

mipaaf

ministero delle
politiche agricole
alimentari e forestali



GIORNATA OLIO D'OLIVA

IL COI IN ITALIA, COLLABORAZIONE CON ENTI DI
RICERCA, UNIVERSITÀ, ORGANI DI CONTROLLO.

Milano 13 Luglio 2015

Angelo Faberi

Dipartimento dell'Ispettorato centrale della tutela della qualità e
della repressione frodi dei prodotti agroalimentari

IL COI IN ITALIA, COLLABORAZIONE CON ENTI DI RICERCA, UNIVERSITÀ, ORGANI DI CONTROLLO



Consiglio oleicolo internazionale

Il Consiglio oleicolo internazionale è un'organizzazione intergovernativa unica al mondo.

Nell'ambito della divisione tecnica del Segretariato esecutivo opera l'Unità di Chimica Oleicola ed elaborazione delle norme (**OLIVE OIL CHEMISTRY & STANDARDS SETTING UNIT**), specificamente preposta all'elaborazione delle norme applicabili agli oli d'oliva e alle oliva da tavola delle guide di gestione, e soprattutto responsabile della messa a punto di metodi di analisi chimica e sensoriale dei prodotti oleicoli .

IL COI IN ITALIA, COLLABORAZIONE CON ENTI DI RICERCA, UNIVERSITÀ, ORGANI DI CONTROLLO

Il compito dell'Unità di Chimica oleicola comprende:

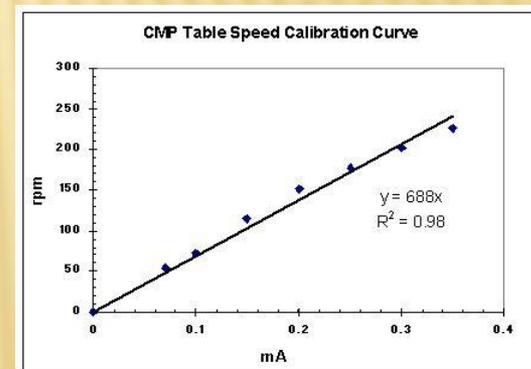
- ✘ l'aggiornamento permanente della norma commerciale del COI e la sua armonizzazione con le norme internazionali concernenti l'olio d'oliva;
- ✘ la ricerca e la messa a punti di metodi per la valutazione chimica e sensoriale dell'olio d'oliva;
- ✘ il controllo della competenza dei laboratori e dei panel di assaggio, ai quali viene rilasciato il riconoscimento COI;
- ✘ l'esame della validità dell'aggiornamento dei testi relativi alle olive da tavola;
- ✘ l'elaborazione di manuali per la gestione della qualità nell'industria olearia e delle olive da tavola;
- ✘ l'organizzazione del premio annuale MARIO SOLINAS.

IL COI IN ITALIA, COLLABORAZIONE CON ENTI DI RICERCA, UNIVERSITÀ, ORGANI DI CONTROLLO

- ✗ Dal 1988 esperti di Chimica Oleicola si riuniscono due volte l'anno presso il COI, per discutere i risultati delle sperimentazioni riguardanti metodi specifici per l'olio d'oliva, in grado di valutare la qualità e la purezza degli oli
- ✗ I metodi raccomandati dagli esperti vengono adottati dal COI contrassegnati dal riferimento COI/T.20 e sono citati nella sezione 11 della norma commerciale.

Risulta di fondamentale importanza che i metodi da adottare siano tra quelli la cui affidabilità sia stata provata sperimentalmente attraverso un processo di convalida :

- ✗ Selettività;
- ✗ Campo di applicazione (matrice e gamma di concentrazione);
- ✗ Limite di rilevazione;
- ✗ Limite di determinazione;
- ✗ Precisione (ripetibilità e riproducibilità);
- ✗ Sensibilità
- ✗ Possibilità di essere applicato in normali condizioni di laboratorio
- ✗ Altri criteri pertinenti lo specifico metodo in esame



