 33	21 - 29	22 - 22

*D.P./Mín.-Máx. - Desvio-padrão / Valores mínimo e máximo pontuais obtidos  
1 – Resultados de 3 determinações*

Com relação ao sistema de fechamento utilizado nas embalagens, obteve-se resultados de fluxo de gás hélio variando de  $1,0 \times 10^{-6}$  a  $1,6 \times 10^{-10}$  mbar.L/s, o que indica boa integridade e sistemas de fechamento herméticos à vírus e bactérias, segundo Leybold Inficon (1999). Obteve-se resultados bastante reduzidos para a taxa de transmissão ao oxigênio, com valores variando de 0,020 a 0,038 mL de oxigênio (CNTP).emb<sup>-1</sup>.dia<sup>-1</sup> a 23° e 0,21 atm de gradiente de pressão parcial de oxigênio. Tais resultados indicam que os sistemas de fechamento empregados nas embalagens de vidro para AOEV são adequados quanto à barreira ao oxigênio, tendo em vista que o vidro é totalmente impermeável a gases e umidade.

A composição gasosa do espaço-livre das embalagens indicou elevados percentuais de nitrogênio (89,19 a 94,85%) e baixos percentuais de oxigênio (1,19 a 6,58%), o que provavelmente indica que todos os produtos analisados foram inertizados, garantindo assim uma menor disponibilidade de oxigênio no espaço-livre capaz de oxidar o produto.

A caracterização do AOEV com relação ao índice de acidez (Tabela 2) demonstrou que, em geral, as amostras atenderam ao limite estabelecido na Instrução Normativa nº1 (MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, 2012), com exceção da amostra E, que evidenciou um valor para o índice de acidez 2,5% acima do limite estabelecido. Esse resultado pode estar associado ao próprio processo produtivo do azeite e da qualidade da matéria-prima utilizada na obtenção do produto.

Comparando-se ainda os valores do índice de acidez obtidos com os valores declarados no rótulo das embalagens, pode-se observar que as amostras C, D, E, F, G e H apresentaram uma acidez máxima acima do valor declarado nos respectivos rótulos dos produtos (Tabela 2).



VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013  
13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

Tabela 2. Índice de acidez dos AOEV avaliados.

	Amostra A	Amostra B	Amostra C	Amostra D	Amostra E	Amostra F	Amostra G	Amostra H
<b>Índice de acidez<sup>1</sup> (mg de KOH por grama de amostra)</b>								
<b>Média</b>	0,342	0,593	0,750	0,741	0,820	0,544	0,351	0,423
<b>D.P.</b>	0,011	0,007	0,005	0,006	0,008	0,009	0,005	0,003
<b>C.V.(%)</b>	3,256	1,135	0,600	0,799	0,981	1,586	1,551	0,602
<b>Especificação<sup>2</sup></b>	≤ 0,80							
<b>Acidez máxima<sup>3</sup></b>	0,4	0,8	0,5	0,5	0,3	0,5	0,2	0,3

D.P. / C.V. – Desvio-padrão / Coeficiente de Variação

1 – Resultados de 2 determinações

2 - Especificação: valor máximo permitido para a média do parâmetro avaliado, de acordo com a legislação brasileira (IN 01/2012-MAPA) para a categoria de azeite de oliva extra virgem

3 - Acidez máxima declarada no rótulo da embalagem

O índice de peróxidos determinados para os produtos avaliados apresentaram valores que variaram entre 5,84 a 10,52 miliequivalentes de O<sub>2</sub> por quilograma de amostra e, portanto, atenderam ao limite estabelecido na legislação nacional, correspondente a 20,00 miliequivalentes de O<sub>2</sub> por quilograma de amostra. De forma análoga, os resultados de extinção específica nos comprimentos de onda de 232 nm e 270 nm, apresentaram valores entre 2,02 a 2,16 E<sup>1%</sup><sub>1 cm</sub> e entre 0,16 a 0,21 E<sup>1%</sup><sub>1 cm</sub>, respectivamente, o que atendem aos limites estabelecidos na legislação vigente.

