



UNIVERSIDAD DE JAÉN  
*Centro de Estudios de Postgrado*

Trabajo Fin de Máster

**EFEECTO DEL FILTRADO Y LA  
INERTIZACIÓN EN LA  
CONSERVACIÓN DE LAS  
CARACTERÍSTICAS FÍSICO-  
QUÍMICAS DEL ACEITE DE OLIVA  
VIRGEN.**

**Alumno/a: María Martínez Fernández**

Directoras: María de la Paz Aguilera Herrera  
Araceli Sánchez Ortiz  
Centro: IFAPA Venta del Llano, Mengíbar.

Tutor/a: Adoración Mozas del Moral.  
Dpto: Organización de Empresas, Marketing y  
Sociología.

**JULIO, 2021**



# **EFFECTO DEL FILTRADO Y LA INERTIZACIÓN EN LA CONSERVACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DEL ACEITE DE OLIVA VIRGEN.**

Esta memoria constituye el Trabajo Fin de Máster y se presenta a la Comisión Evaluadora en Jaén a 2 de julio del año 2021.

El presente trabajo se ha realizado en los Laboratorio del Centro IFAPA, Venta del Llano (Mengíbar).

**DIRECTORAS: MARÍA DE LA PAZ AGUILERA HERRERA Y ARACELI SÁNCHEZ ORTIZ (IFAPA VENTA DEL LLANO, MENGÍBAR) Y TUTORA: ADORACIÓN MOZAS MORAL, PROFESORA DEL DEPARTAMENTO DE ORGANIZACIÓN DE EMPRESAS, MARKETING Y SOCIOLOGÍA DE LA UNIVERSIDAD DE JAÉN.**

**INFORMAN:** Que el presente trabajo fin de máster, *“Efecto del filtrado y la inertización en la conservación de las características físico-químicas del aceite de oliva virgen”* ha sido realizado por D./D<sup>a</sup>. María Martínez Fernández, para la obtención del Título de Máster Universitario en Olivar y Aceite de Oliva por la Universidad de Jaén, bajo la dirección de la Dra. Dña. Adoración Mozas Moral.

Jaén, a 2 de Julio de 2021

Fdo: María de la Paz Aguilera

Fdo: Araceli Sánchez

Fdo: Adoración Mozas

Fdo: María Martínez



# ÍNDICE GENERAL

	Pág.
<b>RESUMEN</b>	<b>10</b>
<b>ABSTRACT</b>	<b>11</b>
<b>1. ANTECEDENTES</b>	<b>12</b>
<b>1.1. EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE OLIVA VIRGEN.</b>	<b>13</b>
1.1.1. Recepción, limpieza, lavado y almacenamiento del fruto.	13
1.1.2. Obtención del aceite de oliva virgen.	13
1.1.3. Almacenamiento	14
<b>1.2. COMPOSICIÓN Y CALIDAD DEL ACEITE DE OLIVA VIRGEN</b>	<b>15</b>
1.2.1. Composición del aceite de oliva virgen	15
1.2.2. Calidad del aceite de oliva virgen	16
<b>1.3. ALGUNOS FACTORES QUE INFLUYEN EN LA CALIDAD DEL ACEITE DE OLIVA VIRGEN</b>	<b>17</b>
1.3.1. Filtración del aceite de oliva virgen.	17
1.3.2. Degradación oxidativa.	19
<b>2. MATERIALES Y MÉTODOS.</b>	<b>21</b>
<b>2.1. ACEITE DE OLIVA VIRGEN</b>	<b>21</b>
<b>2.2. DISEÑO EXPERIMENTAL</b>	<b>21</b>
<b>2.3. TOMA DE MUESTRAS</b>	<b>23</b>
<b>3. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN OXÍGENO Y DIÓXIDO DE CARBONO EN LOS DEPÓSITOS.</b>	<b>24</b>
<b>4. DETERMINACIONES ANALÍTICAS.</b>	<b>24</b>
<b>4.1. DETERMINACIÓN DE LA CALIDAD REGLAMENTADA.</b>	<b>24</b>
4.1.1. Acidez	24
4.1.2. Índice de peróxidos	25
4.1.3. Absorbancia en el UV ( $K_{232}$ Y $K_{270}$ )	27
<b>4.2. DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN DEL ACEITE DE OLIVA</b>	<b>28</b>
4.2.1. Tocoferoles	28
4.2.2. Pigmentos	29
4.2.3. Amargor	30
4.2.4. Polifenoles totales	30
<b>4.3. DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD</b>	<b>32</b>

4.4. DETERMINACIÓN DE LAS IMPUREZAS	32
5. RESULTADOS ENSAYO 1: INERTIZADO ESPACIO DE CABEZA	33
5.1. MONITORIZACIÓN DEL PORCENTAJE DE O <sub>2</sub> Y CO <sub>2</sub> .	33
5.2. PARÁMETROS DE CALIDAD.	34
5.2.1. Acidez.	34
5.2.2. Índice de peróxidos.	35
5.2.3. Absorbancia en el UV.	36
5.3. PARÁMETROS DE COMPOSICIÓN	40
5.3.1. Tocoferoles.	40
5.3.2. Pigmentos.	41
5.3.3. Polifenoles totales.	44
5.4. HUMEDAD.	46
5.5. IMPUREZAS.	47
6. RESULTADOS ENSAYO 2: INERTIZADO POR BAZUQUEO.	49
6.1. MONITORIZACIÓN DEL PORCENTAJE DE O <sub>2</sub> Y CO <sub>2</sub> .	49
6.2. PARÁMETROS DE CALIDAD.	50
6.2.1. Acidez.	50
6.2.2. Índice de peróxidos.	51
6.2.3. Absorbancia en el UV.	53
6.3. PARÁMETROS DE COMPOSICIÓN	53
6.3.1. Tocoferoles.	56
6.3.2. Pigmentos.	57
6.3.3. Polifenoles totales.	60
6.4. HUMEDAD.	61
6.5. IMPUREZAS.	63
7. CONCLUSIONES.	64
8. BIBLIOGRAFÍA	65

## ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
<b>Tabla 1</b> Características de calidad en las distintas categorías del aceite de oliva del Reglamento (UE) nº 2019/1604 de la Comisión de 27 de septiembre de 2019.	17
<b>Tabla 2</b> Fechas en las que se ha realizado cada toma de muestras.	23
<b>Tabla 3</b> Evolución de la monitorización del % de O <sub>2</sub> y CO <sub>2</sub> del aceite durante el periodo estudiado.	33
<b>Tabla 4</b> Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado.	34
<b>Tabla 5</b> Evolución del índice de peróxidos (meq O <sub>2</sub> /kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado.	35
<b>Tabla 6</b> Evolución del K <sub>232</sub> del aceite durante el periodo estudiado.	37
<b>Tabla 7</b> Evolución del K <sub>270</sub> del aceite durante el periodo estudiado.	38
<b>Tabla 8</b> Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	40
<b>Tabla 9</b> Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	41
<b>Tabla 10</b> Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	43
<b>Tabla 11</b> Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	44
<b>Tabla 12</b> Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado.	46
<b>Tabla 13</b> Evolución del porcentaje de impurezas del aceite durante el periodo estudiado.	47
<b>Tabla 14</b> Evolución de la monitorización del % de O <sub>2</sub> y CO <sub>2</sub> del aceite durante el periodo estudiado.	49
<b>Tabla 15</b> Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado.	50
<b>Tabla 16</b> Evolución del índice de peróxidos (meq O <sub>2</sub> /kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado.	51

<b>Tabla 17</b>	Evolución del K <sub>232</sub> del aceite durante el periodo estudiado.	53
<b>Tabla 18</b>	Evolución del K <sub>270</sub> del aceite durante el periodo estudiado.	54
<b>Tabla 19</b>	Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	56
<b>Tabla 20</b>	Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	57
<b>Tabla 21</b>	Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	58
<b>Tabla 22</b>	Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.	60
<b>Tabla 23</b>	Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado.	61
<b>Tabla 24</b>	Evolución del porcentaje de impurezas del aceite durante el periodo estudiado.	63

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
<b>Figura 1</b>	Depósitos empleados para el ensayo 1. 22
<b>Figura 2</b>	Depósitos empleados para el ensayo 2. 22
<b>Figura 3</b>	Muestras recogidas para cada ensayo. 24
<b>Figura 4</b>	Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 34
<b>Figura 5</b>	Evolución del índice de peróxidos (meq O <sub>2</sub> /kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3) 36
<b>Figura 6</b>	Evolución del K <sub>232</sub> del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 37
<b>Figura 7</b>	Evolución del K <sub>270</sub> del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 38
<b>Figura 8</b>	Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 40
<b>Figura 9</b>	Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 42
<b>Figura 10</b>	Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 43
<b>Figura 11</b>	Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 45
<b>Figura 12</b>	Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3). 46
<b>Figura 13</b>	Diferencia turbidez en los distintos tratamientos. 47



<b>Figura 14</b>	Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	50
<b>Figura 15</b>	Evolución del índice de peróxidos (meq O <sub>2</sub> /kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3)	52
<b>Figura 16</b>	Evolución del K <sub>232</sub> del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	53
<b>Figura 17</b>	Evolución del K <sub>270</sub> del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	55
<b>Figura 18</b>	Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	56
<b>Figura 19</b>	Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	58
<b>Figura 20</b>	Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	59
<b>Figura 21</b>	Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	60
<b>Figura 22</b>	Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios $\pm$ desviación estándar (n=3).	62

## RESUMEN

El almacenamiento tiene como objetivo la conservación de las características del aceite de oliva virgen (AOV). Durante esta etapa se producen alteraciones de tipo oxidativo y fermentativo que comprometen la calidad del aceite. En este trabajo se evalúa el efecto del filtrado y de la inertización, en la preservación de los parámetros físico químicos durante un periodo de 4 meses.

Para ello se han planificado dos ensayos, en depósitos de diferente tamaño, utilizando nitrógeno como gas inerte para desplazar oxígeno y se ha introducido la filtración como método para eliminar el agua y las impurezas.

Los parámetros analizados durante este periodo no muestran diferencias ya que al tratarse del almacenamiento en bodega, el aceite se encuentra a una temperatura controlada, en depósitos de acero inoxidable y en oscuridad, por lo que sus características no se han visto afectadas en tan poco tiempo. Y es interesante observar los cambios que se producirían en un tiempo mínimo de doce meses ya que los artículos estudiados sobre la inertización en envases han dado buenos resultados. Finalmente, hay que destacar la aplicación de los resultados del estudio a las condiciones reales de almacenamiento en la almazara, debido a que la mayoría de los trabajos sobre filtración e inertización de aceites, evalúan el aceite de oliva virgen embotellado.

## **ABSTRACT.**

Storage is aimed at preserving the characteristics of virgin olive oil (AOV). During this stage there are oxidative and fermentative alterations that compromise the quality of the oil. In this work, the effect of filtering and inerting is evaluated, in the preservation of chemical parameters during a period of 4 months.

For this, two tests have been planned, in tanks of different sizes, using nitrogen as an inert gas to displace oxygen and filtration has been introduced as a method to remove water and impurities.

The parameters analyzed during this period do not show differences since when it comes to storage in the cellar, the oil is at a controlled temperature, in stainless steel tanks and in darkness, so its characteristics have not been affected in such a short time. And it is interesting to observe the changes that would take place in a minimum time of twelve months and that the articles studied on inerting in containers have given good results.

Finally, it is necessary to highlight the application of the results of the study in the real conditions of storage in the oil mill, since most of the works on filtration and inerting of oils, evaluate bottled virgin olive oil.

## 1. ANTECEDENTES.

El olivo es uno de los árboles más antiguos cultivado en el mundo, y está relacionado con la historia de los pueblos que se han desarrollado en la cuenca mediterránea. Desde la antigüedad, el ser humano ha utilizado el aceite de oliva para el uso cotidiano en la preparación de alimentos, cosmética, preparados terapéuticos, etc. Esto demuestra la gran importancia de este árbol y del aceite procedente de sus frutos, apreciado por su aroma, sabor y propiedades saludables.

La importancia económica del sector del aceite de oliva es evidente en los países mediterráneos, ya que es un elemento generador de ingresos tanto directos como indirectos y una gran fuente de empleo (Cerretani *et al*, 2009). Asimismo, en los últimos años el sector del olivar ha incrementado exponencialmente su producción y la demanda a escala mundial, sobretodo en países no productores. Según los datos del COI (2020), si se compara la campaña 1990/1991 donde se produjo 1.453.000 toneladas con la campaña 2019/2020 se estima que se han producido en el mundo 3.207.000 toneladas, se llega a la conclusión de que se ha duplicado la producción y las previsiones de cara al futuro. Las razones se encuentran en (Parras *et al*, 2013):

- El incremento de la superficie de las plantaciones de olivar a nivel mundial, fundamentalmente en forma de plantaciones intensivas y superintensivas.
- La mejor productividad debido a la extensión del regadío y a la incorporación de mejoras tecnológicas (tanto en el cultivo como en la fase de transformación de la aceituna en aceite).

Conviene señalar los cambios en los hábitos del consumo en la población, el consumidor es cada vez más consciente de la estrecha relación entre dieta y salud, y busca productos naturales, saludables, seguros y de calidad; siendo esto una oportunidad para el sector oleícola.

Por ello, en los últimos años se estudian mejoras tanto en los sistemas de cultivo del olivo, en la recolección del fruto, en los sistemas de elaboración y en el envasado para obtener aceites de oliva de mayor calidad posible. Además de la necesidad de estudiar métodos y/o estrategias para mejorar la conservación del aceite a lo largo del almacenamiento y por tanto mantener la calidad sensorial y nutricional del mismo.

## **1.1. EL PROCESO DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE OLIVA VIRGEN.**

### **1.1.1. Recepción, limpieza, lavado y almacenamiento del fruto.**

En general, las almazaras disponen de varias líneas de recepción, en las que se puede separar el fruto en función de su procedencia árbol o suelo, la variedad o estado sanitario. Una vez recolectado el fruto se recepciona en la almazara. En estas etapas, se procede a hacer las operaciones preliminares de limpieza (retirada de hojas, palos y otros elementos) y el lavado del fruto, si fuera necesario.

Cada fruto será tratado en función del objetivo que la almazara se haya previsto.

### **1.1.2. Obtención del aceite de oliva virgen.**

El fruto se muele utilizando molinos para tal efecto. El grado de molienda dependerá de las cribas que posean los molinos: redondas, ovaladas, de doble criba, de listello, etc., y del tamaño de las mismas: 5, 6 y 7 mm. Tipo y tamaño de criba deberán estar adaptados al tipo de fruto, sobre todo teniendo en cuenta la madurez del mismo.

A continuación, se procede al batido de la pasta creada en la etapa anterior para facilitar la coalescencia de las gotas de aceite. Asimismo, este batido deberá adaptarse a la materia prima que se está procesando. Los factores a tener en cuenta en esta etapa son: tiempo, temperatura y la adición o no de coadyuvantes.

En esta etapa la toma de decisiones es muy importante ya que pueden afectar al rendimiento industrial del proceso y a las características de los aceites obtenidos.

Una vez batida la pasta se procede a la centrifugación que está basada en la separación de las distintas fases por diferencia de densidades aumentando la gravedad con el centrifugado.

El sistema para la separación de fases más implementado en la actualidad es el sistema continuo de 2 salidas o fases, por una salida sale la fase oleosa, es decir, el aceite y por otra el denominado *alpeorujo*, compuesto de agua y orujo. Este sistema consume menos agua y genera menos residuos en comparación con el sistema de tres salidas o fases.

La siguiente etapa es la clarificación donde se realiza una separación líquido-líquido, esto se puede llevar a cabo por centrifugación o decantación o bien por una combinación de ambos. En la centrifugación es la fuerza centrífuga la que actúa para separar el aceite del agua, quedando al final de la misma un aceite mucho más limpio. Y la decantación es un sistema que consiste en una batería de recipientes conectados entre sí, con alimentación continua o se puede realizar una decantación estática realizando purgas para eliminar humedad e impurezas (Civantos et al, 1999).

### **1.1.3. Almacenamiento.**

Finalmente, una vez obtenido el aceite de oliva virgen se almacena en depósitos y es de gran importancia la eliminación del agua de vegetación y restos vegetales del aceite, que reduzcan la aparición de defectos sensoriales.

Antes de almacenar un aceite hay que asegurarse primero de que la bodega y los depósitos se encuentren limpios.

Además, para evitar la oxidación de los ácidos grasos durante el almacenamiento se ha extendido el uso de nitrógeno para sustituir al oxígeno en el espacio de cabeza de los depósitos. Y se almacena en bodega hasta su comercialización.

La bodega debe reunir una serie de condiciones necesarias en cuanto a edificio y depósitos, para garantizar al máximo la conservación integral del aceite (Alba J. 1992). Debe ser independiente a la zona de elaboración ya que puede transmitir olores al aceite.

- Debe de tener unas condiciones de aislamiento y ventilación adecuadas para preservar la calidad del aceite.
- Debe estar dotada de aislamiento térmico que le permita mantener una temperatura ambiente de 15-18°C en cualquier época.
- Debe tener poca luminosidad, comodidad de acceso, fácil limpieza y no ser usada como almacén de material auxiliar y otros materiales (Gila, 2017).
- Los depósitos suelen ser de acero inoxidable aunque también hay construidos con acero al carbono que deben ser revestidos interiormente con resinas epoxídicas o materiales garantizados para contener productos alimentarios. Además los depósitos deben permanecer cerrados.