SVILUPPO DI NUOVI METODI D'ANALISI

- ✘ COI/T.20/Doc. 29 - 2009 - Determinazione di biofenoli di olio di oliva mediante HPLC.
- ✘ COI/T.20/Doc. No 33 - 2015 - Draft - Determination Of Fatty Acid Methyl Esters By Gas Chromatography
- ✘ COI/T.20/Doc. No 32/2013 - Determination Of Composition Of Triacylglycerols And Composition And Content Of Di-acylglycerols By Capillary Gas Chromatography, In Vegetable Oils

CRA
CONSIGLIO PER LA RICERCA
IN AGRICOLTURA E L'ANALISI
DELL'ECONOMIA AGRARIA



AGENZIA DELLE DOGANE
E DEI MONOPOLI



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI UDINE



**Ricerca e
sperimentazione**



Consiglio oleicolo internazionale

.. e altri ancora

IL COI IN ITALIA, COLLABORAZIONE CON ENTI DI RICERCA, UNIVERSITÀ , ORGANI DI CONTROLLO

COLLABORATIVE STUDY

- × COI T.20 Doc. No.32 –
November 2013

Circuito interlaboratorio
organizzato dall'ICQRF:

- × 11 Laboratori
- × 5 Paesi (Italia, Spagna,
Francia, Marocco, Tunisia)



INTERNATIONAL
OLIVE
COUNCIL

COI/T.20/Doc. No 32
November 2013

ENGLISH
Original: ENGLISH

Príncipe de Vergara, 154 - 28002 Madrid - España Telef.: +34 915 903 638 Fax: +34 915 631 263 - e-mail: isoc@internationaloliveoil.org - <http://www.internationaloliveoil.org/>

DETERMINATION OF COMPOSITION OF TRIACYLGLYCEROLS AND COMPOSITION AND CONTENT OF DI-ACYLGLYCEROLS BY CAPILLARY GAS CHROMATOGRAPHY, IN VEGETABLE OILS

1 SCOPE

This method describes determination of composition and content of the composition of triacylglycerol and of the composition and content of di-acylglycerols (DAG) by capillary gas chromatography in vegetable oils with a lauric acid content below 1 %.

2 PRINCIPLE OF THE METHOD

The fatty substance, after adding the internal standard and silylating reagent, is solved in a suitable reagent and directly injected in the gas chromatographic apparatus. Triacylglycerols are resolved on the basis of their carbon atom number, while di-acylglycerols are resolved in function of their Carbon atom number and structure. 1,2 structures show a lower retention time than 1,3 ones. Unsaturated di-acylglycerol structures don't affect retention time therefore saturated and unsaturated diglycerides are eluted together. 1,2 and 1,3 di-acylglycerol structures are identified through retention time and the percentage content of 1,2 structure is determined through the ratio of 1,2 diglyceride peaks on the sum of all di-acylglycerol peaks; total diglycerides are quantified through the ration between the sum of all di-acylglycerol peaks areas and the internal standard.

IL COI IN ITALIA, COLLABORAZIONE CON ENTI DI RICERCA, UNIVERSITÀ, ORGANI DI CONTROLLO

DETERMINATION OF STIGMASTADIENES CONTENT IN VIRGIN OLIVE
OILS

COLLABORATIVE STUDY 2014



DATA ELABORATION

MADRID, March 11th 2014

# of Laboratories	Invited	Submitting results	
SPAIN	18	12	67%
ITALY	12	11	92%
FRANCE	2	2	100%
MAROC	1	1	100%
GREECE	1	0	0%
TOTAL	34	26	76%

Circuito interlaboratorio
organizzato ICQRF:

5 Paesi (Italia, Spagna,
Francia, Grecia)

24 Laboratori

... metodica analitica
ancora in fase di studio

ORGANIZZAZIONE PROFICIENCY TEST



INTERLABORATORY TEST MULTIRESIDUES DETERMINATION OF PESTICIDES IN OLIVE OIL



IL LABORATORIO NAZIONALE DI RIFERIMENTO ITALIANO PER L'ANALISI DEI RESIDUI DI FITOFARMACI NEI PRODOTTI ALIMENTARI DI ORIGINE ANIMALE ED ALIMENTI AD ELEVATO CONTENUTO DI GRASSI (ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ) ORGANIZZA REGOLARMENTE UN PROFICIENCY TEST PER L'ANALISI DI RESIDUI DI FITOFARMACI NELL'OLIO D'OLIVA

Il Circuito è aperto alla partecipazione di tutti i laboratori riconosciuti dal COI, laboratori Italiani ed Europei deputati al controllo ufficiale dei residui di pesticidi e laboratori privati*.

