ALMA MATER STUDIORUM
UNIVERSITÀ DI BOLOGNA

Oleum

Better solutions to protect olive oil quality and authenticity

Prevenzione e controllo, screening e metodi fini: le sinergie di OLEUM per battere le contraffazioni

Prof.ssa Tullia Gallina Toschi
DISTAL, Alma Mater Studiorum - Università di Bologna
Coordinatrice scientifica del progetto OLEUM
http://www.oleumproject.eu/

This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 635690.

Marghera, 20 Febbraio 2020

Advanced solutions for assuring the overall authenticity and quality of olive oil - OLEUM

Call: H2020-SFS-2014-2015
Topic: SFS-14a-2014 - Authentication of olive oil
Tipo di azione: RIA
Durata: 48 mesi (01/09/2016 - 31/08/2020)
GA n°: 635690
Budget: 5,347,267.62 € (4,878,860.87 € Grant)

Coordinatrice scientifica di progetto: Tullia Gallina Toschi (UNIBO)
Co-coordinatrice scientifica di progetto: Alessandra Bendini (UNIBO)
Project manager: Andrea Gamberini (UNIBO)

Potenziamento di **#OliveOilQualityAuthenticityDetection** →

Procedure strumentali e sensoriali nuove o riviste pienamente validate + materiali di riferimento (RM)

Creazione, selezione, validazione, proposte agli enti decisionali / organismi di controllo.

Promuovere **#OliveOilFraudPrevention** relative alle frodi sugli oli di oliva →

Screening e metodi rapidi

Laboratori / industrie private e pubbliche

IL SOGNO…

APPROCCI TARGETED → **Nuovi o revisionati, economici, sostenibili e rapidi** →

APPROCCI NON-TARGETED → **Validazione e semplificazione per un uso di routine** →

Proposta agli enti decisionali / organismi di regolamentazione

Il consorzio di OLEUM

Fera - QUB
EFFOST
EUROFINS
LABLICATE
JRC
EUFIC
NESTEC
ITERG
UNIUD
UP - ZRS
IPTPO
UNIBO
UNIPG
UB
CSIC
AUTH
UZZK

21 Partner:

- 16 partner UE
- 3 partner da Paesi associati (Svizzera, Turchia, Israele)
- 2 centri di ricerca Extra UE (Argentina, Cina)

Il consorzio di OLEUM

Oleum

2 PMI fornitrici di servizi e analisi

SMART ASSAYS TECHNOLOGIES LTD

Lablicate

1 grande industria alimentare

Nestlé Research

1 azienda (laboratori di analisi/ricerca)

eurofins

3 organizzazioni no-profit

eufic

EFFoST

Ulusal Zeytin ve Zeytinyağı Konseyi – UZZK – National Olive and Olive Oil Council

14 università e centri pubblici di ricerca

Alma Mater Studiorum Università di Bologna

CSIC – Consejo Superior de Investigaciones Científicas

fera

Aristotle University of Thessaloniki

Studium Generale Civitatis Perusii A.D. MCCCVIII

Univerza na Primorskem – Università del Litorale

ZRS – Centro di Ricerche Scientifiche Znanstveno-raziskovalno središče

Universitas Studiorum Utinensis

ITERG – Expertise Corps Gras

CONICET

European Commission – Joint Research Centre

Institute of Agriculture and Tourism

Queen's University Belfast

Universitat de Barcelona

中国食品发酵工业研究院 – China National Research Institute of Food & Fermentation Industries

Linee di intervento

Il progetto OLEUM ha individuato **quattro principali linee di ricerca di intervento** nel settore oleario.

LEGISLATIVA

ANALITICA

OLEUM

ARMONIZZAZIONE E COORDINAMENTO

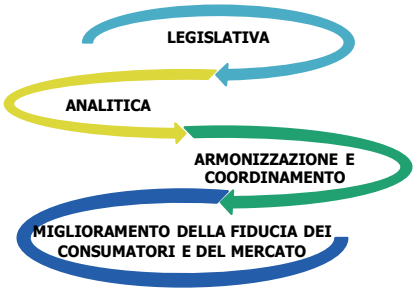
MIGLIORAMENTO DELLA FIDUCIA DEI CONSUMATORI E DEL MERCATO

INPUT

COI, CE (DG AGRI) e FDA sono coinvolti come **membri del Multi-Stakeholder OLEUM Advisory Board**

OUTPUT

Obiettivi specifici



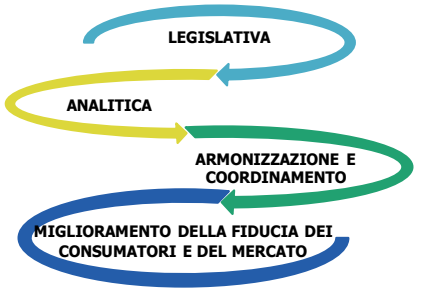
LEGISLATIVA

Fornire alle autorità internazionali di regolamentazione una serie di soluzioni che possano contribuire al miglioramento **degli standard e delle normative attuali** (WP2), sulla base di un'analisi **dei punti critici** (e.g. mancanza di metodi per l'identificazione di specifiche frodi, es. soft-deodorazione) **e/o inadeguatezze normative** (es. Reg. UE 432/2012 relativo al claim salutistico sui polifenoli nell'olio di oliva che non definisce un metodo armonizzato per la loro quantificazione).