- En la bodega se pueden encontrar depósitos con patas o sin patas, de fondo cónico o de fondo inclinado. Existen depósitos de diferentes capacidades, de 26 toneladas (Tn) , 52 Tn, 78 Tn, 104 Tn o 130 Tn , entre otros.
- La forma del fondo de los depósitos debe favorecer la operación de eliminación de impurezas decantadas mediante el purgado.

Posteriormente, se envasa evitando los "espacios de cabeza" ya que el oxígeno contenido en el aire favorece la oxidación y se etiqueta siguiendo la normativa correspondiente.

## **1.2. COMPOSICIÓN Y CALIDAD DEL ACEITE DE OLIVA VIRGEN.**

### **1.2.1. Composición del aceite de oliva virgen.**

Se define "aceite de oliva virgen" el obtenido a partir del fruto del olivo, únicamente por procedimientos mecánicos u otros procedimientos físicos, en condiciones, especialmente térmicas, que no impliquen la alteración del aceite y que no hayan sufrido tratamiento alguno distinto del lavado, la decantación, el centrifugado y el filtrado (COI)/T.15/NC N° 3/Rev. 12 junio 2018).

La composición del aceite de oliva se divide en dos fracciones:

- Fracción mayoritaria: representa el 98-99% del peso total, principalmente está constituida por triglicéridos y en menor proporción diglicéridos, monoglicéridos y ácidos grasos libres.
- Fracción minoritaria: representa el 1-2%, contiene principalmente esteroides, vitaminas liposolubles, ceras, alcoholes alifáticos, pigmentos, compuestos aromáticos y compuestos polifenólicos. La fracción minoritaria contiene gran cantidad de compuestos de diversa naturaleza química que contribuyen al flavor y a la estabilidad oxidativa de los aceites de oliva virgen.

En ambas fracciones se encuentran componentes a los que en los últimos años se les ha atribuido propiedades bioactivas reconocidas. Por tanto, más allá de su valor energético, presenta efectos positivos sobre la salud de los consumidores que lo convierten en un alimento saludable (Quiles et al. 2006). El aceite de oliva virgen es el único alimento que tiene aprobada una alegación nutricional correspondiente al contenido de polifenoles en un aceite de oliva, aprobada por la European Food Safety

Authority y autorizada por el Reglamento 432/2012 de la comisión de 16 de mayo de 2012.

### **1.2.2. Calidad del aceite de oliva virgen.**

Una de las definiciones más completas de la calidad del aceite de oliva virgen es la dada por Burón y García (1979) que establecen que la *calidad del aceite de oliva es el conjunto de propiedades o atributos que él posee y que determina el grado de aceptación del consumidor respecto a un determinado uso.*

Hay que tener en cuenta que la calidad del aceite de oliva virgen es la culminación de un proceso que comienza en el árbol y termina en botella. Por tanto, es necesario cuidar cada paso del proceso, especialmente los factores que pueden afectar la vida comercial del aceite (oxígeno, luz, temperatura, metales, etc.) y provocan un deterioro de la calidad como consecuencia de la degradación oxidativa e hidrolítica (Psomiadou y Tsimidou, 2002a).

La calidad del aceite de oliva está regulada en el Reglamento (CEE) nº 2568/91 y sus posteriores modificaciones como las recogidas en el Reglamento (UE) nº 2019/1604 de la Comisión de 27 de septiembre de 2019, existiendo otras normas complementarias como la del Consejo Oleícola Internacional (COI)/T.15/NC Nº 3/Rev. 12 junio 2018 y el Codex Alimentarius (Codex Stand 33 rev. 2017 aceites de oliva). Este reglamento define las características fisicoquímicas y organolépticas de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva, así como los métodos de evaluación de dichas características.

A continuación, se muestra una tabla de las características de calidad de los aceites de oliva, esta tabla aparece en el ANEXO I de dicho reglamento.



**Tabla 1: Características de calidad en las distintas categorías del aceite de oliva del Reglamento (UE) nº 2019/1604 de la Comisión de 27 de septiembre de 2019.**

**Características de calidad**

Categoría	Acidez (%) (*)	Índice de peróxidos (mEq O <sub>2</sub> /kg)	K <sub>232</sub>	K <sub>233</sub> o K <sub>230</sub>	Delta-K
1. Aceite de oliva virgen extra	≤ 0,80	≤ 20,0	≤ 2,50	≤ 0,22	≤ 0,01
2. Aceite de oliva virgen	≤ 2,0	≤ 20,0	≤ 2,60	≤ 0,25	≤ 0,01
3. Aceite de oliva lampante	> 2,0	—	—	—	—
4. Aceite de oliva refinado	≤ 0,30	≤ 5,0	—	≤ 1,25	≤ 0,16
5. Aceite de oliva compuesto de aceite de oliva refinado y aceites de oliva vírgenes	≤ 1,00	≤ 15,0	—	≤ 1,15	≤ 0,15
6. Aceite de orujo de oliva crudo	—	—	—	—	—
7. Aceite de orujo de oliva refinado	≤ 0,30	≤ 5,0	—	≤ 2,00	≤ 0,20
8. Aceite de orujo de oliva	≤ 1,00	≤ 15,0	—	≤ 1,70	≤ 0,18

*Fuente: Anexo I del Reglamento (UE) nº 2019/1604 de la Comisión de 27 de septiembre de 2019*

### **1.3. FACTORES QUE INFLUYEN EN LA CONSERVACIÓN DEL ACEITE DE OLIVA VIRGEN.**

#### **1.3.1. Filtración aceite de oliva virgen.**

Durante el proceso de extracción continua del aceite de oliva virgen quedan restos de humedad e impurezas que deben clarificarse antes del almacenamiento para evitar su deterioro (Gila, 2017). Por ello la clarificación se puede realizar mediante dos sistemas diferentes: por separador centrifugo vertical o sedimentación natural en tanques de fondo cónico en el que se obtiene aceite de oliva turbio o sin filtrar. El aceite clarificado contiene, aún agua y pequeñas partículas en suspensión que consta entre otros, de compuestos nitrogenados y complejos fenólicos polimerizados (Sanmartin et al, 2018). En esta etapa se almacena el aceite en tanques produciendo así su decantación durante un periodo de meses para que los sedimentos se separen, sin embargo debe filtrarse cuanto antes para evitar fermentaciones que conlleven la formación de los

compuestos que dan mal olor. Por ello, después de obtener una clarificación del aceite se debería realizar un desbastado o una filtración. La filtración consiste en hacer pasar el aceite por filtros que utilizan materiales autorizados como celulosa, algodón o tierra filtrantes, perlitas o diatomeas (Real Decreto 640/2015) para que queden retenidas las impurezas y eliminar humedad.

El efecto de la filtración sobre la calidad del AOV ha generado controversia, ya que existen resultados contradictorios. Hay estudios que han demostrado que se aumenta la vida útil del aceite al reducir su contenido de humedad (Di Giovacchino, 2013), pero otros autores demuestran que el agua y las pequeñas partículas dispersas en el aceite actúan como antioxidante, por lo que la filtración puede promover la degradación del aceite (Janakat et al, 2015). Otro estudio realizado por Veneziani et al en 2018 detectó una mayor concentración fenólica al final del periodo de almacenamiento en los aceites sin filtrar, en comparación con los filtrados, ya que en el agua se encuentran solubilizados los compuestos fenólicos (Ambrosone et al, 2002). Sin embargo, parece que hay más consenso en separar el aceite de oliva del sedimento lo más rápido posible para evitar el defecto "borras" al producirse reacciones de fermentación anaeróbica, hidrólisis y oxidación.

Otra de las causas del deterioro es que el agua de vegetación puede contener enzimas como la lipasa que hidroliza los triglicéridos para liberar ácidos grasos libres aumentando así la acidez del aceite de oliva virgen (Cayuela J.A, Caballero B., 2019). Por ello, se establece como norma general que para preservar la calidad del aceite de oliva hay que considerar tanto la pérdida de humedad como la pérdida en el contenido de antioxidantes durante la filtración.

### 1.3.2. Degradación oxidativa.

Uno de los factores que influye en la calidad es la oxidación, por ello se han realizado numerosos estudios para establecer las condiciones más adecuadas para preservar al máximo su calidad durante el proceso de elaboración y almacenamiento del AOV hasta su consumo. La auto- y foto-oxidación de los ácidos grasos son una de las principales vías de degradación oxidativa. El aceite de oliva virgen contiene antioxidantes que aumentan la vida útil del aceite como son: los compuestos polifenólicos y los tocoferoles, según Hrncirik y Fristsche (2005) un aceite de buena calidad contiene valores de tocoferoles en un rango de 100-300 mg/kg y de 200- 1500 mg/kg de compuestos fenólicos polares.

El AOV se extrae durante dos o tres meses, pero se consume a lo largo de un año, siendo almacenado en bodega hasta su envasado y comercialización.

Hay tres procesos que pueden ocurrir en el almacenamiento que son la foto-, la termo- y la auto-oxidación.

En la foto-oxidación los compuestos que son fotosensibilizadores naturales como las clorofilas reaccionan con el oxígeno triplete para formar oxígeno singlete en estado excitado. La termo-oxidación ocurre al exponer el aceite a altas temperaturas (por ello la temperatura del lugar de almacenamiento debe ser constante y sin muchas fluctuaciones) y la auto-oxidación ocurre cuando los compuestos orgánicos reaccionan con el oxígeno disponible (Smeriglio et al, 2019).

Existen dos tipos de inertización en los depósitos, una en la que el flujo de nitrógeno es introducido por la parte superior del depósito a baja presión desplazando el oxígeno del espacio de cabeza del depósito y otra es la técnica conocida como "bazuqueo", que consiste en insertar nitrógeno por la parte inferior del depósito desplazando el oxígeno que se encuentra disuelto en el aceite. Se recomienda introducir cantidades de nitrógeno de forma periódica durante el almacenamiento.

Basheer M. Iqdam et al en 2019 llevaron a cabo un estudio sobre la influencia del oxígeno en el espacio de cabeza en la calidad y la vida útil de aceite de oliva virgen extra (AOVE) durante su almacenamiento, en este caso en el envasado (envases claros y oscuros). Determinaron la acidez, el índice de peróxidos, el coeficiente de extinción a 232 nm y 270 nm, el contenido de compuestos polifenólicos totales y el contenido total en clorofilas cada tres meses durante un año. Los resultados mostraron

que una baja concentración de oxígeno en el espacio de cabeza es importante para mantener la calidad y la vida útil del AOVE y con poco espacio de cabeza protege los índices químicos más allá de los doce meses y protege también los polifenoles totales y clorofilas más allá de los seis meses.

Otro de los artículos basados en la inertización lo realizaron Antonella Smeriglio et al en 2019 cuyo objetivo fue mejorar la vida útil de un AOVE comparando el AOVE embotellado con y sin espacio de cabeza de nitrógeno durante el almacenamiento a largo plazo a temperatura ambiente (18 meses) controlando varios parámetros como polifenoles, alfa tocoferol, acidez, peróxidos, y  $K_{232}$  y  $K_{270}$ . Los resultados de este artículo mostraron una disminución de todos los parámetros a lo largo del tiempo en ambas condiciones, sin embargo, el que tenía espacio de cabeza con nitrógeno mantuvo los valores hasta el final del periodo, ajustándose a los valores requeridos para un AOVE en el reglamento y el AOVE sin espacio de cabeza de nitrógeno mostró diferencias estadísticamente significativas en todos los parámetros ( $<0,05$ ).

Existe bibliografía sobre el efecto de la inertización del AOV embotellado, la cuál nos permite predecir que el nitrógeno se puede utilizar de forma eficaz en el almacenamiento de aceite de oliva virgen en depósitos de acero inoxidable de alta capacidad antes de su embotellado. Durante este paso, el aceite se expone al proceso de oxidación y es importante protegerlo almacenándolo en una atmosfera acondicionada con nitrógeno. Sin embargo, hay escasos datos y/o estudios sobre el efecto de la inertización en la bodega de la almazara.

## **2. MATERIALES Y MÉTODOS.**

### **2.1. ACEITE DE OLIVA VIRGEN.**

Se ha escogido un aceite de la categoría virgen extraído en la almazara experimental del centro IFAPA "Venta del Llano" en Mengíbar (Jaén) de la campaña de 2020/2021. Los frutos son de la variedad `Picual`, recolectados en el olivar de la finca experimental del IFAPA Venta del Llano. Este aceite se ha elaborado a mediados de diciembre.

### **2.2. DISEÑO EXPERIMENTAL.**

Se han utilizado dos estrategias o tipos de inertización de depósitos diferentes para determinar el efecto de la reducción de oxígeno sobre la calidad del AOV filtrado y sin filtrar almacenado durante 4 meses en la almazara.

#### **Ensayo 1: Inertización con N<sub>2</sub> del espacio de cabeza de depósitos de 1000 kg de capacidad.**

- Depósito control: depósito cerrado.
- Depósito inertizado (IZ) : depósito inertizado mediante la aplicación de nitrógeno molecular al espacio de cabeza del depósito.
- Depósito con entrada de oxígeno (O<sub>2</sub>) : depósito cerrado con orificio de entrada de aire.

Cada depósito constituye una muestra formada por 700 kg de AOV sin filtrar y 300 kg de espacio de cabeza.

**Figura 1: Depósitos empleados para el ensayo 1.**



Fuente: Elaboración propia. Foto tomada en la almazara de IFAPA Venta del Llano, Mengibar.

**Ensayo 2: Inertización con N<sub>2</sub> por “bazuqueo” de depósitos de 300 kg de capacidad.**

- Depósito inertizado sin filtración
- Depósito inertizado filtrado
- Depósito no inertizado sin filtración
- Depósito no inertizado filtrado

Cada depósito constituye una muestra formada por los 300kg de AOV de los diferentes depósitos.

**Figura 2: Depósitos empleados para el ensayo 2.**



Fuente: Elaboración propia. Foto tomada en la almazara de IFAPA Venta del Llano, Mengibar.

De igual modo, se monitoriza el % de O<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub> en el espacio de cabeza del depósito.

### 2.3. TOMA DE MUESTRAS.

Se tomó muestra cada 15 días y posteriormente se procedió a inertizar con nitrógeno en cada depósito correspondiente. Las fechas se recogen en la Tabla 2. Se han realizado 9 muestreos en cuatro meses. Las muestras de cada depósito se analizaron por triplicado.

**Tabla 2. Fechas en las que se ha realizado cada toma de muestras.**

TOMA DE MUESTRAS	
Muestreo	Fecha
1	20/01
2	3/02
3	17/02
4	3/03
5	17/03
6	31/03
7	14/04
8	28/04
9	17/05

Fuente: Elaboración propia

La toma de muestras para todos los análisis del trabajo se hace por triplicado en cada depósito.

**Figura 3: Muestras recogidas para los ensayos.**



Fuente: Elaboración propia. Foto tomada en la almazara de IFAPA Venta del Llano, Mengíbar.

### **3. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO EN OXÍGENO Y DIÓXIDO DE CARBONO EN LOS DEPÓSITOS.**

La monitorización del porcentaje de O<sub>2</sub> se llevó a cabo mediante un analizador denominado OXYBABY de la empresa WITT Gas.

La medición se realiza mediante la introducción de una aguja acoplada al aparato en el depósito, se realizan tres medidas para obtener una media del contenido que se encuentra en cada depósito. Primero se miden dichos porcentajes en el medio ambiente, posteriormente en cada depósito antes de inertizar y seguidamente se vuelve a hacer medidas en los depósitos después de inertizar. Esta determinación se realiza en cada semana de muestreo antes de realizar la toma de muestras.

### **4. DETERMINACIONES ANALÍTICAS.**

#### **4.1. DETERMINACIONES DE CALIDAD REGLAMENTADA.**

##### **4.1.1. Acidez.**

El método utilizado está recogido en el Reglamento (CEE) nº 2568/91 y sus posteriores modificaciones.

##### Fundamento

El grado de acidez está relacionado con la cantidad de ácidos grasos libres expresados en ácido oleico, estos se determinan mediante una valoración ácido-base con una solución contrastada de KOH y como disolvente se utiliza etanol/éter que contiene fenolftaleína como indicador.



### Procedimiento.

- Se valora el hidróxido potásico, para ello se añade en un matraz pequeño 10 ml de ácido oxálico 0,1 N y unas gotas de fenolftaleína. Debe realizarse para comprobar la normalidad del KOH.

$$N_{KOH} = \frac{V_{ac.oxálico} \cdot N_{Ac.oxálico}}{V_{gastado}}$$

- Se pesan 5 g de la muestra de aceite en un matraz Erlenmeyer de 250 mL.
- Se disuelve la muestra en 50 mL de mezcla Etanol/Éter etílico 1:1.
- Se valora con el hidróxido potásico KOH hasta que viraje rosa/anaranjado. El resultado se expresa en porcentaje de ácido oleico.

$$\text{Grado de acidez}(\%) = \frac{V_{KOH\text{ gastado}} \cdot N_{KOH} \cdot 28,2}{P_{Aceite}}$$

#### **4.1.2. Índice de peróxidos.**

El método utilizado está recogido en el Reglamento (CEE) nº 2568/91 y sus posteriores modificaciones.

#### **Fundamento.**

Los peróxidos se originan por oxidación de los ácidos grasos con dobles enlaces. Se expresa en miliequivalentes de oxígeno activo contenidos en un kilogramo de grasa.