- **15° edizione 2015**

(*referente dr.ssa Tiziana Generali; tiziana.general@iss.it)

ATTIVITA' FINALIZZATE ALL'AGGIORNAMENTO DI LIMITI ESISTENTI

I VALORI DI RIFERIMENTO DI NUMEROSI PARAMETRI CHIMICI ED DI QUALITÀ E GENUINITÀ NON POSSONO DA CONSIDERARSI RIFERIMENTI ASSOLUTI ED IMMUTABILI.

- ✘ *Miglioramento delle tecniche colturali ed agronomiche;*
- ✘ *Miglioramento tecnologico dei sistemi estrattivi e di raffinazione;*
- ✘ *Introduzione dell'olivicoltura in nuove aree (Australia , Sud America, ecc.);*
- ✘ *Nuove frodi emergenti.*

IL RUOLO DELL' ICQRF

Struttura dell'ICQRF

A livello centrale, il Dipartimento è costituito da due direzioni generali.

A livello periferico, dispone di 10 uffici ispettivi periferici di livello dirigenziale e 19 unità locali.

L'ICQRF ha anche una propria rete di laboratori, composto da 5 laboratori di routine chimico e un laboratorio di riferimento centrale responsabile per l'attività di ricerca e per le analisi di revisione



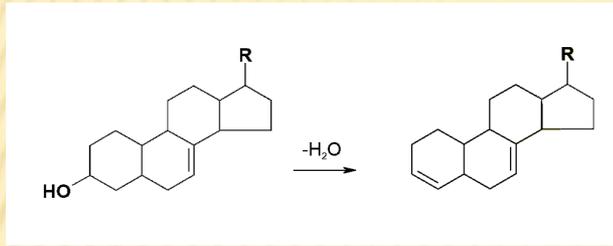
IL COI IN ITALIA, COLLABORAZIONE CON ENTI DI RICERCA, UNIVERSITÀ, ORGANI DI CONTROLLO

SUMMARY OF ITALIAN DATA REGARDING ALKYL ESTERS, WAXES AND STIGMASTADIENES

Attività di supporto alla decisioni

	EXTRA VIRGIN OLIVE OIL				
	Alkyl esters (mg/kg)	Ethyl esters (mg/kg)	Waxes (C40-46)	Waxes C42-46	Stigmastadienes (mg/kg)
Num of data	599	599	676	676	570
Mean	27	17	78	50	0,02
St.dev	19	16	42	28	0,02
CV%	71%	91%	54%	56%	101%
Median	20	10	69	44	0,01
Min	2	0	0	0	0,00
Max	98	71	229	176	0,10
1q	13	6	51	33	0,01
3q	37	24	97	59	0,01

RIMODULAZIONE LIMITI MASSIMI DI ALCUNI PARAMETRI



Il parametro è un efficace indicatore della presenza di oli raffinati negli oli vergini. A causa delle più moderne tecniche di raffinazione la quantità prodotta in fase di raffinazione è diminuita rispetto al passato;

La norma COI prevedeva un limite massimo per il contenuto di **stigmastadieni** negli oli vergini ed extra vergini d'oliva si pari a **0,15 mg/kg** fino al **31 dicembre 2007**.