ANALITICA

-Revisionare i **METODI ANALITICI ESISTENTI** per la verifica della qualità e l'individuazione delle frodi, migliorandone **prestazioni ed efficienza**.
-Rafforzare la **metodologia di valutazione sensoriale,** favorendo una migliore riproducibilità e sviluppando una procedura strumentale quantitativa di supporto (**Quantitative Panel Test**).
-Identificare **NUOVI MARCATORI ANALITICI** al fine di sviluppare e validare **SOLUZIONI ANALITICHE INNOVATIVE** per:
- rilevare **miscele illegali** tra oli extra vergini di oliva ed oli di oliva sottoposti a **deodorazione soft;**
- individuare **miscele illegali** tra oli di oliva ed **altri oli vegetali;**
- indagare la shelf-life **dell'olio di oliva** in termini di **freschezza/qualità;**
- monitorare la **conformità rispetto alla designazione dell'origine** riportata in etichetta.

Obiettivi specifici



-Suggerire miglioramenti ai **REGOLAMENTI e STANDARD INTERNAZIONALI** (UE, COI, CODEX, ISO), includendo anche **materiali di riferimento.**

-Promuovere il trasferimento tecnologico di nuove procedure analitiche ad una **VASTA COMUNITÀ DI ESPERTI e non solo (OLEUM Network)** e testarne la robustezza mediante specifiche azioni (es. discussioni, ring test), finalizzate ad una validazione completa.

-Promuovere **LA CREAZIONE E DIFFUSIONE DI CONOSCENZE LIBERAMENTE ACCESSIBILI**, mettendo **a disposizione a livello globale** tutte le informazioni ottenute dalla ricerca del progetto (es. calibrazioni per metodi *non targeted*) e da altre fonti affidabili.

Coinvolgere il maggior numero di **SOGGETTI INTERESSATI** (enti regolatori, industrie e piccole-medie imprese, media, comunità scientifica, consumatori,…) per la diffusione, utilizzo e scambio delle conoscenze, così da stabilire una **fonte sostenibile di informazioni affidabili.**