#### **Procedimiento.**

- Preparación del yoduro potásico.

Por cada muestra que se vaya a analizar se pesa 1,445 g de IK en polvo en un bote de color topacio y se disuelve con agua destilada. Se agita y queda una disolución saturada y fría.

#### **Preparación de la mezcla cloroformo + ácido acético.**

Se realiza una mezcla del 20:30 de cloroformo: ácido acético glacial.

- Valoración del tiosulfato sódico.

En un matraz se añade :

- 1mL de dicromato potásico 0,01 N
- 1 mL de ácido clorhídrico.
- Una pizca de yoduro potásico en polvo (0,1 g aproximadamente)
- Agua destilada para observar mejor el viraje.
- Unas gotas de almidón.

Finalmente se valora con tiosulfato sódico y, para conocer la normalidad del tiosulfato se utiliza la siguiente fórmula:

$$N_{Na_2S_2O_3} = \frac{V_{Cr_2O_7K_2} \cdot N_{Cr_2O_7K_2}}{V_{Na_2S_2O_3}}$$

- Preparación del blanco y de las muestras.

Se pesan 1,5 g de aceite, se añade 25 mL de la mezcla preparada de cloroformo y ácido acético y 1 mL de IK. Se agita suavemente el matraz tapado durante 1 minuto. A continuación, se guarda en la oscuridad durante 5 minutos, pasado este tiempo se añaden 75 mL de agua destilada y unas gotas de almidón. Se tapa y agita vigorosamente. Se valora con el tiosulfato hasta viraje.

La preparación del blanco debe hacerse antes siguiendo el mismo procedimiento anterior, pero sin añadir la muestra de aceite.

Para el cálculo de los resultados se utiliza la siguiente fórmula:

$$IP = \frac{(V - V_0) \cdot N}{P} \cdot 1000$$

Donde:

V= mL de tiosulfato gastados en la muestra

V<sub>0</sub>= mL de tiosulfato gastados por el blanco

N = normalidad del tiosulfato sódico.

P: peso exacto en gramos del aceite.

Los resultados se expresan en miliequivalentes de oxígeno activo por kg de aceite (meq O<sub>2</sub>/ kg de aceite).

#### **4.1.3. Determinación de la absorbancia UV (K<sub>232</sub> y K<sub>270</sub>)**

El método utilizado está recogido en el Reglamento (CEE) nº 2568/91 y sus posteriores modificaciones.

##### **Fundamento.**

El K<sub>232</sub> es una característica de calidad y se utiliza para detectar la presencia de dienos conjugados (hidroperóxidos). Permite hacer una estimación de la oxidación inicial del aceite.

El K<sub>270</sub> es una característica de calidad. Se utiliza para detectar trienos conjugado (productos de oxidación secundaria), que absorben a esta longitud de onda.

##### **Procedimiento.**

Se pesan 0,1 g, posteriormente se enrasa con ciclohexano, se tapa y se agita. Se mide en el espectrofotómetro con cubetas de cuarzo para la lectura de UV. Además de las muestras debe de introducirse un blanco que en este caso es ciclohexano.

Para el cálculo de los parámetros se utilizan las siguientes fórmulas:

$$K_{232} = \frac{Abs\ 232\ nm}{P_{aceite} \cdot 10}$$

$$K_{270} = \frac{Abs\ 270\ nm}{P_{aceite} \cdot 10}$$

Dónde:

Abs 232 nm= lectura del espectrofotómetro correspondiente a la absorbancia a la longitud de onda de 232 nm

Abs 270 nm =lectura del espectrofotómetro correspondiente a la absorbancia a la longitud de onda de 270 nm

P aceite = peso exacto en gramos del aceite.

## **4.2. DETERMINACIONES DE COMPOSICIÓN DEL ACEITE DE OLIVA.**

### **4.2.1. Tocoferoles.**

Se emplea el método de la IUPAC (1992).

#### **Fundamento.**

Los tocoferoles son compuestos heteroácidos de alto peso molecular. Se han identificado varios tocoferoles aislados y se han designado como  $\alpha, \beta, \gamma, \delta$ - tocoferol. El  $\alpha$ - tocoferol es el mayoritario (90-95% de los totales), las formas  $\beta$  y  $\gamma$  se encuentran por debajo del 10% y la forma  $\delta$  en proporciones muy bajas.

Los tocoferoles dan estabilidad al aceite de oliva por su importante papel como antioxidante.

#### **Procedimiento.**

- Preparación de la fase móvil.

La fase móvil empleada se compone de 99,5: 0,5 hexano calidad HPLC en 2-propanol.

- Preparación de la muestra.

Se pesan 1.5 g de aceite en un matraz de 10 mL, se enrasa con la fase móvil y se agita para que quede homogeneizado. A continuación, el contenido de cada matraz se pasa directamente a un vial y se conserva en frigorífico entre 4-8°C hasta su análisis.

Se ha utilizado un cromatógrafo de líquidos (HPLC) Agilent compuesto de una bomba isocrática, un horno para termostatación de columna Lc 101 y un detector UV-VIS de longitud de onda programable (296 nm). La columna utilizada ha sido Lichrosphere Si60 (Merck) de 250 mm de longitud, 4,6 mm de diámetro interno y un tamaño de partícula de 5  $\mu$ . La detección se ha llevado a cabo a una longitud de onda de 296 nm

y a una temperatura de 25°C. Se ha inyectado un volumen de muestra de 20 µL y la duración del análisis ha sido de 23 minutos. La cuantificación se realizó a partir de rectas de calibrado con estándar puro (Merck). Los resultados se expresan en mg/kg de aceite.

#### **4.2.2. Pigmentos.**

Se ha utilizado el método descrito por Mínguez et al (1991).

##### **Fundamento.**

El color del aceite de oliva es considerado un parámetro importante de calidad, dicho color va desde el verde (oscuro a claro) al dorado o amarillo. El color del aceite depende de los pigmentos que contenga, y este depende de la variedad y del grado de maduración del fruto. Se pueden dividir en dos grupos, clorofilas (responsable del color verde) y carotenoides (responsable del color amarillo).

##### **Procedimiento.**

Se pesan 1,5 g en un matraz de 10 mL y se enrasa con ciclohexano.

Se realiza la medida en el espectrofotómetro a 470 nm para los pigmentos carotenoides y 670 nm para los pigmentos clorofílicos.

Los cálculos se realizan con las siguientes fórmulas:

$$Carotenos = \frac{Abs\ 472\ nm \cdot 50}{P_{aceite}}$$

$$Clorofilas = \frac{Abs\ 670\ nm \cdot 163,12313}{P_{aceite}}$$

Dónde:

Abs 472 nm = absorbancia a 472 nm de longitud de onda.

Abs 670 nm = absorbancia a 670 nm de longitud de onda.

50 = coeficiente para la relación del peso de la muestra y la absorbancia específica para una disolución al 1 % de carotenos.

163,13213 = coeficiente para la relación del peso de la muestra en gramos y la específica para una disolución al 1 % de clorofilas.

Los resultados se expresaron en mg/Kg.

#### **4.2.3. Amargor.**

La determinación se realiza por medio del método desarrollado por Gutiérrez y Perdiguero (1992).

##### **Fundamento**

El amargor del aceite de oliva es un parámetro muy importante en la caracterización del aceite de oliva ya que es un atributo positivo en la valoración sensorial y está relacionado con la presencia de polifenoles en el aceite.

Este método está basado en el aislamiento de compuestos fenólicos a través de una extracción sólido-líquido.

##### **Procedimiento**

Se pesa 1 g de aceite. Para la extracción sólido-líquido se utilizan columnas de Octadecyl C18 (retienen los compuestos fenólicos) y se colocan en una bomba de vacío que en su interior contiene matraces de 25 mL.

Se activa la columna con metanol HPLC, se deja secar y se acondicionan con 5 mL de hexano. A continuación, se disuelve la muestra con 5 mL de hexano y se añade a la columna, después se realiza la limpieza de los viales con otras dos adiciones de hexano en ellos. Se eluyen con metanol/agua al 50: 50 hasta enrasar el matraz.

El extracto recogido en los matraces se mide en el espectrofotómetro en UV a 225 nm. Los resultados se expresan con la lectura directa del espectrofotómetro.

#### **4.2.4. Polifenoles totales.**

La determinación del contenido en polifenoles totales se ha realizado siguiendo el método descrito por Vázquez – Roncero et al, (1973).

##### **Fundamento.**

Los polifenoles son un grupo de compuestos químicos presentes en el mesocarpio de la aceituna, estos compuestos afectan a la estabilidad frente a la oxidación, sabor y aroma del aceite obtenido del fruto, y han sido identificados como principales responsables de las propiedades antioxidantes del AOVE. El contenido de polifenoles depende de la maduración del fruto, del sistema de extracción empleado, el proceso

de filtración, de la variedad de aceituna y las variables climatológicas y agronómicas del cultivo o campaña (Uceda et al, 2009).

Además, los polifenoles son responsables de la astringencia y al sabor amargo y picante de los aceites de oliva.

### **Procedimiento**

Se pesa 1 gramo de aceite, posteriormente se añade 5 mL de hexano y se agita en vortex durante 15 segundos. Una vez homogeneizado se añade 2 mL de 60:40 metanol/agua. Esto se agita durante 1' 30" y se centrifuga durante 6' a 4000 rpm.

A continuación, se extrae la fase inferior del tubo (más densa) y se vierte en un matraz de 10 mL. Se repite la extracción tres veces. Para finalizar, se enrasa el matraz con agua destilada y se deja en reposo 24 horas.

Trascurrido este tiempo, se añade en un matraz de 50 mL la cantidad correspondiente de agua, seguidamente la cantidad correspondiente de extracto; posteriormente, se añade 2,5 mL de Folin, se agita, se añade 5 mL de NaOH al 6% y para finalizar se enrasa con agua destilada.

Seguidamente se leen las muestras en el espectrofotómetro usando cubetas para el espectro visible a 725 nm.

El cálculo se realiza de la siguiente forma:

$$\text{Polifenoles totales (ppm)} = F * \text{Resultado espectrofotométrico}$$

Dónde:

F = factor de dilución que depende del volumen del extracto añadido.

#### 4.3. DETERMINACIÓN DE LA HUMEDAD.

La determinación de humedad determina el agua y las materias volátiles que contiene el aceite. Para ello se sigue el método descrito en ISO 662. Se pesan entre 10 y 20 gramos en una cápsula seca, se lleva a una estufa a 105°C durante 1 hora y se enfría y se vuelve a pesar, hasta pesada constante.

La diferencia de peso nos da el % de humedad y materias volátiles siendo el 0,2 % la tolerancia máxima en los aceites comestibles establecido por el código alimentario español de 1991.

El cálculo es el siguiente:

$$\%Humedad = \frac{(cápsula + aceite) - pesada}{peso aceite} \cdot 100$$

#### 4.4. DETERMINACIÓN DE LAS IMPUREZAS.

Para la determinación de impurezas se lleva a cabo el método descrito en ISO 663 (ISO ,2017), en el cuál se pesa aproximadamente 10 gramos de aceite en una cápsula y un papel de filtro pesados con anterioridad, se lleva a una estufa a 105 °C y una vez seca con las impurezas retenidas en el papel de filtro se extrae la grasa en Soxhlet con éter de petróleo como disolvente orgánico. Dependiendo de la cantidad de impurezas puede tardar entre una y dos horas. Una vez terminado se saca el filtro, se deja secar a temperatura ambiente y se pesa.

Cálculo:

$$\% Impurezas = \frac{(Peso del filtro con impurezas) - (peso del filtro)}{peso aceite} \cdot 100$$



## 5. RESULTADOS ENSAYO 1: INERTIZADO ESPACIO DE CABEZA.

### 5.1. MONITORIZACIÓN DEL PORCENTAJE DE O<sub>2</sub> Y CO<sub>2</sub>.

Los datos representados en la siguiente tabla corresponden a la medida de oxígeno y dióxido de carbono antes de la inertización en los depósitos durante nueve semanas, asimismo se miden los porcentajes en el ambiente (control).

**Tabla 3: Evolución de la monitorización del % de O<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub> del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	Ambiente		Depósito (IZ)		Depósito (O <sub>2</sub> )		Depósito control	
	% O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>	% O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>	%O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>	%O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>
1	20,3	0,2	20,5	0,2	20,5	0,2	20,5	0,2
2	20,2	0,2	19,7	0,5	20,2	0,2	18,8	0,6
3	20,3	0,0	19,5	0,2	20,0	0,2	18,8	0,5
4	20,0	0,0	19,6	0,0	19,7	0,0	18,1	0,2
5	20,3	-0,1	19,6	-0,1	19,7	0,0	18,2	0,2
6	19,9	-0,1	19,5	0,0	19,6	-0,1	18,0	0,5
7	20,0	0,0	19,7	0,0	19,6	0,0	17,6	0,9
8	19,9	0,0	18,3	0,0	19,4	0,0	17,7	0,6
9	19,7	0,0	19,5	-0,1	19,7	0,0	19,2	0,0

Fuente: Elaboración propia.

No se observan cambios en los porcentajes de oxígeno en el depósito que se está inertizando. Lo máximo que se ha llegado a inertizar este depósito es de un porcentaje del 8% de O<sub>2</sub>. El diseño del depósito, que es sin ninguna abertura y totalmente cerrado, impedía una correcta medición de O<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub>, por lo que esta podría ser la explicación de que no existan diferencias respecto al depósito control.

El depósito en el que está entrando aire (Depósito O<sub>2</sub>) se observa que contiene mayor porcentaje de oxígeno durante todas las semanas del muestreo en comparación con el depósito control.

## 5.2. PARÁMETROS DE CALIDAD.

### 5.2.1. Acidez.

En la Tabla 4 y en la Figura 5 se observan los cambios en el tiempo producidos en la acidez en los depósitos de estudio.

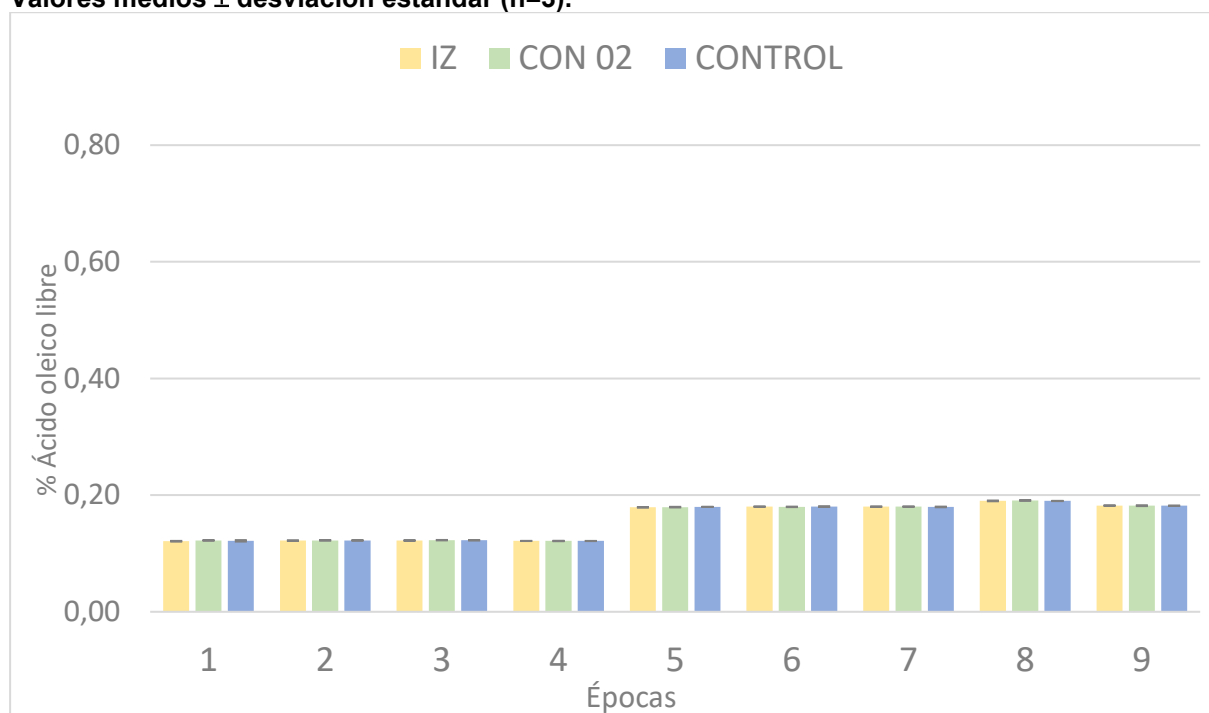
**Tabla 4: Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado.**

ÍNDICE DE ACIDEZ (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	0,12 ± 0,00*	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
2	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
3	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
4	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
5	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00
6	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00
7	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00
8	0,19 ± 0,00	0,19 ± 0,00	0,19 ± 0,00
9	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 4: Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado**  
Valores medios ± desviación estándar (n=3).



Fuente: Elaboración propia

Se observa como a partir de la quinta época hay un leve incremento de la acidez en todos los depósitos. Sin embargo, no se ven diferencias entre tratamientos siendo la media de todos de 0,16 %. Esto puede deberse a los procesos hidrolíticos del aceite sin filtrar que se generan en el depósito al estar almacenados un aceite sin filtrar.

Serrano et al 2019 muestra que los valores de acidez durante el almacenamiento en envases no tuvieron cambios significativos durante 9 meses.