Dal 2008 è stato inizialmente ridotto al valore di **0,10 mg/kg**, (la modifica della norma COI è stata recepta nell'Unione europea con il Reg. CE 702/2007)

Nel 2014 è stata attuata un'ulteriore diminuzione del limite fino al valore di **0,05 mg/kg** (Reg. UE 1348/2013)

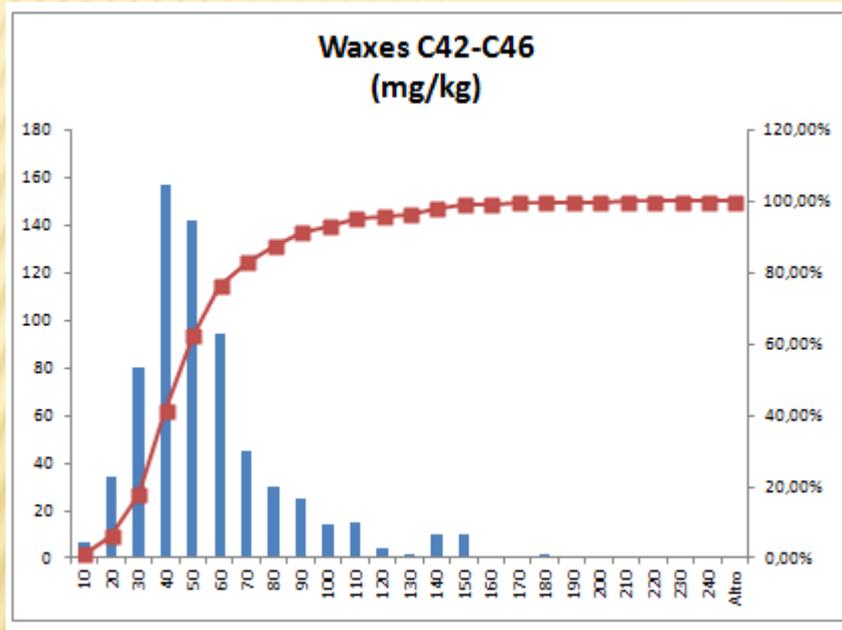
Stigmastadienes (mg/kg)
N= 570

Database
attività di
controllo

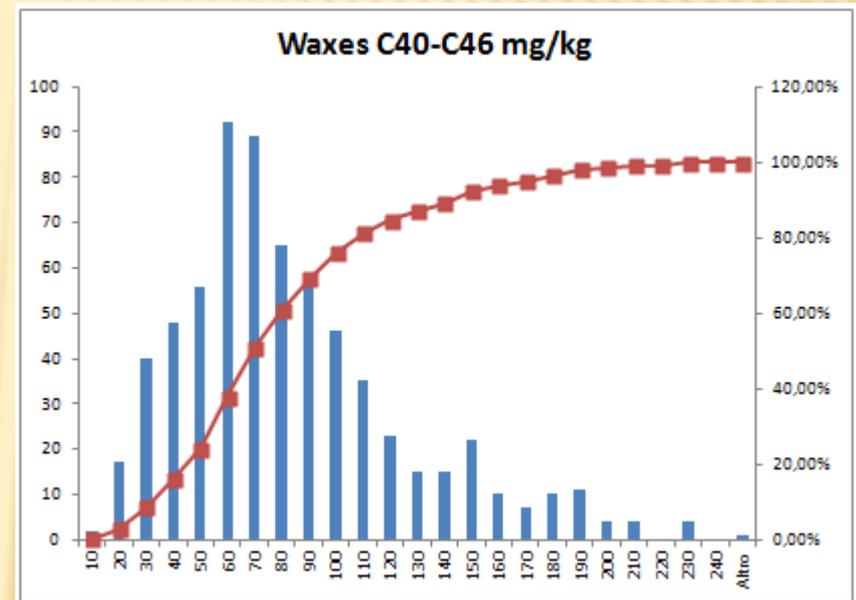


I dati trasmessi al COI hanno dimostrato la fattibilità di procedere alla riduzione del limite fino al livello 0,05 mg/kg, in quanto la grande maggioranza dei campioni (97%) presenta già valori inferiori.