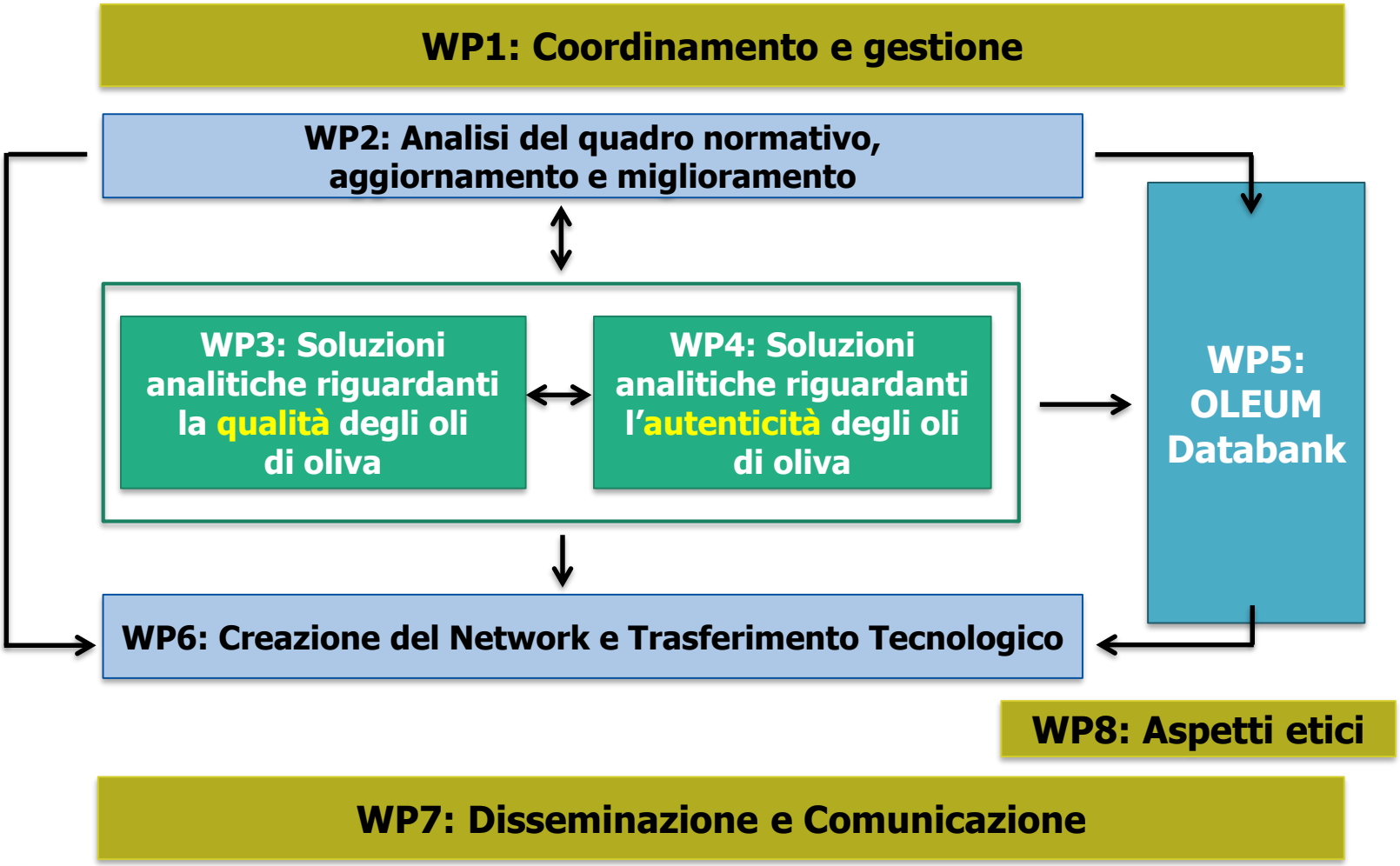
Obiettivo generale di OLEUM

Garantire la qualità e l'autenticità degli oli di oliva,
migliorando **l'individuazione** e **la prevenzione** delle frodi.

Obiettivi strategici

- **Sviluppare nuovi metodi** di analisi e **migliorare quelli esistenti** per la verifica della qualità e dell'autenticità degli oli di oliva.
- Sviluppare una banca dati online del progetto, nello specifico un **OLEUM DATABANK** open-access, contenente i metodi di analisi e i dati relativi alle caratteristiche chimiche e organolettiche degli oli di oliva (incluso materiali di riferimento, calibrazioni).
- Sviluppare e sostenere una comunità mondiale di laboratori ed altri *stakeholder* coinvolti nell'analitica dell'olio di oliva (**OLEUM NETWORK**) in modo tale da stabilire un'ampia rete collaborativa per contrastare le frodi.