Este parámetro permanece dentro de los valores establecidos para la categoría virgen extra ( $\leq 0.8$ ) y virgen ( $\leq 2.0$ ) durante la duración del ensayo.

### 5.2.2. Índice de peróxidos.

El índice de peróxidos es una medida del contenido en productos primarios de oxidación y por tanto del deterioro por rancidez oxidativa, en este caso, se muestran los resultados obtenidos en este ensayo.

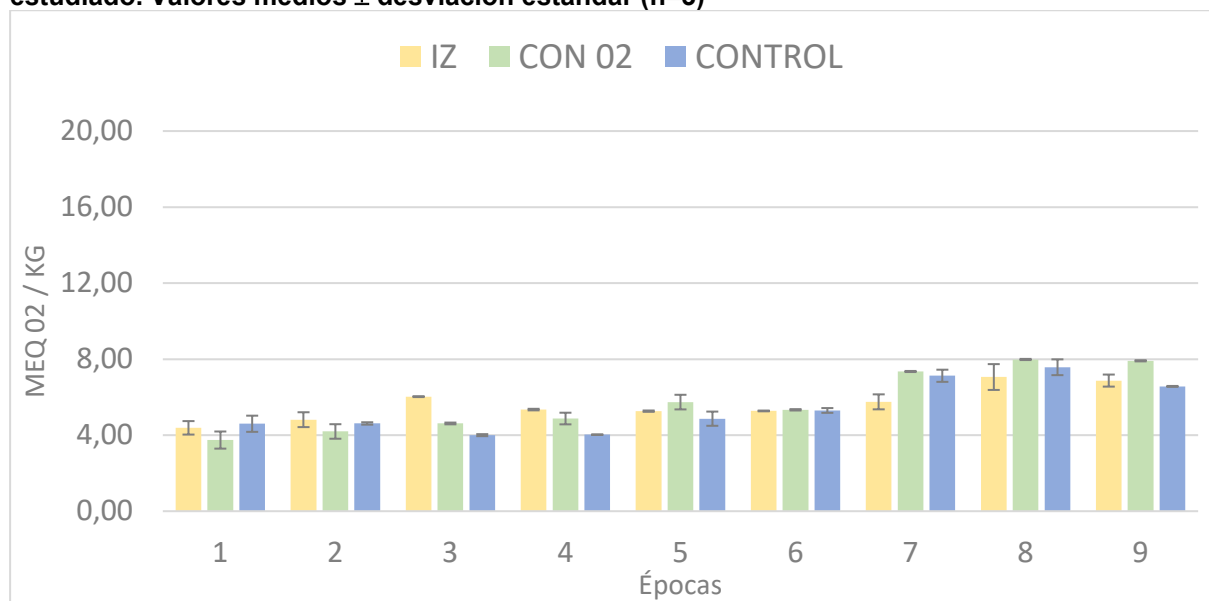
**Tabla 5: Evolución del índice de peróxidos (meq O<sub>2</sub>/kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado.**

ÍNDICE DE PERÓXIDOS (ENSAYO 1)			
Fecha	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	4,39 ± 0,35*	3,74 ± 0,45	4,60 ± 0,43
2	4,81 ± 0,39	4,19 ± 0,38	4,62 ± 0,06
3	6,03 ± 0,02	4,62 ± 0,05	4,00 ± 0,05
4	5,35 ± 0,04	4,87 ± 0,31	4,03 ± 0,00
5	5,26 ± 0,03	5,74 ± 0,38	4,87 ± 0,37
6	5,27 ± 0,02	5,33 ± 0,04	5,30 ± 0,13
7	5,75 ± 0,39	7,35 ± 0,03	7,12 ± 0,32
8	7,06 ± 0,68	7,98 ± 0,03	7,57 ± 0,42
9	6,87 ± 0,32	7,91 ± 0,03	6,56 ± 0,02

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 5: Evolución del índice de peróxidos (meq O<sub>2</sub>/kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3)**



Fuente: Elaboración propia

A partir de la séptima semana se produce un incremento a lo largo del almacenamiento en el índice de peróxidos de 1,25 (IZ), 2,01 (O<sub>2</sub>) y 0,81 (Control) en los tres depósitos estudiados. Se observa el mayor incremento de peróxidos en el depósito con oxígeno, teniendo correlación con los valores obtenidos en la monitorización del oxígeno y del dióxido de carbono. Por otro lado, se observa que el depósito inertizado en comparación con el depósito de control tiene mayor contenido de peróxidos por lo que no se estaría inertizando eficazmente. No se observan diferencias entre los tratamientos, siendo la media de los muestreos para los tratamientos IZ, O<sub>2</sub> y Control de 5,64, 5,75 y 5,41 meq O<sub>2</sub>/Kg de aceite, respectivamente.

Se puede observar como el índice de peróxidos permanece durante todo el ensayo sin sobrepasar los límites establecidos para la categoría virgen extra y virgen, en este caso 20,00 meq O<sub>2</sub> /Kg.

### 5.2.3. Absorbancia en el UV.

- **K<sub>232</sub>**

El K<sub>232</sub> aumenta con el paso del tiempo ya que el aceite se degrada por la acción del oxígeno, se comprueba si el efecto de la inertización es eficaz. A continuación, se muestra los resultados obtenidos durante el almacenamiento.

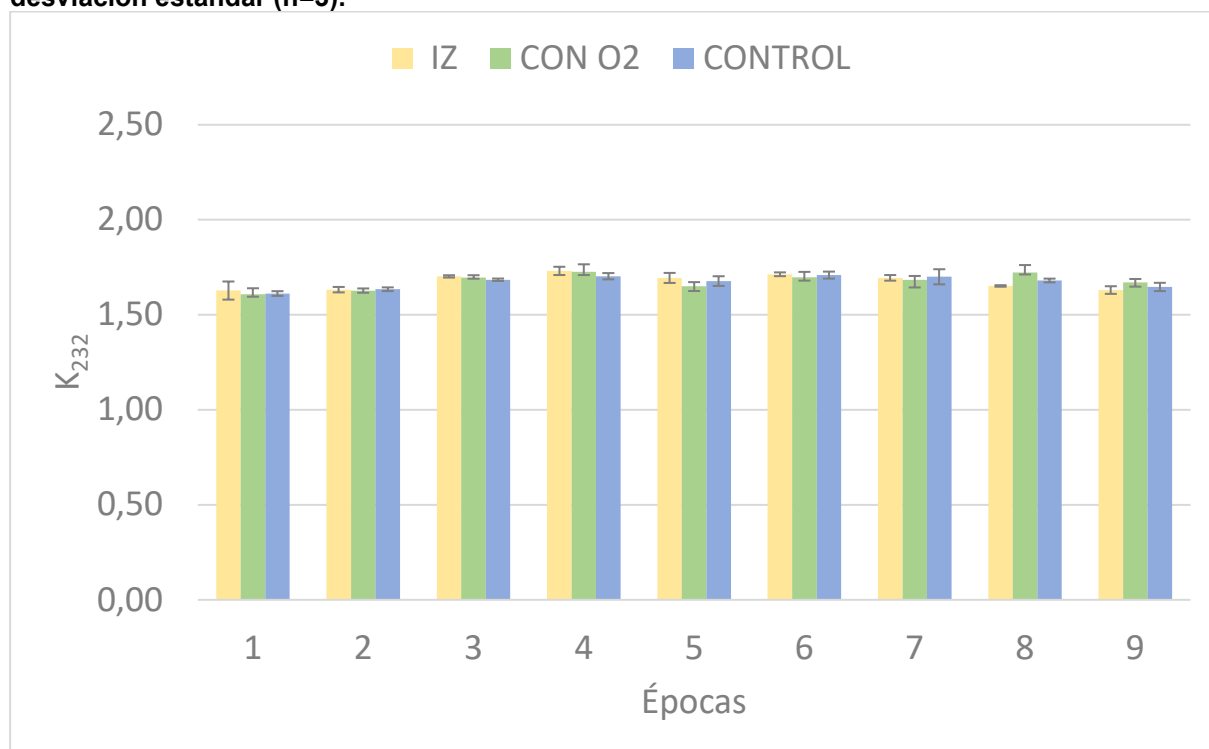
**Tabla 6: Evolución del K<sub>232</sub> del aceite durante el periodo estudiado.**

K232 (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	1,63 ± 0,05*	1,61 ± 0,03	1,61 ± 0,01
2	1,63 ± 0,01	1,63 ± 0,01	1,63 ± 0,01
3	1,70 ± 0,01	1,70 ± 0,01	1,68 ± 0,01
4	1,73 ± 0,02	1,73 ± 0,04	1,70 ± 0,02
5	1,69 ± 0,03	1,65 ± 0,02	1,68 ± 0,03
6	1,71 ± 0,01	1,70 ± 0,03	1,71 ± 0,02
7	1,69 ± 0,01	1,68 ± 0,02	1,70 ± 0,04
8	1,65 ± 0,00	1,72 ± 0,04	1,68 ± 0,01
9	1,63 ± 0,02	1,67 ± 0,02	1,65 ± 0,02

Fuente: Elaboración propia.

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 6: Evolución del K<sub>232</sub> del aceite durante el periodo estudiado .Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia

En este ensayo no se observan diferencias entre los depósitos estudiados. Los valores medios obtenidos para los tres tratamientos es de 1,68.

Se mantienen los valores dentro del límite marcado en la legislación para el aceite de oliva virgen extra ( $\leq 2,50$ ) y para el aceite de oliva virgen ( $\leq 2,60$ ).

- **K<sub>270</sub>**

Se utiliza para detectar presencia de productos de oxidación secundaria.

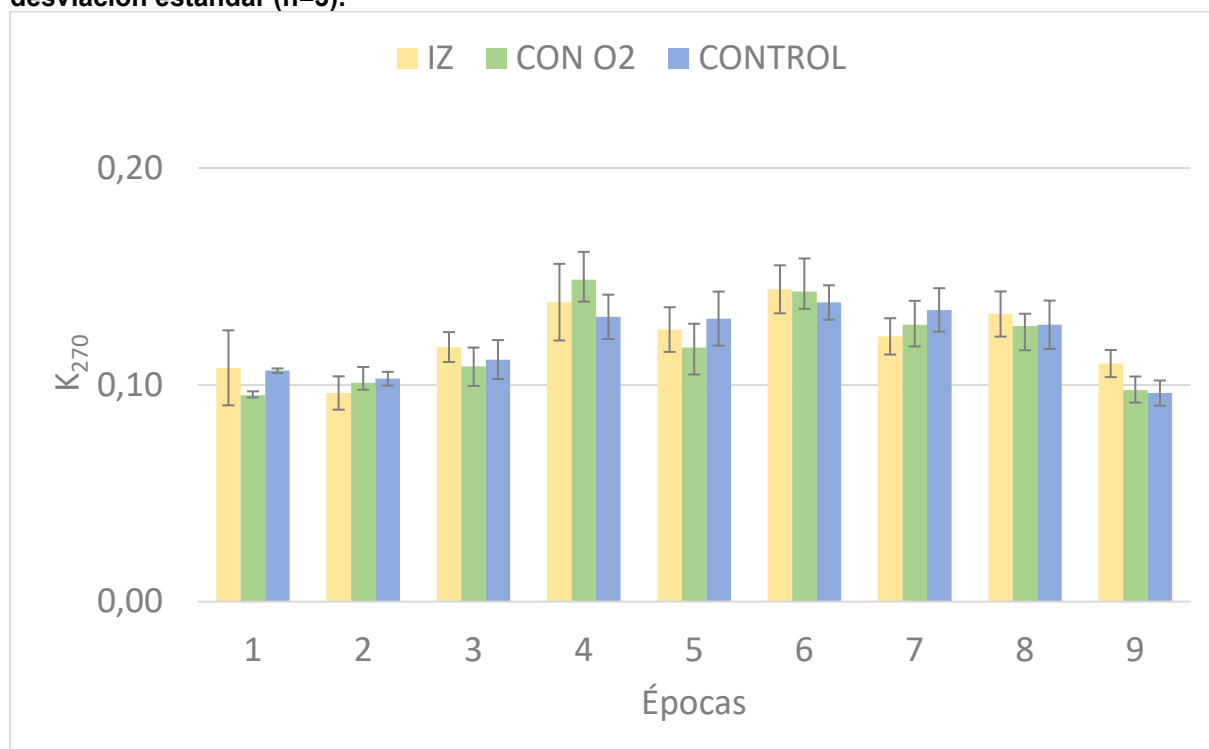
**Tabla 7: Evolución del K<sub>270</sub> del aceite durante el periodo estudiado.**

K270 (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	0,11 ± 0,02*	0,10 ± 0,00	0,11 ± 0,00
2	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0,00
3	0,12 ± 0,01	0,11 ± 0,01	0,11 ± 0,01
4	0,14 ± 0,02	0,15 ± 0,01	0,13 ± 0,01
5	0,13 ± 0,01	0,12 ± 0,01	0,13 ± 0,01
6	0,14 ± 0,01	0,14 ± 0,02	0,14 ± 0,01
7	0,12 ± 0,01	0,13 ± 0,01	0,13 ± 0,01
8	0,13 ± 0,01	0,13 ± 0,01	0,13 ± 0,01
9	0,11 ± 0,01	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0,01

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 7: Evolución del K<sub>270</sub> del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia.

Las oxidaciones secundarias en este caso no aumentan, se observa que en realidad las fluctuaciones son mínimas en los tres tratamientos, la máxima es de 0,14 y la mínima de 0,10, es decir, 0,04 unidades que prácticamente son la desviación estándar. En este ensayo no se observan diferencias entre los depósitos estudiados. Los valores medios obtenidos para los tres tratamientos son de 0,12, manteniéndose los valores dentro del límite marcado en la legislación para el aceite de oliva virgen extra ( $\leq 0,22$ ) y para el aceite de oliva virgen ( $\leq 0,25$ ).

### 5.3. PARÁMETROS DE COMPOSICIÓN.

#### 5.3.1. Tocoferoles.

En la Tabla 8 y en la Figura 8 se observan los cambios en el tiempo producidos en el contenido de tocoferoles en los depósitos de estudio.

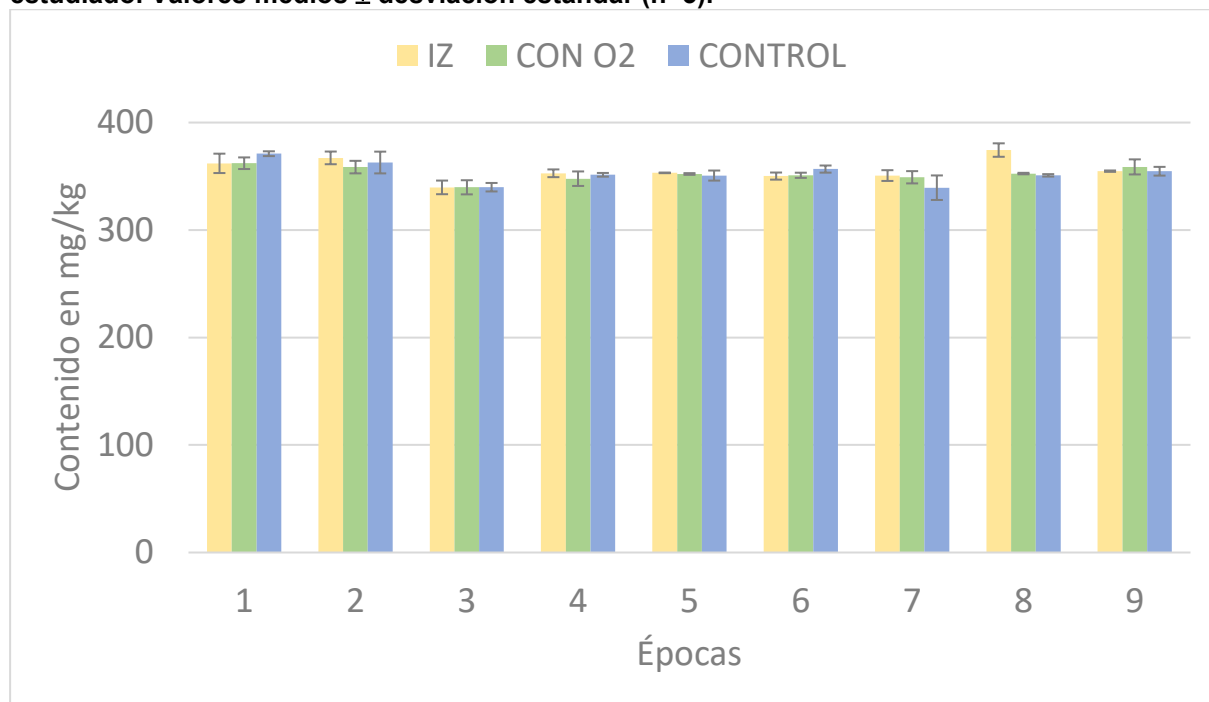
**Tabla 8: Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

TOCOFEROLES (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	362 ± 9*	362 ± 5	371 ± 2
2	367 ± 9	359 ± 6	363 ± 10
3	340 ± 6	340 ± 7	340 ± 4
4	353 ± 4	348 ± 7	351 ± 2
5	353 ± 0	352 ± 1	351 ± 5
6	350 ± 3	351 ± 2	357 ± 3
7	351 ± 5	349 ± 6	339 ± 11
8	374 ± 6	353 ± 1	351 ± 1
9	355 ± 1	359 ± 7	355 ± 4

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 8: Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia



Se observa que el contenido de tocoferoles se mantiene constante a lo largo del periodo estudiado, no habiendo diferencias entre los distintos tratamientos. Las medias obtenidas son 356, 352 y 353 mg/kg en los depósitos correspondientes al IZ, O<sub>2</sub> y Control. Hay que tener en cuenta que el contenido de tocoferoles en este estudio son superiores a la concentración requerida para el cumplimiento de la alegación nutricional sobre vitamina E (120 mg/kg) (Reglamento ejecución 432/2012).