CONTENUTO DI CERE C42-C46



CONTENUTO DI CERE C40-C46

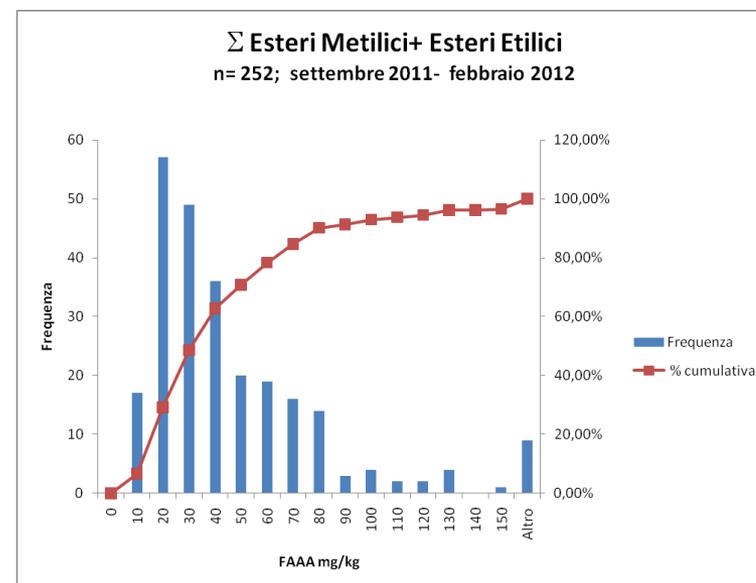


NUOVE MODALITÀ DI CALCOLO DI PARAMETRI GIÀ ESISTENTI

MONITORAGGIO DEL CONTENUTO DI ALCIL ESTERI NEGLI OLI EXTRA VERGINI ANALIZZATI DALL'ICQRF

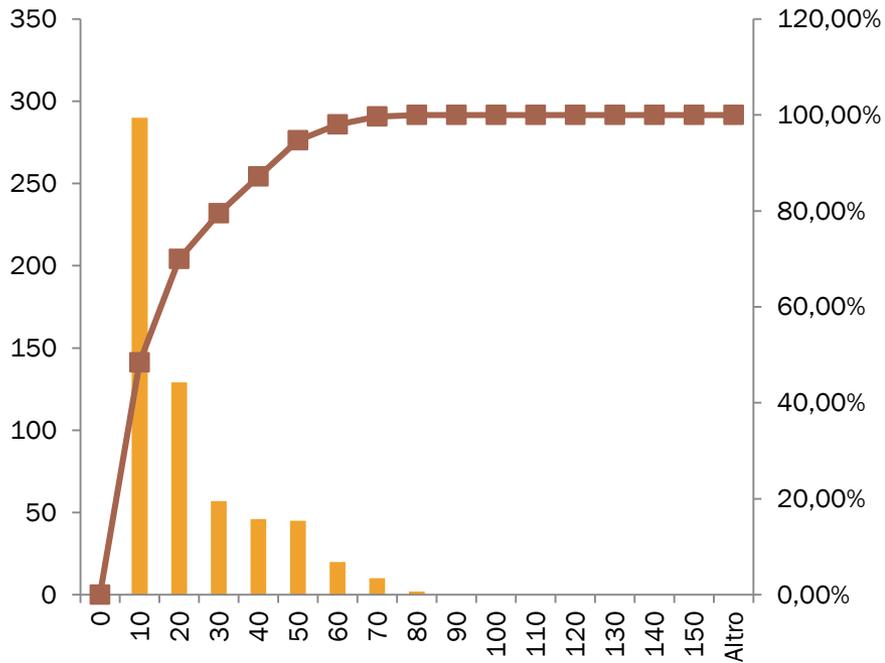
Tipologia olio extra vergine	Comunitario	Italiano *	Totali
Num. Campioni	48	205	253
Media	81,2	37,4	45,7
dev. St	92,0	32,4	52,2
Mediana	55	26	31
1 q	35	17	19
3 q	75	48	54
Min	11	3	3
Max	407	221	407