#### 4 CONCLUSÃO

As embalagens de vidro analisadas atenderam aos requisitos dimensionais e físicos estabelecidos em norma técnica nacional e são adequadas ao acondicionamento do AOEV.

Embora as embalagens de vidro coloridas apresentem tonalidades esverdeadas são classificadas como âmbar, segundo a norma técnica vigente, e apresentam melhor característica de barreira à luz, comparativamente às embalagens de vidro transparentes. Quanto mais escura a coloração e maior a espessura da parede da embalagem de vidro, maior é a proteção do produto quanto à incidência de luz. O emprego de rótulos termoencolhíveis de coloração preta nas embalagens de vidro demonstraram total proteção à luz para o produto AOEV.

Os sistemas de fechamento das embalagens evidenciaram boa integridade e boa barreira ao oxigênio, que juntamente com a inertização do espaço livre, garantem baixa disponibilidade de oxigênio para a oxidação do produto.



## VII Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC 2013

13 a 15 de agosto de 2013 – Campinas, São Paulo

Em geral, todas as amostras atenderam às especificações dos parâmetros de qualidade do produto (índice de acidez, índice de peróxido e extinção específica) estabelecidos na legislação vigente, sendo que 75% das amostras analisadas apresentaram valores de índice de acidez acima dos valores declarados nos respectivos rótulos.

### 5 AGRADECIMENTOS

Ao CNPQ – PIBIC, pela bolsa concedida e ao CETEA – ITAL, pela oportunidade de estágio.

### 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 14910**: embalagens de vidro para produtos alimentícios - requisitos e métodos de ensaio. Rio de Janeiro, 2002. 24 p.

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM E 499/E 499M-11**: standard practice for leaks using the mass spectrometer leak detector in the detector probe mode. Philadelphia, 2011. 6 p.

ASTM INTERNATIONAL. **ASTM F 1307-02 (Reapproved 2007)**: standard test method for oxygen transmission rate through dry packages using a coulometric sensor. Philadelphia, 2002. 6 p.

BOTTI, L. C. M. **Propriedades de barreira à radiação e ao oxigênio em sistemas de embalagem ativa para azeite de oliva extra virgem**. Projeto de qualificação apresentado à Faculdade de engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas. Campinas: UNICAMP, 2011.

\_\_\_\_\_. (Ed.). **Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society**. 6th ed. Urbana: AOCS, 2009. met. Ch 5-91, p. 1-4.

\_\_\_\_\_. (Ed.). **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists Society**. 6<sup>th</sup> ed. Urbana: AOCS, 2009. met. Ca 5a-40.

\_\_\_\_\_. (Ed.). **Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society**. 6th ed. Urbana: AOCS, 2009. met. Ja 6-55. (para lecitinas de vegetais).

\_\_\_\_\_. (Ed.). **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists Society**. 6<sup>th</sup> ed. 2009. Urbana: AOCS, 2009. Met. Cd 8b-90.

JAIME, S. B. M.; DANTAS, F. B. H. **Embalagens de vidro para alimentos e bebidas**: propriedades e requisitos de qualidade. Campinas: CETEA/ITAL, 2009. 223 p.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. Instrução Normativa nº 1, de 30 de janeiro de 2012. Regulamento técnico do azeite de oliva e do óleo de bagaço de oliva. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, DF, 01 fev. 2012. Seção 1.

LEYBOLD INFICON. Método sofisticado de teste de vazamento para embalagens flexíveis. Contura. Köln Colônia: Leybold, 1999. 34p.

SILVA, Simone. F. **Estabilidade de azeite de oliva (*Olea europaea*) em diferentes sistemas de embalagem**. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos)—Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

VELASCO, J.; DOBARGANES, C. Oxidative stability of virgin olive oil. **Eur. J. Lipid Sci. Technol.**, v. 104, p. 661-676, 2002.