### 5.3.2. PIGMENTOS.

- Clorofilas

En la Tabla 9 y en la Figura 9 se observan los cambios en el tiempo producidos en el contenido de clorofilas en los depósitos de estudio.

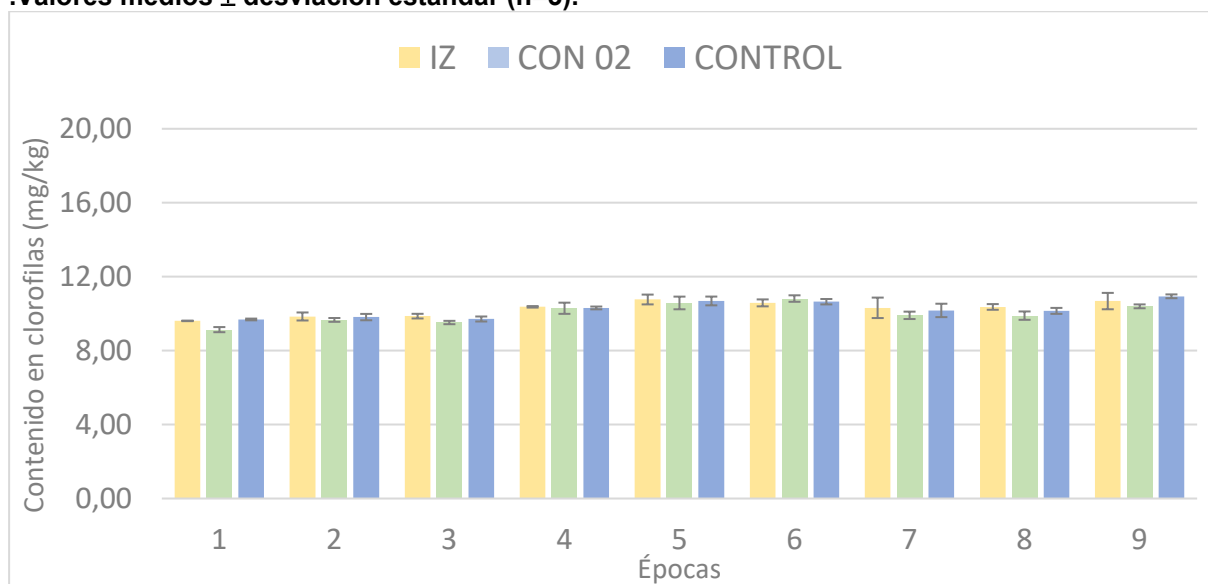
**Tabla 9: Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

CONTENIDO EN CLOROFILAS (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	9,61 ± 0,01*	9,14 ± 0,14	9,69 ± 0,05
2	9,85 ± 0,22	9,66 ± 0,10	9,81 ± 0,17
3	9,87 ± 0,13	9,52 ± 0,09	9,71 ± 0,14
4	10,37 ± 0,04	10,29 ± 0,30	10,31 ± 0,08
5	10,77 ± 0,27	10,58 ± 0,34	10,69 ± 0,24
6	10,58 ± 0,19	10,82 ± 0,18	10,65 ± 0,15
7	10,32 ± 0,55	9,91 ± 0,20	10,17 ± 0,36
8	10,36 ± 0,15	9,89 ± 0,23	10,15 ± 0,16
9	10,68 ± 0,44	10,40 ± 0,10	10,94 ± 0,10

Fuente: Elaboración propia.

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 9: Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado .Valores medios  $\pm$  desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia.

Los pigmentos son responsables del color y están también involucrados en mecanismos de auto-oxidación y foto-oxidación. En este caso, no se observan diferencias entre tratamientos. Las medias para este parámetro obtenidas en los distintos tratamientos " IZ", "O<sub>2</sub>" y "Control" son, respectivamente, de 10,27, 10,02 y 10,24 mg/kg de aceite de oliva. Los pigmentos no se ven influenciados en el estudio, ya que las condiciones de almacenamiento han sido en oscuridad y temperatura constante.

- **Carotenos.**

En la Tabla 10 y en la Figura 10 se observan los cambios en el tiempo producidos en la acidez en los depósitos de estudio.

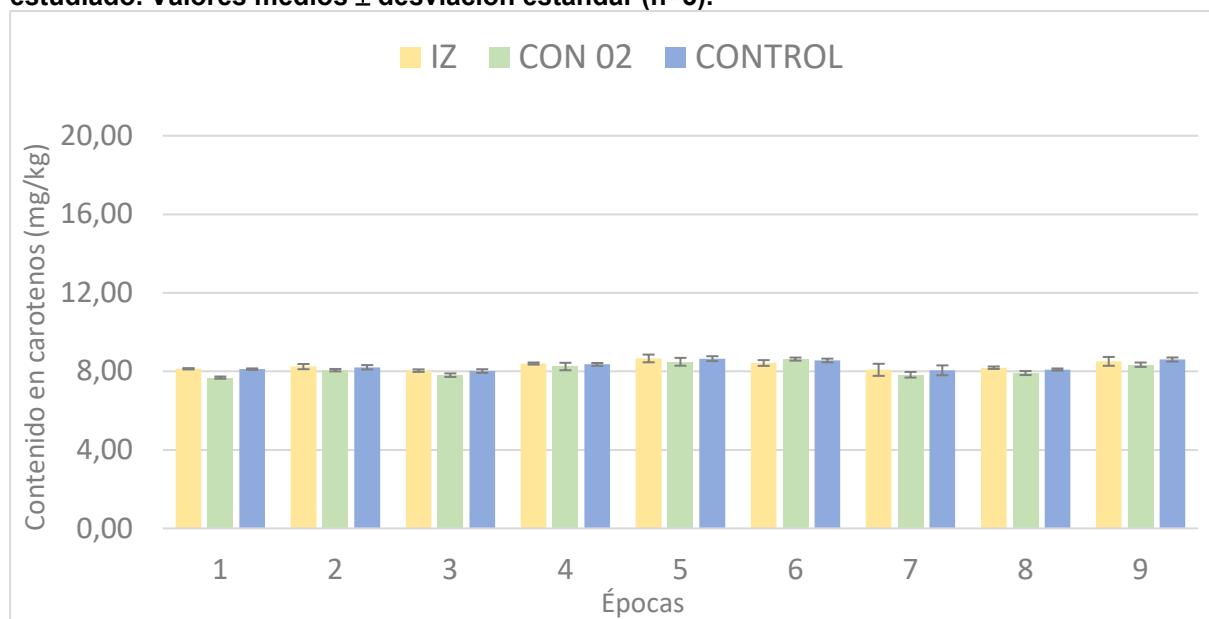
**Tabla 10: Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

CONTENIDO EN CAROTENOS (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	8,13 ± 0,03*	7,68 ± 0,06	8,11 ± 0,04
2	8,24 ± 0,13	8,06 ± 0,06	8,21 ± 0,11
3	8,04 ± 0,06	7,80 ± 0,09	8,01 ± 0,09
4	8,40 ± 0,05	8,25 ± 0,19	8,35 ± 0,07
5	8,66 ± 0,20	8,49 ± 0,20	8,65 ± 0,12
6	8,42 ± 0,15	8,62 ± 0,08	8,55 ± 0,09
7	8,08 ± 0,31	7,83 ± 0,14	8,05 ± 0,25
8	8,19 ± 0,06	7,91 ± 0,10	8,09 ± 0,05
9	8,51 ± 0,23	8,34 ± 0,11	8,60 ± 0,11

Fuente: Elaboración propia.

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 10: Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia.

Al igual que para los pigmentos clorofílicos, no se observan diferencias ya que las medias de los pigmentos carotenoides obtenidos en los distintos tratamientos: "IZ", "O<sub>2</sub>" y "Control" son, respectivamente, de 8,30, 8,11 y 8,29 mg/ kg de aceite de oliva. Por lo tanto, el almacenamiento en oscuridad y temperatura controlada parecen claves en el mantenimiento del contenido en carotenos.

### 5.3.3. Polifenoles totales.

En la Tabla 11 y en la Figura 11 se observan los cambios en el tiempo producidos en el contenido de polifenoles totales en los depósitos de estudio.

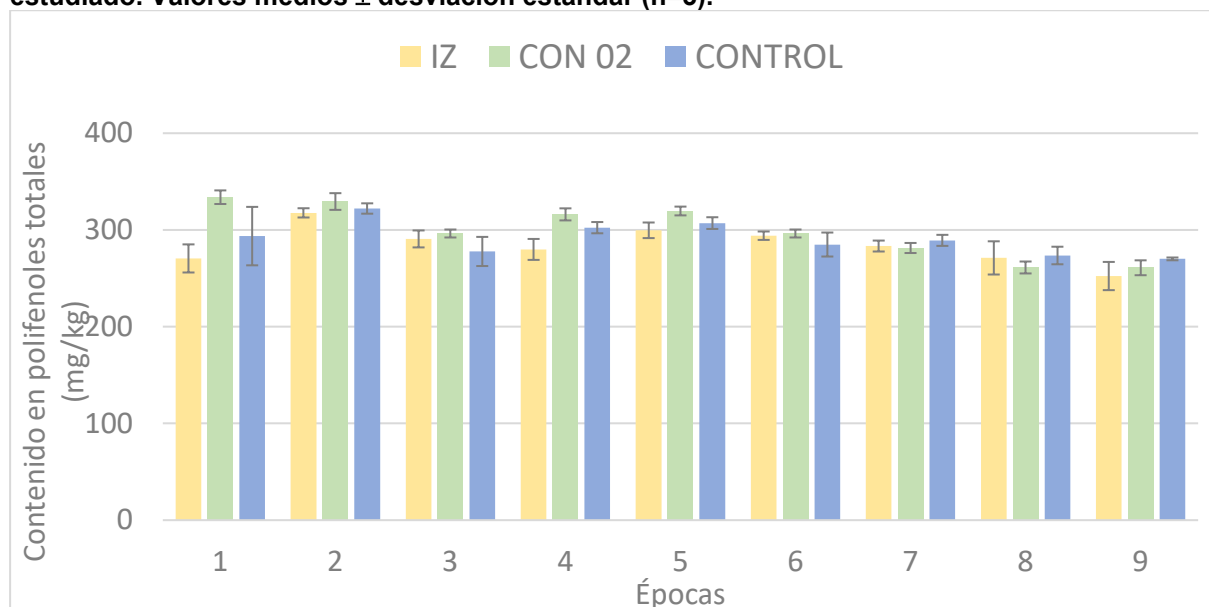
**Tabla 11 Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

POLIFENOLES TOTALES (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
1	271 ± 15*	334 ± 7	294 ± 30
2	318 ± 5	329 ± 9	322 ± 5
3	291 ± 9	296 ± 4	278 ± 25
4	280 ± 11	316 ± 6	302 ± 6
5	300 ± 8	320 ± 5	307 ± 6
6	294 ± 4	296 ± 4	285 ± 12
7	283 ± 6	281 ± 5	289 ± 6
8	271 ± 17	261 ± 6	274 ± 9
9	252 ± 14	261 ± 8	270 ± 1

Fuente: Elaboración propia.

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 11: Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios  $\pm$  desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia.

En general, es un aceite con un nivel medio de fenoles, observándose que a partir de la sexta semana, como consecuencia de la decantación del agua, y dada la hidrosolubilidad de estos compuestos, se produce una tendencia a disminuir. Las medias de los depósitos: "IZ", "O<sub>2</sub>" y "Control" son 284, 299 y 291 mg/kg de aceite, respectivamente, por lo que no hay diferencias entre ellos. Cabe destacar, la reducción del contenido en compuesto fenólicos a lo largo del almacenamiento en el depósito con oxígeno es del 22%.

De acuerdo con Boskou (2006) el contenido de fenoles va disminuyendo a lo largo del período de almacenamiento del aceite, siendo esto relacionado con la extensión de la vida útil del aceite de oliva.

#### 5.4. HUMEDAD.

En la Tabla 12 y en la Figura 12 se observan los cambios en el tiempo producidos el porcentaje de humedad en los depósitos de estudio.

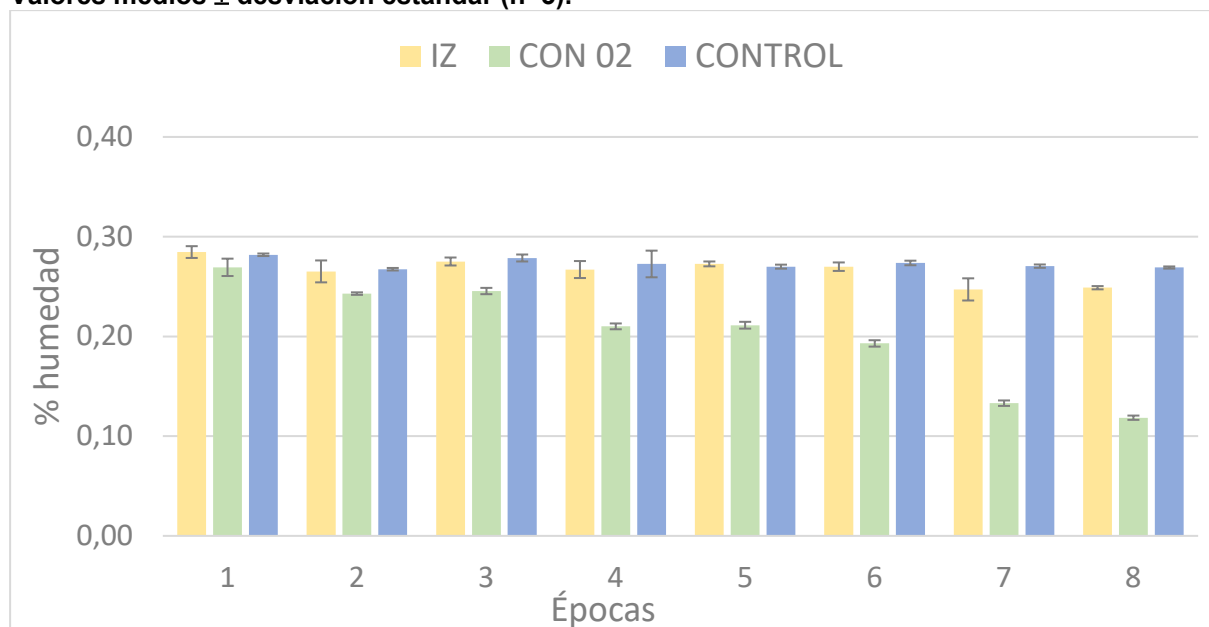
**Tabla 12: Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado.**

PORCENTAJE HUMEDAD (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
2	0,28 ± 0,01*	0,27 ± 0,0,1	0,28 ± 0,00
3	0,27 ± 0,01	0,24 ± 0,00	0,27 ± 0,00
4	0,28 ± 0,00	0,25 ± 0,00	0,28 ± 0,00
5	0,27 ± 0,01	0,21 ± 0,00	0,27 ± 0,01
6	0,27 ± 0,00	0,21 ± 0,00	0,27 ± 0,00
7	0,27 ± 0,00	0,19 ± 0,00	0,27 ± 0,00
8	0,25 ± 0,01	0,13 ± 0,00	0,27 ± 0,00
9	0,25 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,27 ± 0,00

Fuente: Elaboración propia.

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3).

**Figura 12: Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia.

Se observa una tendencia a disminuir la humedad con el tiempo de almacenamiento. El descenso es más acusado en el depósito abierto. El depósito abierto permite una mejor transferencia de temperatura y oxígeno respecto al ambiente, lo que puede

explicar una aceleración de la decantación de acuerdo a los resultados obtenidos por Gila en la tesis doctoral de 2017. Como se muestra en la figura X, la diferencia de turbidez de el aceite en los distintos tratamientos.

**Figura 13: Diferencia turbidez en los distintos tratamientos.**



Fuente: Elaboración propia.

## 5.5. IMPUREZAS.

A continuación, se muestra el contenido en impurezas de los depósitos correspondientes a este ensayo.

**Tabla 13: Evolución del porcentaje de impurezas del aceite durante el periodo estudiado.**

PORCENTAJE IMPUREZAS (ENSAYO 1)			
Épocas	Depósito (IZ)	Depósito (O <sub>2</sub> )	Depósito control
2	< 0	< 0	< 0
3	< 0	< 0	< 0
4	< 0	< 0	< 0
5	< 0	< 0	< 0
6	< 0	< 0	< 0
7	< 0	< 0	< 0
8	< 0	< 0	< 0
9	0,04 ± 0,00*	0,03 ± 0,00	0,05 ± 0,00

Fuente: Elaboración propia.

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

No se han detectado contenido en impurezas en los aceites estudiados hasta la última época. La fermentación de las impurezas decantadas podría desencadenar reacciones de fermentación al aceite y por tanto la aparición del defecto sensorial denominado "borras". Según el Reglamento COI/T.15/NC N° 3/Rev.15 de noviembre de 2019 los valores permanecen dentro los límites permitidos para la comercialización del aceite de oliva virgen ( $\leq 0,1$ ).