**include
DOP/IGP*



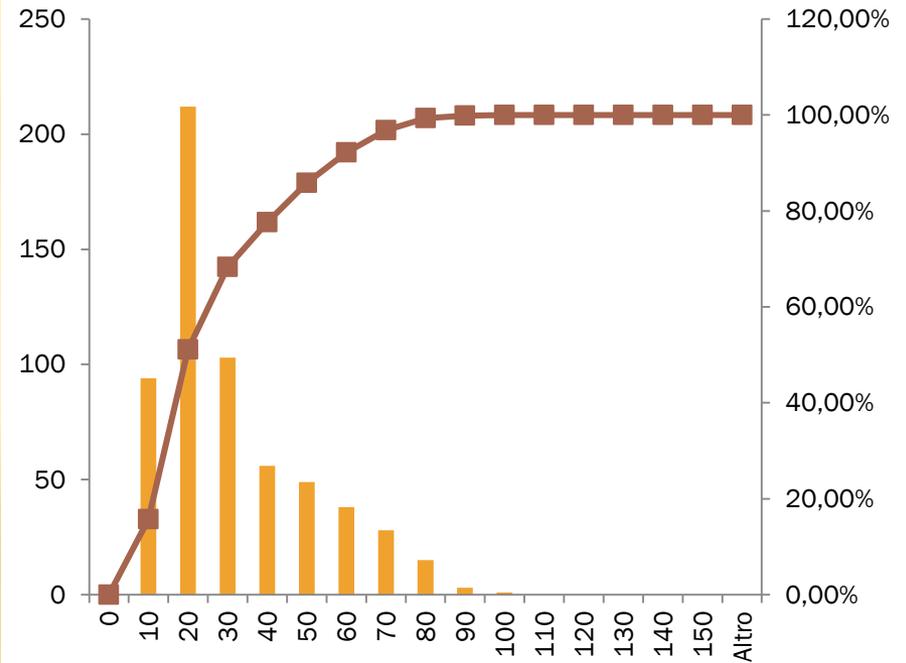
COMPONENTE ETILICA

Ethyl esters (mg/kg)
N=599



COMPONENTE ETILICA + METILICA

Alkyl esters (mg/kg)
N=599



RIMODULAZIONE LIMITE DEL PARAMETRO

PROGETTO DI RICERCA “MONITORALCHIL” RISULTATI DELL’ATTIVITÀ SPERIMENTALE 2012-2014



Monitoraggio degli alchil esteri (AE)
nell’olio extra vergine di oliva

“MONITORALCHIL”

Risultati dell’attività sperimentale 2012-2014

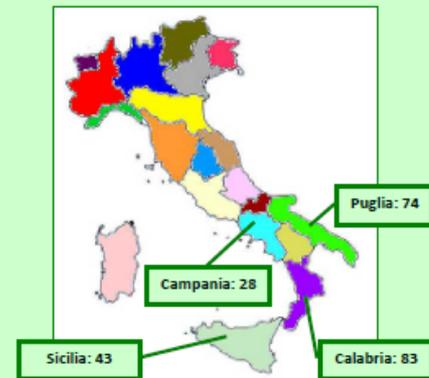
CAMPAGNE OLEARIE 2012/2013 – 2013/2014 OLIO SFUSO VERGINE

CAMPIONI:

- N° 228
- di cui:
 - Extra vergini = 169
 - Vergini = 40
 - Lampanti = 19

QUANTITA’ DI OLIO MONITORATO:

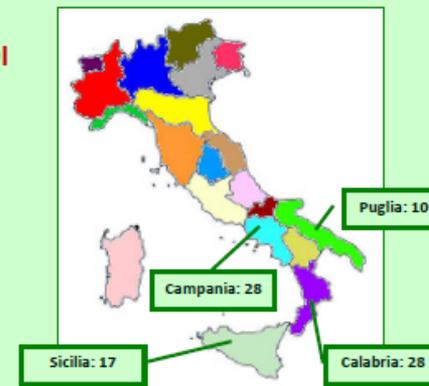
- q 21.799,01



CAMPAGNE OLEARIE 2011/2012-2012/2013-2013/2014 OLIO EXTRA VERGINE DI OLIVA IMBOTTIGLIATO

CAMPIONI:

- N° 173
- di cui:
 - Regolari = 144
 - Irregolari = 29





LAVORI IN CORSO



Programma di ricerca sulla determinazione dell'origine geografica degli oli vergini di oliva italiani - campagna olearia 2008/2009

SCHEDA IDENTIFICATIVA CAMPIONE

INFORMAZIONI GENERALI

COD. CAMPIONE : _____

Frantoio:

Data di trasformazione:

Data del prelievo:

INFORMAZIONI SULLE OLIVE

Varietà:

Ubicazione uliveto: Provincia: Comune: Altitudine m.s.l.d.m.