Schema di PERT – Piano di lavoro

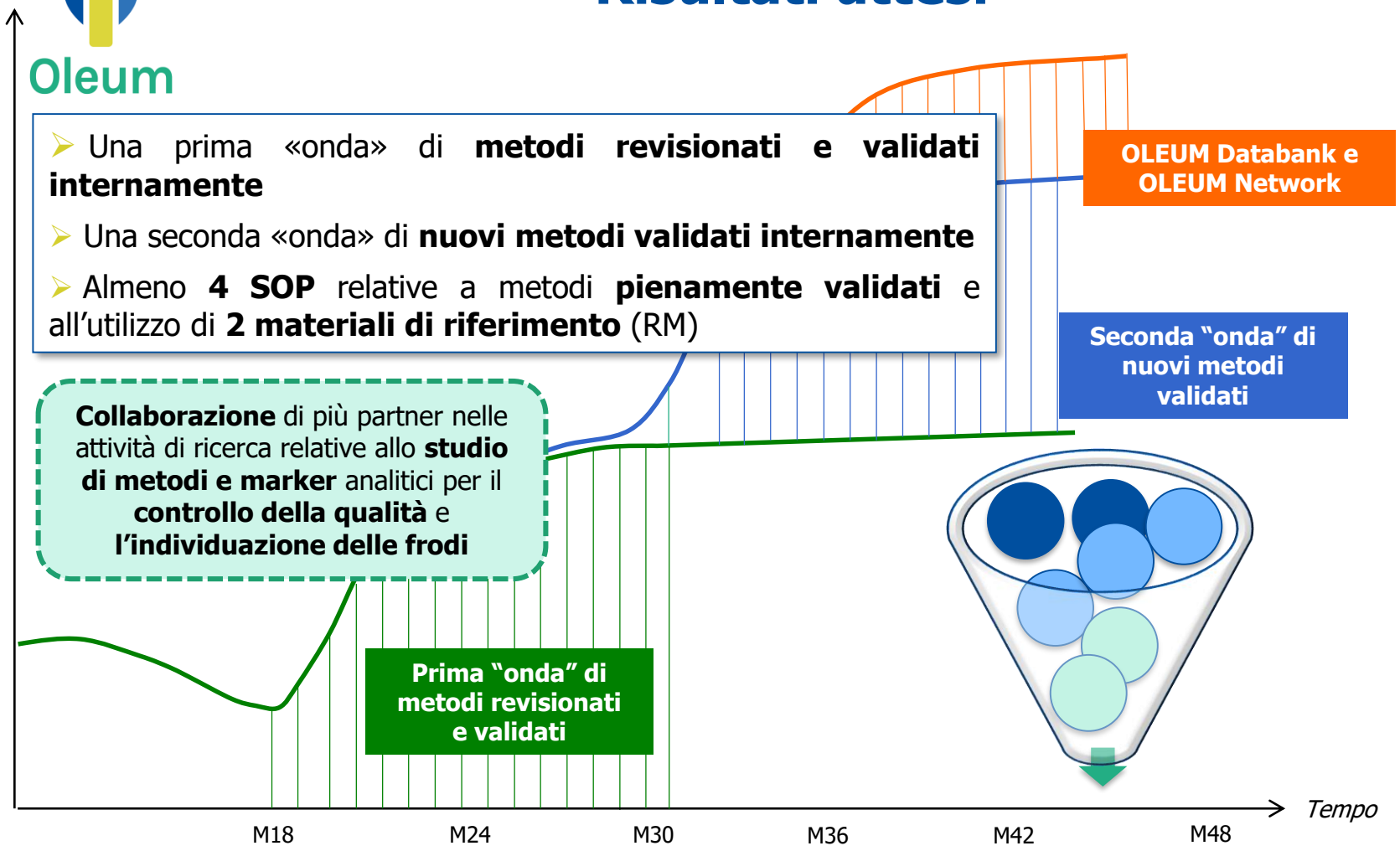


Risultati attesi

Oleum

- Una prima «onda» di **metodi revisionati e validati internamente**
- Una seconda «onda» di **nuovi metodi validati internamente**
- Almeno **4 SOP** relative a metodi **pienamente validati** e all'utilizzo di **2 materiali di riferimento** (RM)

Collaborazione di più partner nelle attività di ricerca relative allo **studio di metodi e marker** analitici per il **controllo della qualità** e **l'individuazione delle frodi**



- Sviluppo di un **OLEUM Databank** che raccolga tutti i risultati analitici utili per il miglioramento e l'armonizzazione dei metodi.
- Creazione di un **OLEUM Network** per intraprendere il trasferimento tecnologico di nuovi metodi, per favorire la *proficiency* dei laboratori e l'armonizzazione su scala globale.

Strategia

Miglioramento dei metodi analitici esistenti, già riconosciuti ufficialmente (UE, COI, CODEX) per la qualità e l'autenticità degli oli di oliva.

Miglioramento di metodi analitici esistenti						
Scopo	**Metodo**	*Sensibilità*	*Riproducibilità*	*Tempo di analisi*	*Sostenibilità ambientale*	*Fruibilità*
Qualità (categoria commericiale)	Panel test	X	X	X		
Qualità (valore aggiunto dell'health claim)	Polifenoli mediante LC (Reg. UE 432/2012)				X	X
Qualità-Autenticità (miscele illegali con OO soft-deodorato)	Esteri etilici degli acidi grassi mediante GC			X	X	X

Oleum

Strategia

Sviluppo di nuovi metodi analitici per la qualità e l'autenticità degli oli di oliva.

Sviluppo di nuovi progressi tecnologici				
Metodo	*Qualità*	*Trattamenti indesiderati*	*Adulterazioni*	*Procedure rapide/screening*
Profilo in composti volatili mediante SPME-GC-MS/FID, NMR, GC-IMS, FGC...	X		X	X
TGs mediante FIA-UHRMS	X		X	X
Steroli liberi e esterificati mediante SPE-GC-FID			X	
Software per la predizione della shelf-life	X			
Esteri etilici degli acidi grassi mediante TDR		X		X
Marker molecolari e sequenziamento del DNA			X	X
Composti fenolici lipofili bioattivi mediante metodo spettroscopico a fluorescenza	X		X	X
Acidità libera mediante sensori elettrochimici	X			X
Fingerprint mediante ^{1}H NMR, FT-IR, spettrometria di massa e analisi isotopica	X	X	X	X