## 6. RESULTADOS ENSAYO 2: INERTIZADO POR BAZUQUEO.

### 6.1. MONITORIZACIÓN DEL PORCENTAJE DE O<sub>2</sub> Y CO<sub>2</sub>.

A continuación, se presentan los porcentajes contenidos en los depósitos para el ensayo 2.

**Tabla 14: Evolución de la monitorización del % de O<sub>2</sub> y CO<sub>2</sub> del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO						SIN INERTIZAR			
	Ambiente		Filtrado		Sin filtrar		Filtrado		Sin filtrar	
	% O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>	% O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>	%O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>	%O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>	%O <sub>2</sub>	%CO <sub>2</sub>
1	20,3	0,2	20,5	0,2	20,5	0,2	20,5	0,2	20,5	0,2
2	20,2	0,2	20,2	0,2	7,2	0,8	20,2	0,2	20,2	0,3
3	20,3	0,0	15,7	0,6	6,7	0,5	19,6	0,3	20,0	0,3
4	20,0	0,0	17,8	0,2	6,1	0,4	19,7	0,0	19,4	0,0
5	20,3	-0,1	8,3	-0,1	2,0	0,7	19,7	0,0	19,5	0,0
6	19,9	-0,1	9,8	0,7	6,5	0,4	19,6	0,0	19,3	0,1
7	20,0	0,0	9,4	0,2	2,9	0,8	19,4	0,2	18,9	0,5
8	19,9	0,0	7,9	0,7	0,3	0,8	18,5	0,3	18,4	0,4
9	19,7	0,0	12,4	0,6	1,4	0,8	19,2	0,0	18,9	0,3

Fuente: Elaboración propia

La introducción de nitrógeno en los depósitos produjo unos niveles de -0,1 %O<sub>2</sub> y 0,0 %CO<sub>2</sub>.

Asimismo, los resultados mostrados en la Tabla 14 indican que el depósito inertizado sin filtrar mantuvo los niveles de oxígeno menores, ya que su porcentaje de oxígeno disminuye con el tiempo. Por otro lado, los depósitos sin inertizar contienen aproximadamente el mismo porcentaje de oxígeno y de dióxido de carbono.

## 6.2. PARÁMETROS DE CALIDAD.

### 6.2.1. Acidez.

En la Tabla 15 y en la Figura 14 se observan los cambios en el tiempo producidos en la acidez en los depósitos de estudio.

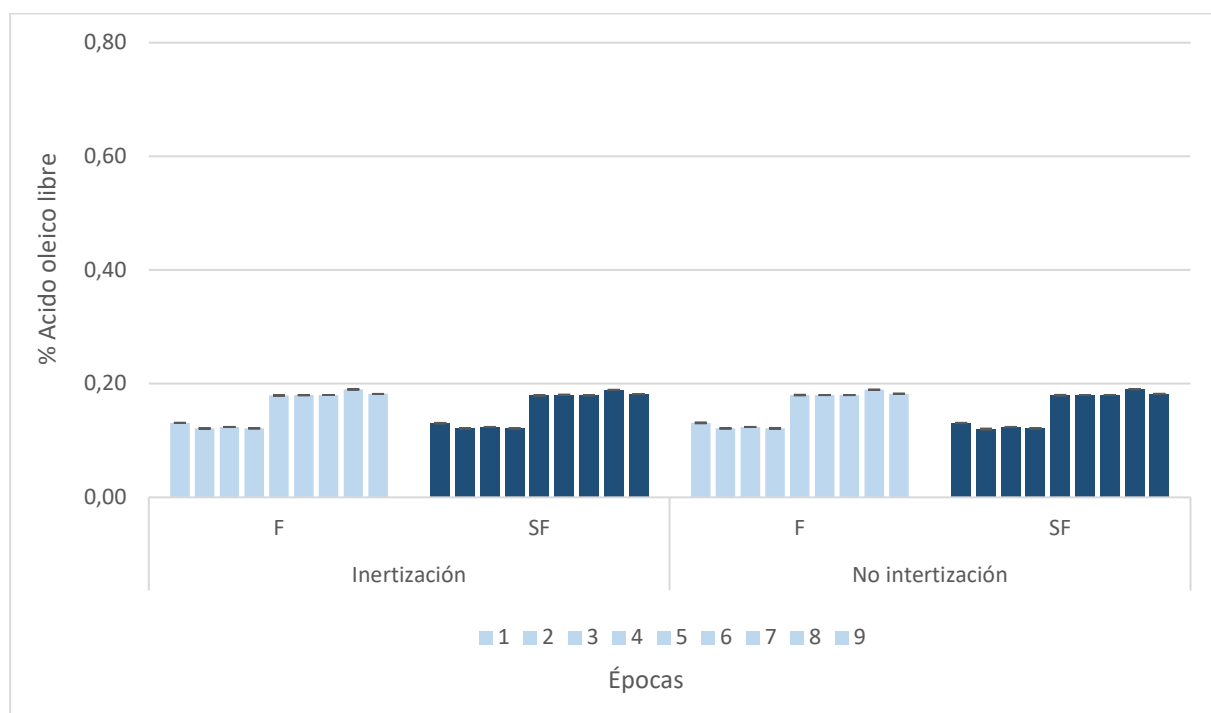
**Tabla 15: Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	0,13 ± 0,00*	0,13 ± 0,00	0,13 ± 0,00	0,13 ± 0,00
2	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
3	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
4	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00	0,12 ± 0,00
5	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00
6	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00
7	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00
8	0,19 ± 0,00	0,19 ± 0,00	0,19 ± 0,00	0,19 ± 0,00
9	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00	0,18 ± 0,00

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 14: Evolución de la acidez (% de ácido oleico) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia.

La acidez se mantiene constante las cuatro primeras semanas, a partir de la quinta semana se produce un incremento en la acidez por la hidrólisis de triglicéridos. Sin embargo, no se producen diferencias entre las distintas condiciones en los tratamientos, tanto en filtración como en inertización siendo la media de todos los depósitos de 0,16%, además se mantienen los valores por debajo de los límites establecidos para el aceite de oliva virgen ( $\leq 2.0$  % ácido oleico).

### 6.2.2. Índice de peróxidos.

A continuación, se presentan los cambios producidos en el índice de peróxidos.

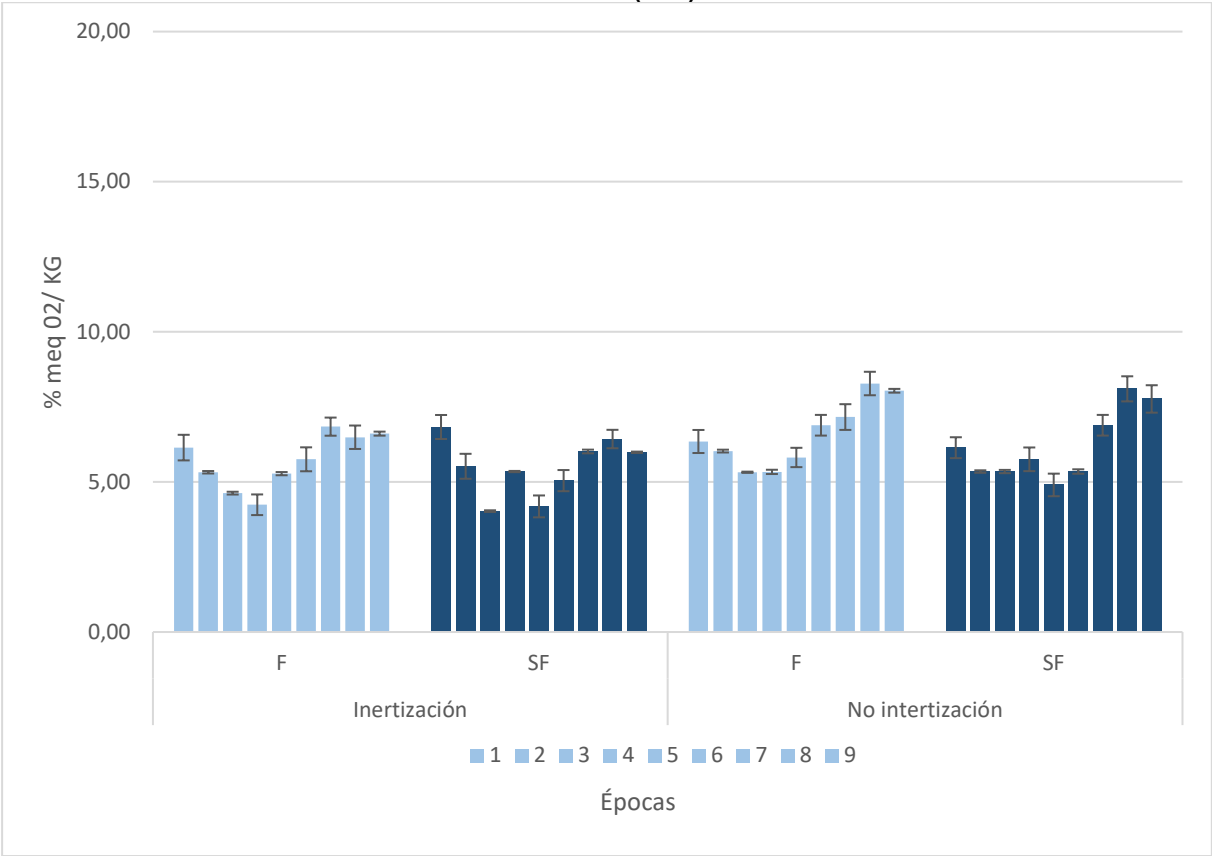
**Tabla 16: Evolución del índice de peróxidos (meq O<sub>2</sub>/kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	6,14 ± 0,43*	6,83 ± 0,40	6,35 ± 0,38	6,14 ± 0,35
2	5,32 ± 0,04	5,52 ± 0,42	6,03 ± 0,05	5,35 ± 0,04
3	4,63 ± 0,05	4,03 ± 0,03	5,32 ± 0,02	5,35 ± 0,05
4	4,24 ± 0,34	5,35 ± 0,02	5,33 ± 0,07	5,75 ± 0,39
5	5,28 ± 0,05	4,18 ± 0,36	5,81 ± 0,32	4,90 ± 0,38
6	5,75 ± 0,40	5,04 ± 0,35	6,89 ± 0,34	5,35 ± 0,07
7	6,84 ± 0,30	6,01 ± 0,06	7,16 ± 0,43	6,89 ± 0,34
8	6,49 ± 0,39	6,43 ± 0,31	8,28 ± 0,39	8,10 ± 0,42
9	6,61 ± 0,07	5,99 ± 0,02	8,04 ± 0,06	7,76 ± 0,46

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 15: Evolución del índice de peróxidos (meq O<sub>2</sub>/kg aceite) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia

En este ensayo, se observa en la figura X como los depósitos inertizados tienen menor contenido de peróxidos, en concreto el depósito de aceite sin filtrar e inertizado. Los datos dados en la monitorización de oxígeno en los depósitos ya mostraban como el depósito de aceite sin filtrar esta inertizado, siendo contrastado por estos valores.

La media obtenida durante estos muestreos es de 5,70, 5,49, 6,58 y 6,18 % meq O<sub>2</sub>/Kg respectivamente al F(I), SF(I), F(SI) y SF(SI).

Se puede observar como el índice de peróxidos permanece durante todo el ensayo sin sobrepasar los límites establecidos para la categoría virgen extra y virgen, en este caso 20,00 meq O<sub>2</sub> /Kg.

### 6.2.3. Absorbancia en el UV.

- $K_{232}$

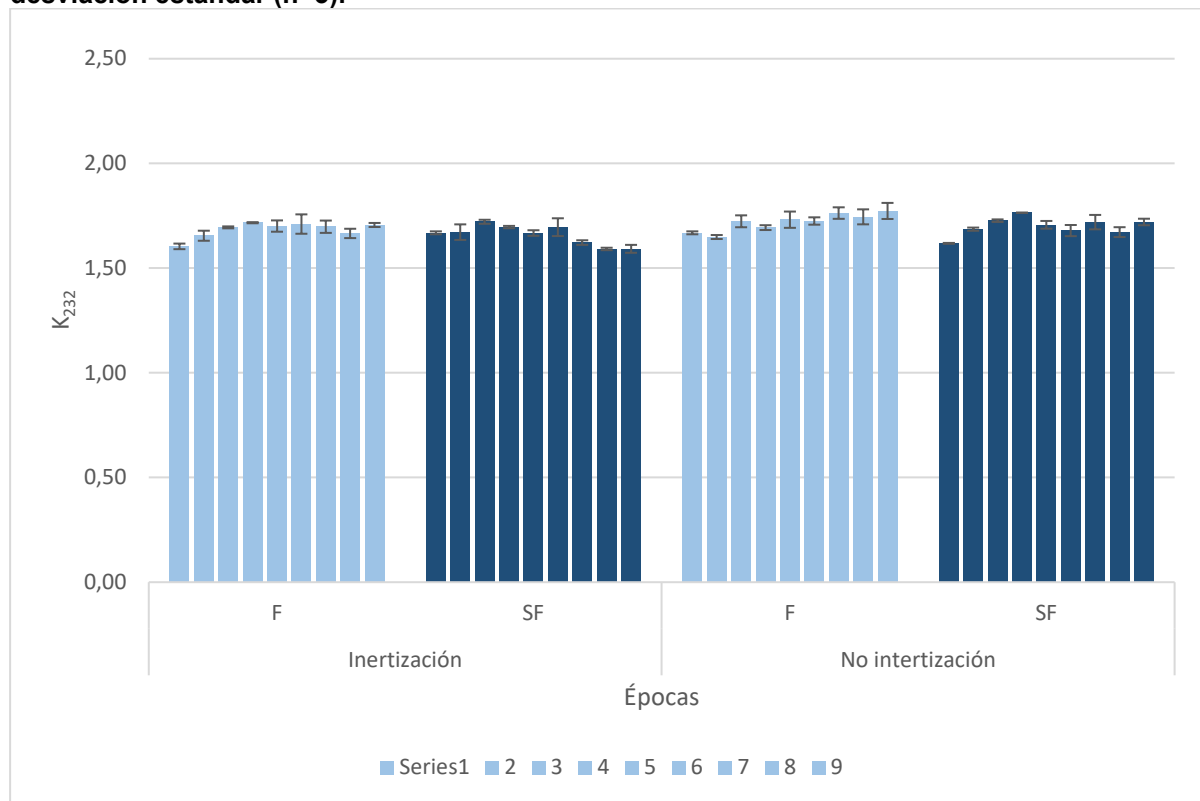
Tabla 17: Evolución del  $K_{232}$  del aceite durante el periodo estudiado.

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	1,60 ± 0,01*	1,67 ± 0,01	1,67 ± 0,01	1,62 ± 0,00
2	1,65 ± 0,02	1,67 ± 0,04	1,65 ± 0,01	1,69 ± 0,01
3	1,69 ± 0,00	1,72 ± 0,01	1,72 ± 0,03	1,73 ± 0,01
4	1,72 ± 0,01	1,70 ± 0,01	1,69 ± 0,01	1,76 ± 0,00
5	1,70 ± 0,03	1,67 ± 0,01	1,73 ± 0,04	1,71 ± 0,02
6	1,71 ± 0,05	1,70 ± 0,04	1,73 ± 0,02	1,68 ± 0,03
7	1,70 ± 0,03	1,62 ± 0,01	1,76 ± 0,03	1,72 ± 0,03
8	1,67 ± 0,02	1,59 ± 0,01	1,74 ± 0,04	1,67 ± 0,02
9	1,71 ± 0,01	1,59 ± 0,02	1,77 ± 0,04	1,72 ± 0,02

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

Figura 16: Evolución del  $K_{232}$  del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).



Fuente: Elaboración propia

En este ensayo se observa que el aceite sin filtrar y sin inertizar mantiene el contenido de  $K_{232}$ , observando que la inertización mantiene los valores mientras que en los depósitos no inertizados los valores van aumentando con el tiempo. Los valores para este parámetro no superan los límites permitidos para un aceite de oliva virgen extra ( $\leq 2,5$ ) y virgen ( $\leq 2,6$ ). Sin embargo, las diferencias son mínimas ya que las medias son 1,68, 1,66, 1,72 y 1,70 respectivamente, siendo las variaciones consecuencia de la desviación estándar producida por errores al analizar.

- **$K_{270}$ .**

A continuación en la Tabla 18 y Figura 18 se observan los cambios producidos durante el tiempo de estudio de los distintos tratamientos.