Denominazione Azienda olivicola:

Tipo di impianto SECOLARE INTENSIVO

Concimazioni azotate SI NO

Interventi irrigui SI NO

Data di raccolta (gg/mm/aa):/...../.....

Sistema di raccolta: MECCANICA (scuotitrice, ecc.)
 MANUALE (pettini e reti, ecc.)
 CADUTA Naturale Su Reti

Indice di maturazione:

% olive con pelle verde o verde giallognola

% olive con pelle con macchie rossastre, violetta chiara o nera e polpa chiara

% olive con pelle nera e polpa violetta fino a metà

% olive con pelle nera e polpa totalmente colorata

INFORMAZIONI SUL FRANTOIO

Defogliazione: SI NO Lavaggio: SI NO

Molitura con: MOLAZZE IN PIETRA
 FRANGITORE A RULLI - MARTELLI
 ALTRO

Sistema di estrazione: CENTRIFUGO A DUE FASI
 CENTRIFUGO A TRE FASI
 PERCOLAMENTO + CENTRIFUGAZIONE
 PRESSIONE

Decantazione morchie: SI NO Filtrazione: SI NO

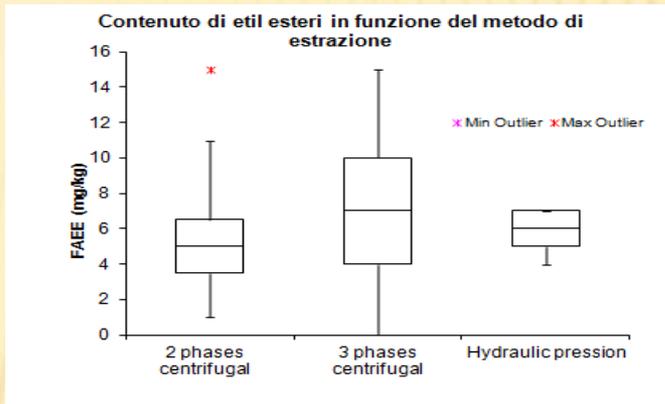
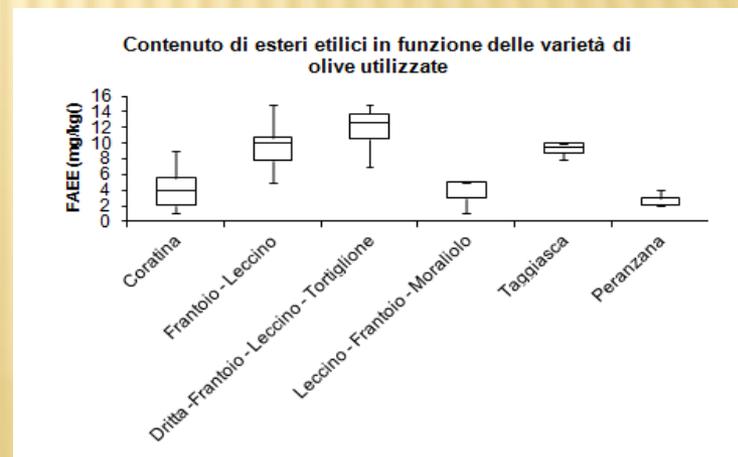


Grafico relativo alla distribuzione dei valori dei valori del contenuto di esteri etilici in funzione della tecnologia di estrazione utilizzata (separatore centrifugo a 2 fasi, separatore centrifugo a 3 fasi, pressione idraulica o percolamento)

contenuto di esteri etilici (mg/kg) in funzione della/delle varietà di olive utilizzate per produrre l'olio.



mipaaf

ministero delle
politiche agricole
alimentari e forestali



**Grazie per la cortese
attenzione**