GC-IMS *Flavourspec*

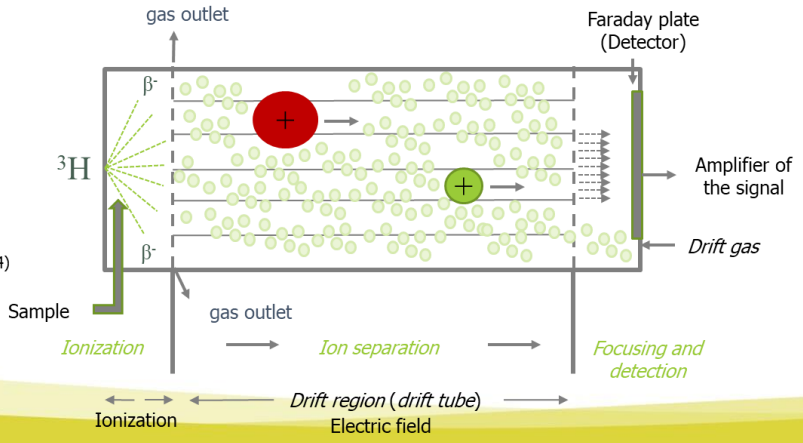
Gas Cromatografia accoppiata a Spettrometria a Mobilità Ionica

- Nuovo **metodo rapido di screening** per la determinazione della categoria merceologica degli oli di oliva vergini mediante analisi del profilo in composti volatili.

- **Supportare il Panel Test** escludendo campioni predetti dal modello, con elevata probabilità, come appartenenti ad una categoria merceologica (es. oli extra vergini o lampanti) e riducendo, di conseguenza, il lavoro quotidiano dei Panel.

94% metil-5% fenil-1% vinlsilicone (SE54)

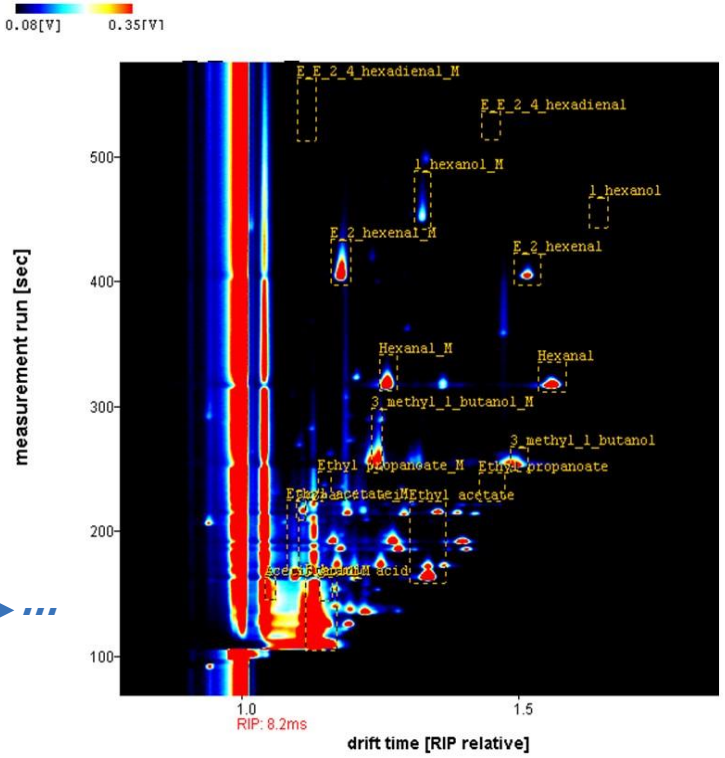
Pre-separation of the sample



Costruzione del modello di classificazione PLS-DA della categoria merceologica

1 Analisi di un ampio set di campioni di olio di oliva vergine (circa 200)

2



Estrapolazione di una matrice di dati per l'elaborazione chemiometrica

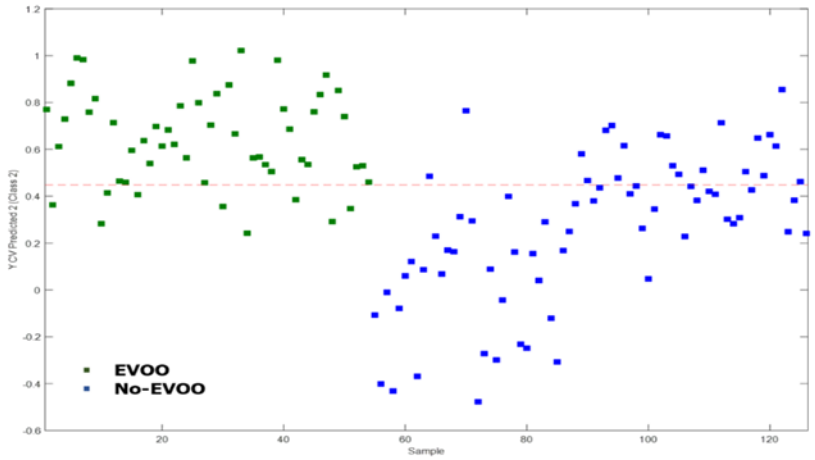
3

Composti volatili →

Campioni ↓

	Categoria	Ethanol	Acetic acid	Hexanal	*(E)*-2-hexenal
Campione 1	EVOO	661.109625	78.4123984	223.874434	659.8263008
Campione 2	EVOO	514.074941	291.384326	210.656753	715.8642752
Campione 3	EVOO	513.25503	92.9332091	152.003312	82.08366353
Campione 4	VOO	547.144045	287.512109	97.0673278	339.3843541
Campione 5	VOO	547.417371	156.824797	158.612148	363.8516278
Campione 6	VOO	554.249808	91.9651569	414.704674	248.6187835
Campione 7	LOO	504.236141	227.492746	83.0235468	161.0102602
Campione 8	LOO	277.398219	218.780264	165.22099	645.6195436
Campione 9	LOO	826.182042	119.070678	775.712556	653.5121865