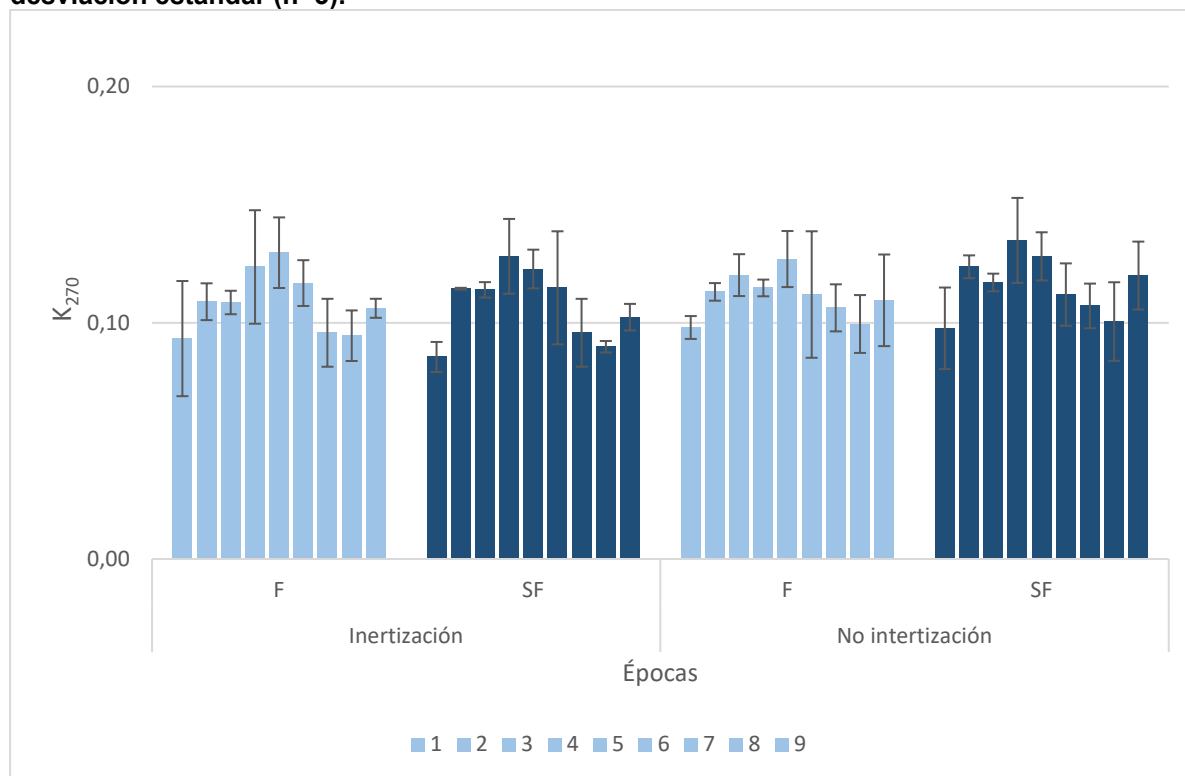
**Tabla 18: Evolución del  $K_{270}$  del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	0,09 ± 0,02*	0,09 ± 0,01	0,10 ± 0,00	0,10 ± 0,02
2	0,11 ± 0,01	0,11 ± 0,00	0,11 ± 0,00	0,12 ± 0,00
3	0,11 ± 0,00	0,11 ± 0,00	0,12 ± 0,01	0,12 ± 0,00
4	0,12 ± 0,02	0,13 ± 0,02	0,11 ± 0,00	0,13 ± 0,02
5	0,13 ± 0,01	0,12 ± 0,01	0,13 ± 0,01	0,13 ± 0,01
6	0,12 ± 0,01	0,11 ± 0,02	0,11 ± 0,03	0,11 ± 0,01
7	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0,01	0,11 ± 0,01	0,11 ± 0,01
8	0,09 ± 0,01	0,09 ± 0,00	0,10 ± 0,01	0,10 ± 0,02
9	0,11 ± 0,00	0,10 ± 0,01	0,11 ± 0,02	0,12 ± 0,01

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 17: Evolución del  $K_{270}$  del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios  $\pm$  desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia

El tratamiento de inertización mantiene valores más bajos del  $K_{270}$  en comparación con el sin inertizar. Se observa una ligera tendencia a incrementarse en la cuarta época y se han mantenido en valores relativamente bajos hasta el último muestreo por lo que se muestra como están aumentando las reacciones secundarias de oxidación. La media de todos los tratamientos oscila entre 0,11 y 0,12 por lo que no hay diferencias. Los datos se mantienen por debajo de los valores permitidos en la legislación para el aceite de oliva virgen extra ( $\leq 0,22$ ) y para el aceite de oliva virgen ( $\leq 0,25$ ).

### 6.3. PARÁMETROS DE COMPOSICIÓN.

#### 6.3.1. Tocoferoles.

A continuación en la Tabla 19 y Figura 19 se observan los cambios producidos durante el tiempo de estudio de los distintos tratamientos.

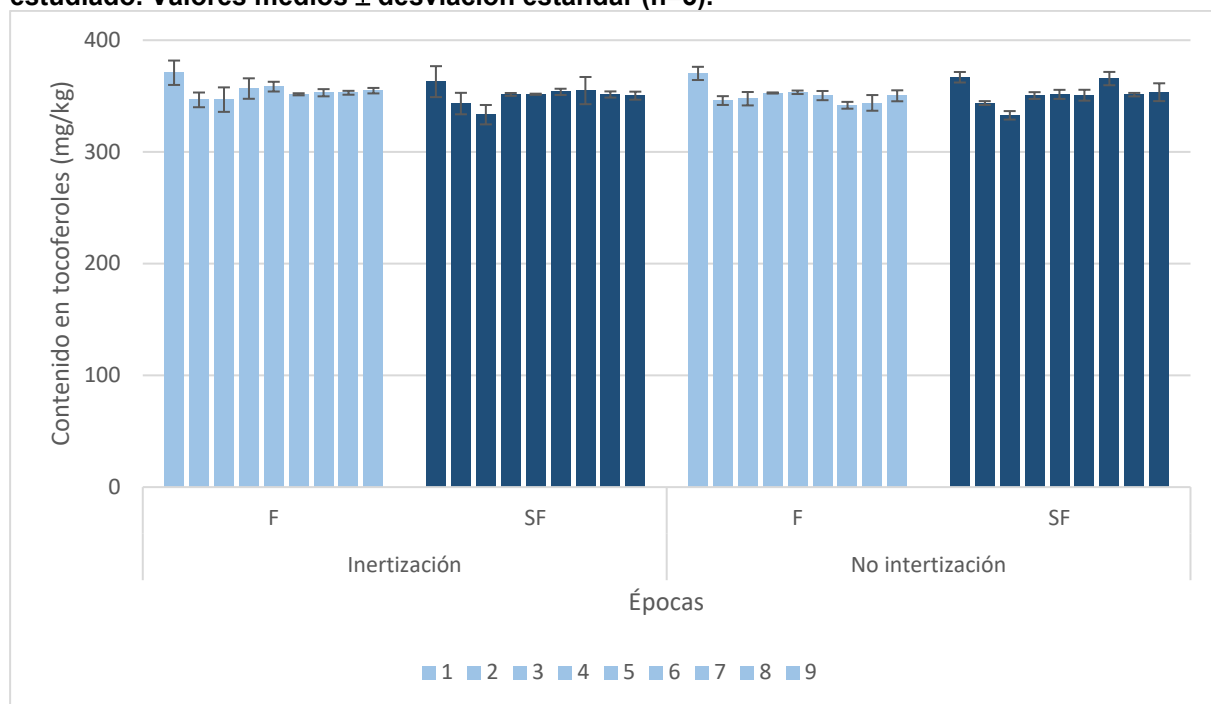
**Tabla 19: Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	371 ± 11*	363 ± 14	370 ± 6	367 ± 5
2	347 ± 7	343 ± 10	346 ± 4	344 ± 2
3	347 ± 11	333 ± 9	348 ± 6	333 ± 4
4	357 ± 9	351 ± 1	353 ± 1	350 ± 3
5	358 ± 4	352 ± 1	353 ± 2	352 ± 4
6	352 ± 1	354 ± 3	350 ± 4	351 ± 5
7	353 ± 3	355 ± 12	342 ± 3	366 ± 5
8	353 ± 2	351 ± 3	344 ± 7	351 ± 2
9	355 ± 2	350 ± 4	350 ± 5	353 ± 8

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 18: Evolución del contenido en tocoferoles (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia



Tal como se observa en la figura X, no se existen diferencias entre tratamientos, ya que los valores se mantienen en el tiempo. El valor medio obtenido es de 350 mg/kg.. En nuestro caso, trascurrido los cuatro meses de almacenamiento no se han podido observar diferencias. El contenido de tocoferoles es superior a la concentración requerida para el cumplimiento de la alegación nutricional sobre vitamina E (120 mg/kg).

### 6.3.2. Pigmentos.

- **Clorofilas**

A continuación en la Tabla 20 y Figura 20 se observan los cambios en el contenido de clorofilas producidos durante el tiempo de estudio de los distintos tratamientos.

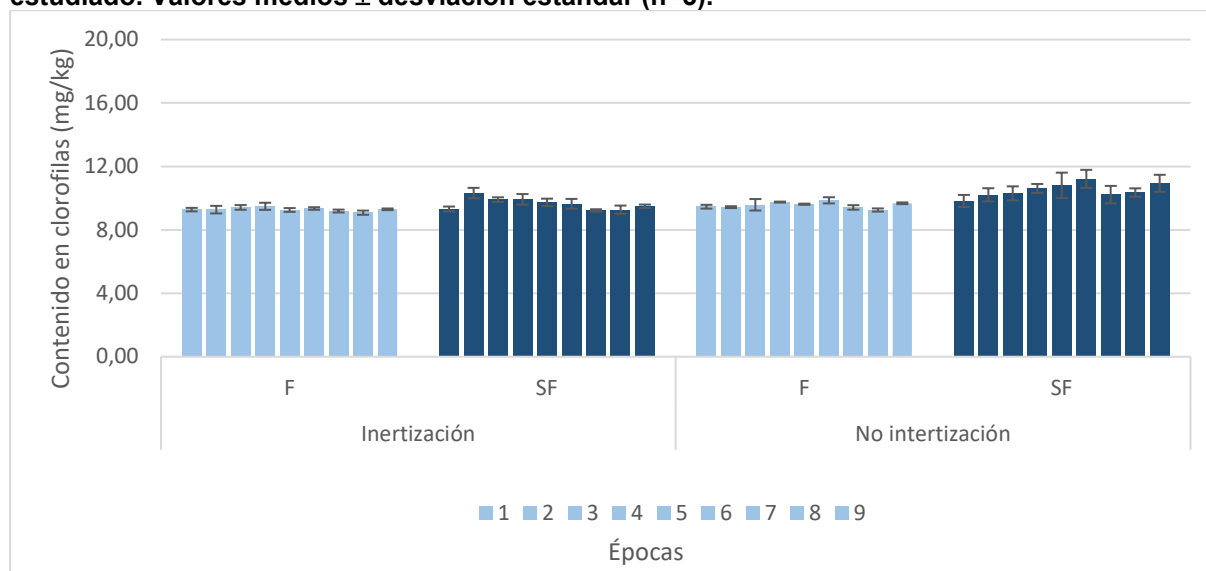
**Tabla 20: Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	9,28 ± 0,11*	9,32 ± 0,15	9,46 ± 0,12	9,82 ± 0,38
2	9,27 ± 0,24	10,32 ± 0,33	9,43 ± 0,06	10,21 ± 0,42
3	9,42 ± 0,15	9,91 ± 0,15	9,58 ± 0,36	10,30 ± 0,44
4	9,49 ± 0,22	9,93 ± 0,33	9,75 ± 0,03	10,61 ± 0,28
5	9,25 ± 0,12	9,73 ± 0,24	9,62 ± 0,04	10,81 ± 0,80
6	9,35 ± 0,08	9,64 ± 0,31	9,86 ± 0,19	11,22 ± 0,57
7	9,19 ± 0,09	9,23 ± 0,07	9,41 ± 0,14	10,22 ± 0,55
8	9,08 ± 0,13	9,27 ± 0,26	9,25 ± 0,10	10,35 ± 0,26
9	9,30 ± 0,05	9,49 ± 0,11	9,68 ± 0,05	10,94 ± 0,54

Fuente: Elaboración propia.

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 19: Evolución del contenido en clorofilas (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios  $\pm$  desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia

Se puede observar en la tabla 19 que no existen diferencias entre tratamientos. La concentración media de clorofilas para los aceites filtrados (I,SI) es 9,40 mg/kg y para el aceite SF(I) es de 9,65 mg/kg y para el SF(SI) es de 10.50 mg/kg.

En este caso, la ausencia de oxígeno y la temperatura controlada han mantenido los niveles del contenido en pigmentos clorofílicos sean constantes hasta el final del ensayo.

- **Carotenos**

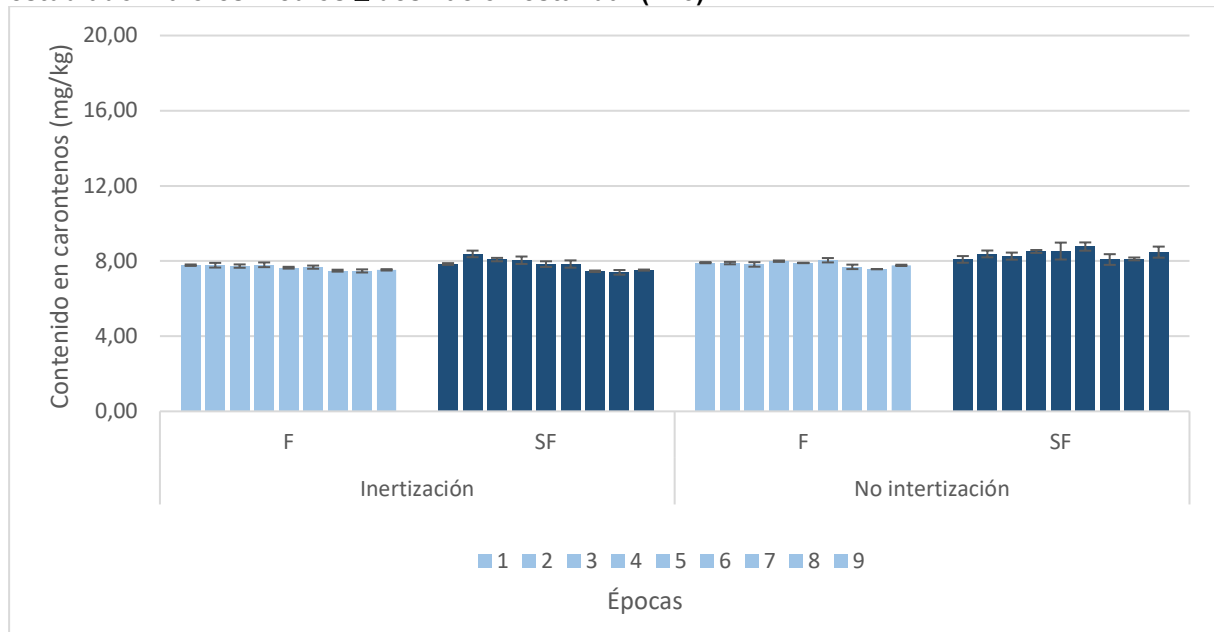
**Tabla 21: Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	7,78 $\pm$ 0,04*	7,84 $\pm$ 0,05	7,91 $\pm$ 0,03	8,09 $\pm$ 0,18
2	7,78 $\pm$ 0,12	8,38 $\pm$ 0,17	7,89 $\pm$ 0,06	8,38 $\pm$ 0,18
3	7,73 $\pm$ 0,09	8,08 $\pm$ 0,09	7,82 $\pm$ 0,12	8,26 $\pm$ 0,19
4	7,80 $\pm$ 0,12	8,04 $\pm$ 0,20	7,99 $\pm$ 0,04	8,51 $\pm$ 0,08
5	7,64 $\pm$ 0,05	7,84 $\pm$ 0,15	7,90 $\pm$ 0,01	8,53 $\pm$ 0,45
6	7,67 $\pm$ 0,08	7,84 $\pm$ 0,19	8,04 $\pm$ 0,12	8,77 $\pm$ 0,22
7	7,49 $\pm$ 0,05	7,45 $\pm$ 0,04	7,69 $\pm$ 0,12	8,08 $\pm$ 0,29
8	7,47 $\pm$ 0,08	7,40 $\pm$ 0,12	7,57 $\pm$ 0,01	8,11 $\pm$ 0,08
9	7,53 $\pm$ 0,04	7,52 $\pm$ 0,03	7,77 $\pm$ 0,03	8,47 $\pm$ 0,30

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio  $\pm$  desviación estándar (n=3)

**Figura 20: Evolución del contenido en carotenos (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios  $\pm$  desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia

Las medias obtenidas para el aceite filtrado son de 7,75 mg/kg de aceite y para el aceite sin filtrar se obtiene una media de 7,82 mg/kg para el depósito inertizado y 8,36 mg/kg de aceite para el depósito sin inertizar. Hay que tener en cuenta que no hay diferencias entre dichos valores, manteniéndose los valores del contenido en carotenos durante el almacenamiento durante 4 meses.

### 6.3.3. Polifenoles totales.

A continuación en la Tabla 22 y Figura 22 se observan los cambios producidos en el contenido de polifenoles totales durante el tiempo de estudio de los distintos tratamientos.