4



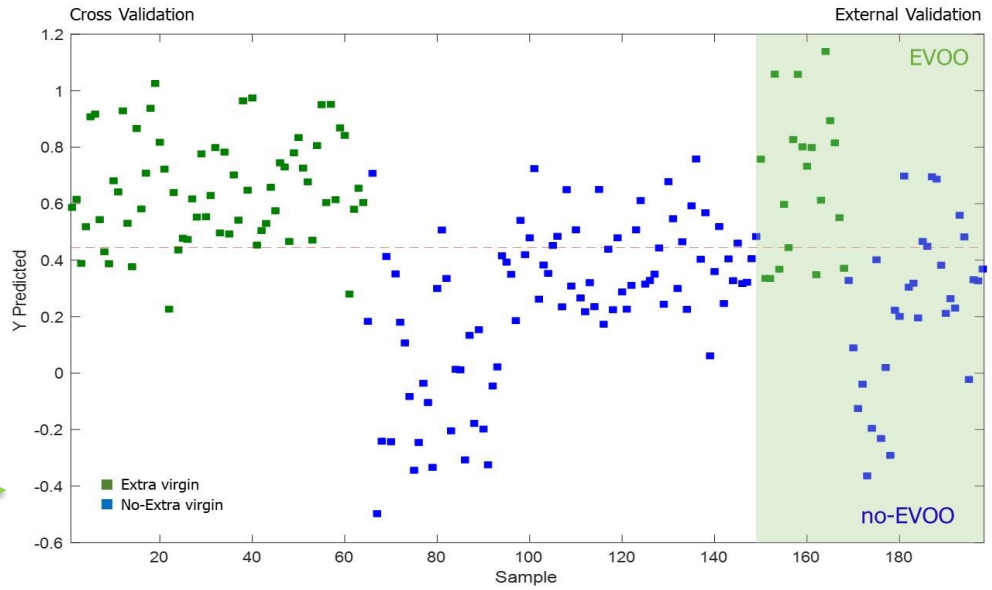
Elaborazione chemiometrica

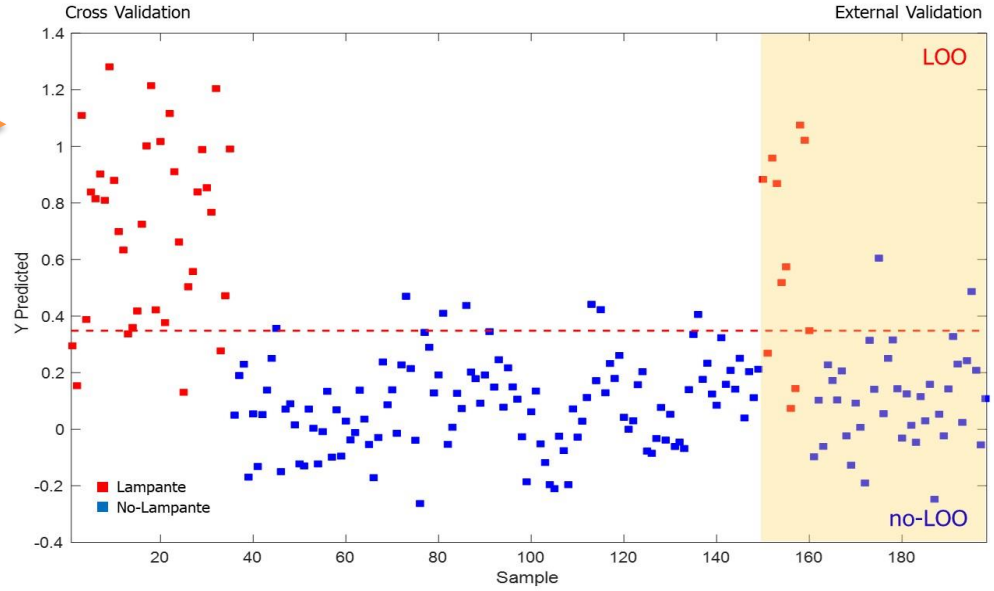
Oleum

Risultati

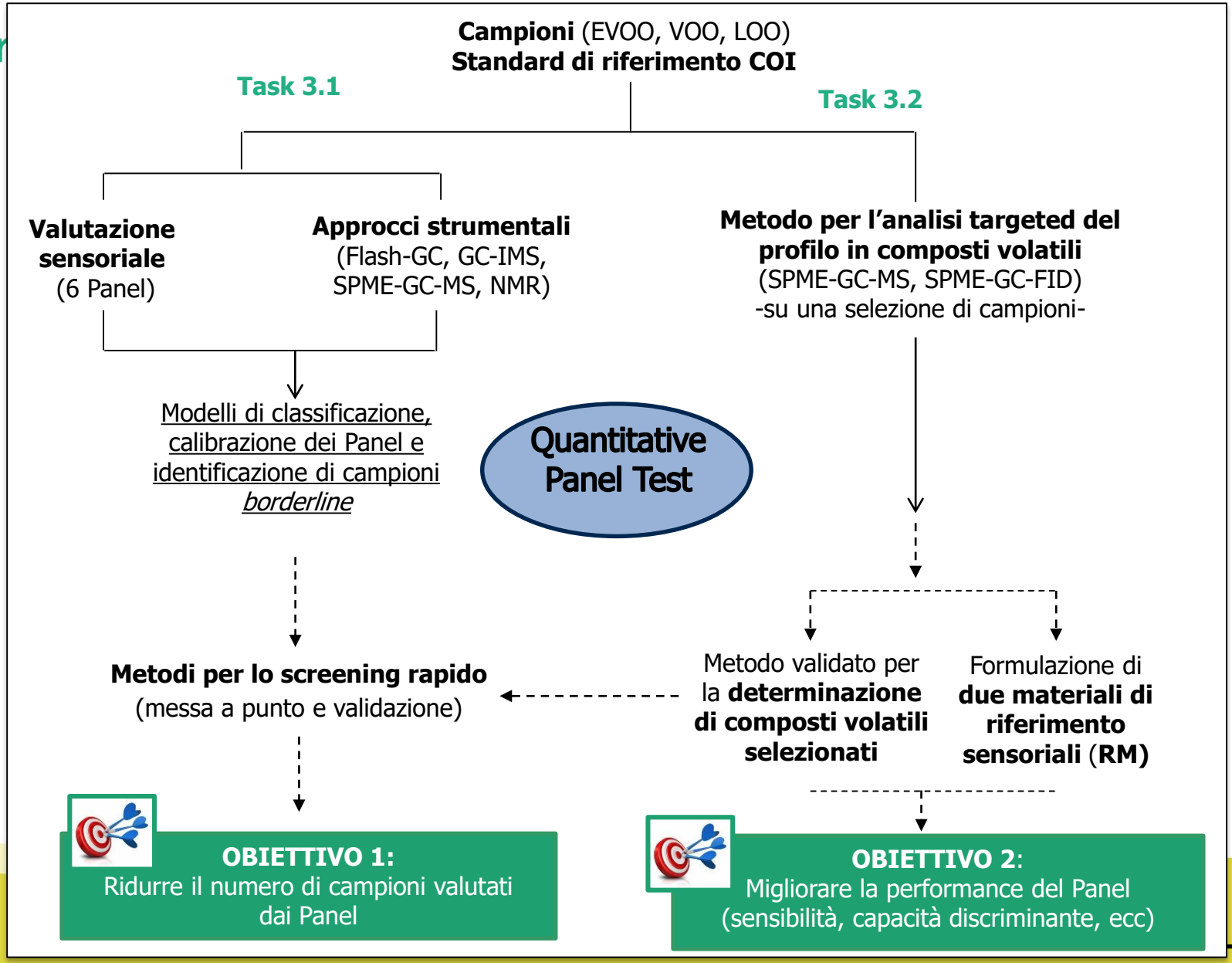
Categoria	*Cross validation*	*Validazione esterna*
EVOO	89.0%	73.7%
no-EVOO	75.3%	76.6%
LOO	85.7%	72.7%
no-LOO	93.8%	94.7%

Percentuali di campioni correttamente classificati usando il modello PLS-DA (EVOO vs no-EVOO; LOO vs no-LOO).