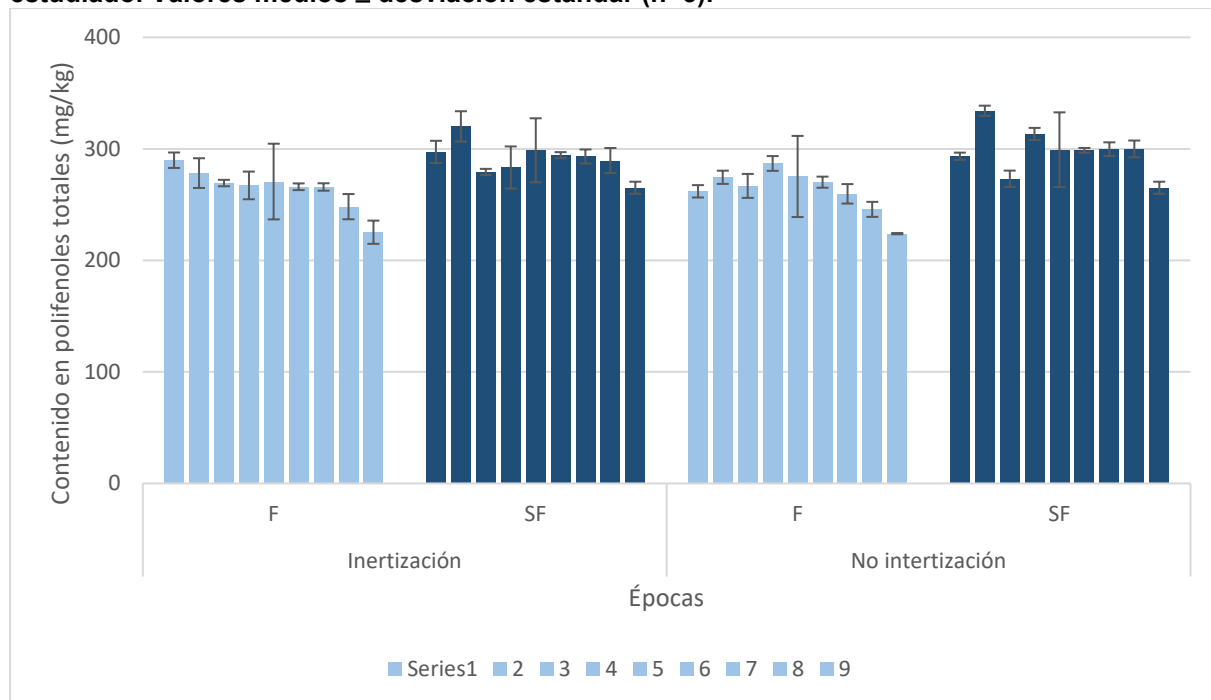
**Tabla 22: Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
1	290 ± 7*	297 ± 10	262 ± 6	293 ± 3
2	278 ± 13	320 ± 14	275 ± 6	334 ± 5
3	269 ± 3	279 ± 3	267 ± 11	273 ± 7
4	267 ± 12	283 ± 19	287 ± 7	313 ± 5
5	271 ± 34	299 ± 29	275 ± 36	299 ± 34
6	266 ± 3	294 ± 3	270 ± 5	299 ± 2
7	266 ± 3	293 ± 6	260 ± 9	300 ± 6
8	248 ± 11	290 ± 11	246 ± 7	300 ± 7
9	225 ± 10	265 ± 5	224 ± 1	265 ± 5

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 21: Evolución del contenido en polifenoles totales (mg/kg) del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios ± desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia

El contenido de polifenoles disminuye con el tiempo independientemente del tratamiento. En el aceite F(I) hay una diferencia entre el valor del primer muestreo al último de 65 mg/kg, el F(SI) es de 38 mg/kg, el SF(I) es de 32 mg/kg y el SF(SI) es de 28 mg/kg. Siendo la media obtenida en el contenido de polifenoles en aceite filtrado es 264 mg/kg y para el aceite sin filtrar se encuentra en 294 mg/kg, estos datos parecen indicar que no afecta la incorporación de nitrógeno. La eliminación del agua en la filtración conlleva la reducción de polifenoles, dada su solubilidad en agua.

#### 6.4. HUMEDAD.

A continuación en la Tabla 23 y Figura 23 se observan los cambios producidos en el porcentaje de humedad durante el tiempo de estudio de los distintos tratamientos.

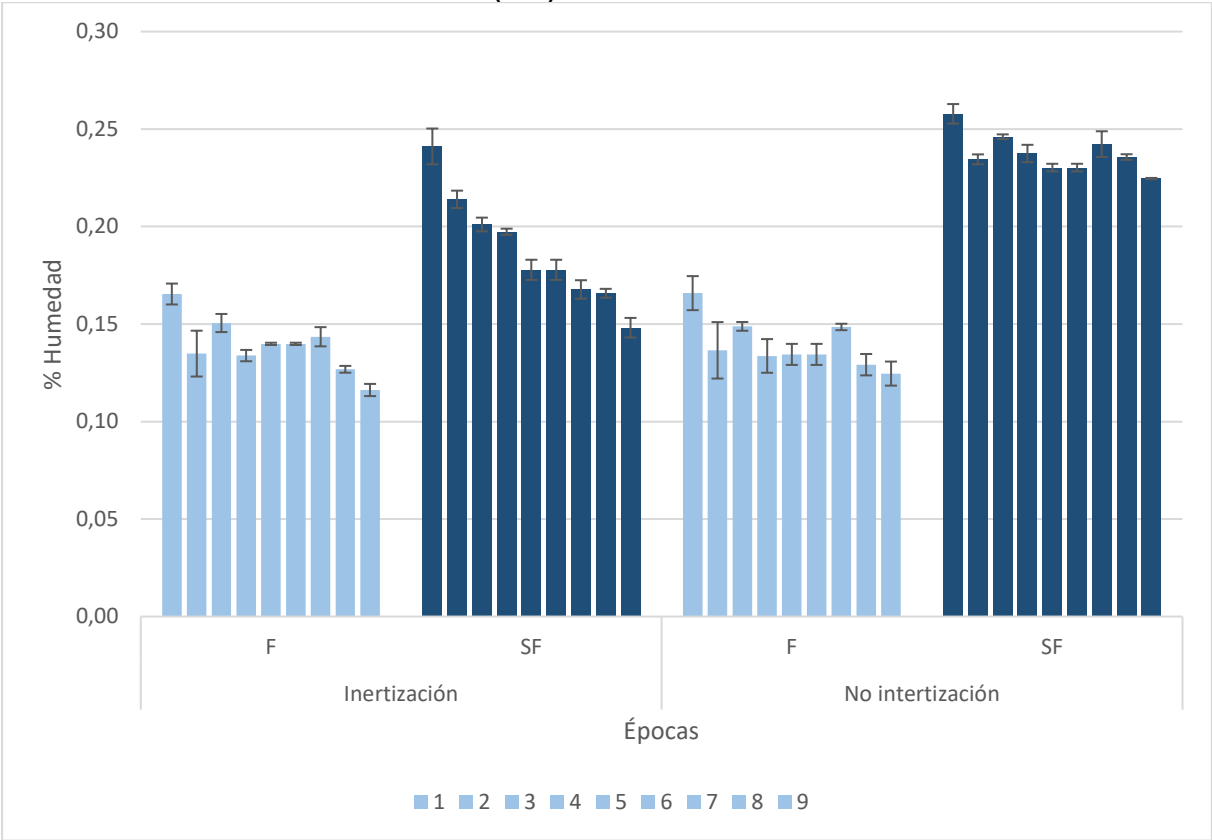
**Tabla 23: Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
2	0,17 ± 0,01*	0,24 ± 0,01	0,17 ± 0,01	0,26 ± 0,01
3	0,13 ± 0,01	0,21 ± 0,01	0,14 ± 0,00	0,23 ± 0,00
4	0,15 ± 0,00	0,20 ± 0,00	0,15 ± 0,00	0,25 ± 0,00
5	0,13 ± 0,00	0,20 ± 0,01	0,13 ± 0,00	0,24 ± 0,00
6	0,14 ± 0,00	0,18 ± 0,01	0,13 ± 0,01	0,23 ± 0,00
7	0,14 ± 0,00	0,17 ± 0,00	0,15 ± 0,00	0,24 ± 0,01
8	0,13 ± 0,00	0,17 ± 0,01	0,13 ± 0,00	0,24 ± 0,00
9	0,12 ± 0,00	0,15 ± 0,01	0,12 ± 0,01	0,22 ± 0,00

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

**Figura 22: Evolución del porcentaje de humedad del aceite durante el periodo estudiado. Valores medios  $\pm$  desviación estándar (n=3).**



Fuente: Elaboración propia

Como cabría esperar, los aceites filtrados presentan unos niveles de humedad más bajos cuya media es de 0,14% y el aceite sin filtrar tiene una media de 0.19% para el que está inertizado y 0.24% para el que está sin inertizar. La humedad presenta una tendencia a disminuir en el tiempo estudiado, independientemente del tratamiento. Durante el almacenamiento de los aceites en condiciones de inertización se registra un incremento de la decantación que se traduce en un descenso de la humedad.

## 6.5. IMPUREZAS

A continuación en la siguiente Tabla aparecen los porcentajes de los cambios producidos en el contenido de impurezas en cada tratamiento durante este tiempo.

**Tabla 24: Evolución del porcentaje de impurezas del aceite durante el periodo estudiado.**

Épocas	INERTIZADO		SIN INERTIZAR	
	Filtrado	Sin filtrar	Filtrado	Sin filtrar
2	< 0	< 0	< 0	< 0
3	< 0	< 0	< 0	< 0
4	< 0	< 0	< 0	< 0
5	< 0	< 0	< 0	< 0
6	< 0	< 0	< 0	< 0
7	< 0	< 0	< 0	< 0
8	< 0	< 0	< 0	< 0
9	0,08 ± 0,01*	0,04 ± 0,02*	0,06 ± 0,04*	0,11 ± 0,03*

Fuente: Elaboración propia

\*Valor medio ± desviación estándar (n=3)

En este caso, se observa como en el último muestreo hay un aumento en el contenido de impurezas. Destacando el aceite sin filtrar y sin inertizar, el cual tiene un mayor contenido de impurezas que viene correlacionado con el contenido de humedad, ya que es el que mayor contenido tenía de humedad. Según el Reglamento COI/T.15/NC N° 3/Rev.15 de noviembre de 2019 los valores permanecen dentro los límites permitidos para la comercialización del aceite de oliva virgen ( $\leq 0,1$ ).

## 7. CONCLUSIONES.

A partir de los resultados obtenidos en ambos ensayos se puede concluir que:

1. Los parámetros de calidad reglamentada estudiados en el aceite almacenado en diferentes condiciones no se modificaron durante el periodo de estudio.
2. Se ha observado que a partir de los dos meses de almacenamiento un incremento en el parámetro de acidez para los dos ensayos realizados.
3. El contenido en tocoferoles de los aceites estudiados no se vio afectado por los tratamientos aplicados. El valor medio obtenido fue de 354 mg/kg en el ensayo 1 y de 352 mg/kg en el ensayo 2.
4. Las condiciones de temperatura, luz y aireación son determinantes en la conservación de la concentración en pigmentos clorofílicos y carotenoides.
5. La decantación del aceite durante el almacenamiento favorece la reducción del contenido en compuestos fenólicos en los aceites de todos los tratamientos analizados, independientemente de la estrategia de inertización.
6. Se observa cómo el contenido de humedad en el aceite desciende independientemente de los ensayos durante el almacenamiento. En el caso de la inertización por “bazuqueo”, la pendiente es más pronunciada.
7. El valor máximo en el contenido de impurezas insolubles en el éter de petróleo es  $\leq 0.1$  % m/m por lo que los valores obtenidos en ambos ensayos están dentro del límite establecido por el COI.



## 8. BIBLIOGRAFÍA.

- Cerretani L., Gómez A.M., Bendini A., 2009. "El aceite de Oliva Virgen: Tesoro de Andalucía". Capítulo: Aspectos tecnológicos de la producción del aceite de oliva. Edita: Servicio de Publicaciones.
- Página Web Consejo Oleícola Internacional (COI).
- Parras M., Torres F.J., Mozas A. 2013. "El comportamiento comercial del cooperativismo oleícola en la cadena de valor de los aceites de oliva en España". Editorial Agrícola, Madrid.
- Alba J. 2008. Elaboración del aceite de oliva virgen. En: Barranco D., Fernández Escobar R. & Rallo L. (eds.). El cultivo del olivo, p. 681-686. Mundi Prensa-Junta de Andalucía.
- Martínez L. "La industria del aceite de oliva y el medio ambiente"
- Civantos L. 1999. "Obtención del aceite de oliva virgen". 2º Edición, Editorial Agrícola Española S.A.
- Alba. J., 1992 "Aceite de Oliva". Libro compilado por García V., Bautista J., Bonilla P., Murillo J.J. Editorial MIRA S.A.
- Gila A. 2017. "Clarificación de los aceites de oliva vírgenes y su efecto en las características físico-químicas y sensoriales. Tesis Doctoral. Universidad de Jaén.
- J.L Quiles. M.C. Ramírez-Tortosa and P. Yagoob. 2006. "Olive Oil & Health".
- Reglamento (UE) Nº 432/2012 de la Comisión de 16 de mayo de 2012 por el que se establece una lista de declaraciones autorizadas de propiedades saludables de los alimentos distintas a las relativas a la reducción del riesgo de enfermedad y al desarrollo y la salud de los niños. Pág.24
- Burón I., García R. 1979. "La calidad del aceite de oliva". Instituto Nacional de Investigaciones Agrarias, Madrid.
- Psomiadou, E., Tsimidou, M., 2002 a. "Stability of virgin olive oil". Autoxidation studies. J. Agric. Food Chem. 50, 716–721.
- Ambrosone, L.; Angelico, R.; Cinelli, G.; Di Lorenzo, V.; Ceglie, A. 2002. "The role of water in the oxidation process of extra virgin olive oils". Jaocs, Vol 79.

- Reglamento Delegado (UE) 2019/1604 de la Comisión de 27 de septiembre de 2019, por el que se modifica el Reglamento (CEE) no 2568/91 relativo a las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva y sobre sus métodos de análisis. Diario Oficial de la Unión Europea.
- Hrncirik K, Fritsche S. 2005. "Relation between the endogenous antioxidant system and the quality of extra virgin olive oil under accelerated storage conditions". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53, 2103-2110.
- Smeriglio A., Toscano G., Denaro M., De Francesco C., Agozzino S., Trombetta D. 2019. " Nitrogen Headspace Improves the Extra Virgin Olive Oil Shelf-Life, Preserving Its Functional Properties" *Journal Antioxidants* 331.
- Iqdiam B.M., Welt B.A., Goodrich-Seneider R., Sims C.A., Baker G.L., Marshall M.R. 2020. "Influence of headspace oxygen on quality and shelf life of extra virgin olive oil during storage" . *Journal Food Packaging and Shelf life*.
- Gila A., Sánchez A., Beltrán G., Bejaoui M.A., Aguilera M.P., Jiménez A. 2019. "Effect of clarification system on the conservation of virgin olive oil during its storage" *European Journal of Lipid Science and Technology*.
- Sanmartin C., Venturi F., Sgherri C., Nari A., Macaluso M., Flamini G., Quartacci M.F., Taglieri I., Andrich G., Zinnai A., 2018. "The effects of packaging and storage temperature on the shelf-life of extra virgin olive oil." *Heliyon*.
- Real Decreto 640/ 2015, de 10 de julio, por el que se aprueba la lista de coadyuantes tecnológicos autorizados para la elaboración de aceites vegetales comestibles y sus criterios de pureza.
- Cayuela J.A., Caballero B., 2019. "Fresh extra virgin olive oil, with or without veil ". *Trends in Food Science and Technology* 83, 78-85.
- International Olive Council. Determination of the content of waxes, fatty acid methyl esters and fatty acid ethyl esters by capillary gas chromatography using 3 grams of silica. COI/T. 20/Doc. 2012, No, 31, 1–14.
- Lozano J., Segura A., Fernández A., 2009. " El aceite de Oliva Virgen: Tesoro de Andalucía". Capítulo: Composición del aceite de oliva. Edita: Servicio de Publicaciones.

- IUPAC. Determination of tocopherols and tocotrienols in vegetables fats by HPLC. Method No. 2.432. Standard methods of analyses of oils, fats and derivatives. Blackwell Scientific Publications: Oxford, U.K. 1992.
- Mínguez M.I., Rejano, L., Gandul B., Sánchez A.H., Garrido J. 1991. Colour pigment correlation in virgin olive oil. Journal of the American Oil Chemists' Society, 68, 332- 336.
- Gutiérrez F, Perdiguero S, Gutiérrez R and Olias JM, Evaluation of the bitter taste in virgin olive oil. J Am Oil Chem Soc 69:394–395 (1992).
- UNE-EN ISO 662: 2016. Aceites y grasas de origen animal y vegetal "Determinación del contenido de humedad y material volátil".
- UNE- EN ISO 663: 2017. Aceites y grasas de origen animal y vegetal. Determinación del contenido de impurezas insolubles.
- Boskou D., Blekas G., Tsimidou M. 2006. Olive oil composition. En: Olive Oil: Chemistry and Technology (2a Ed.). Boskou, D. AOCS Press. Champaign, Illinois, pp. 41-72
- Serrano A., Beltrán G., Aymen M., Garcia F., Jiménez B., 2019. "Estimación de la vida útil de un AOVE de enlace de campaña". Revista Olimerca. Pág. 58.
- Jiménez A., Uceda M., Hermoso M., Frías L., Ruano M.T., Arroyo F., 1994. "Estudio de la estabilidad, el  $K_{225}$  y el  $K_{270}$  en distintas variedades de aceite de oliva virgen". Abstracts of the technical Meetings of Working groups: Plant Material and Oil Technology and Quality. FAO Inter- Regional Cooperative Research Network on Olives. Córdoba.
- Uceda M., Aguilera M.P., Jiménez A., Beltrán G.. 2009. " El aceite de Oliva Virgen: Tesoro de Andalucía". Edita: Servicio de Publicaciones.