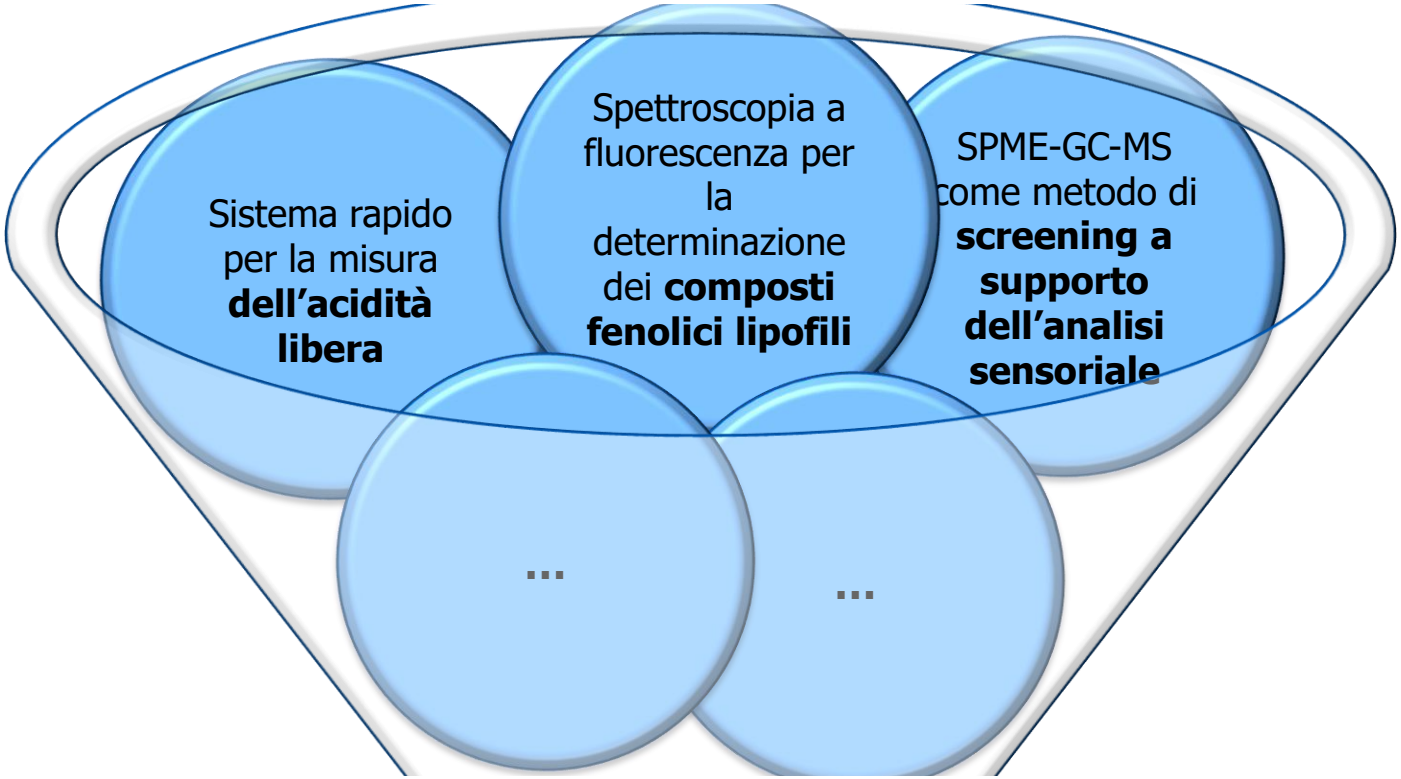
Quantitative Panel Test = 2 materiali di riferimento + metodo di screening + metodo per la determinazione dei composti volatili



Metodi sviluppati e validati internamente

Tecnica Analitica	Analiti
Task 3.1 Quantitative Panel Test development and rapid screening by instrumental methods	
SPME-GC-MS	Composti volatili (non-mirato)
FGC	Composti volatili (non-mirato)
Task 3.2 Volatile compounds: development of a method suitable for quantitation and setting up of artificial and reproducible reference materials	
SPME-GC-FID e SPME-GC-MS	Composti volatili
Task 3.3 Increasing consumer's confidence: development of suitable markers and methods to guarantee OO freshness and predict quality deterioration	
Spettroscopia a fluorescenza	Composti fenolici lipofili bioattivi
Spettroscopia di impedenza elettrica	Acidità libera
Task 3.4 Increasing consumer's confidence on EVOOs health properties: development of methods to determine phenolic compounds	
UHPLC-DAD	Idrossitirosolo, tirosolo e composti derivati (indicazione salutistica)
Task 4.2 Detection of illegal processing (deodorization): analytical tools and markers	
SPE-GC-FID (metodo revisionato)	Etil esteri degli acidi grassi
HPLC-UV-Vis/GC-FID (revisione del metodo)	Etil esteri degli acidi grassi
Task 4.3 Illegal and legal blends between OOs and other vegetable oils: sampling and analytical tools	
SPE-GC-FID	Steroli liberi ed esterificati

METODI VALIDATI INTERNAMENTE



METODI SELEZIONATI PER LA VALIDAZIONE PIENA

Metodo revisionato per la determinazione degli **etil esteri degli acidi grassi**

Determinazione degli **steroli** in forma **libera ed esterificata**

Metodo per la quantificazione dei **composti fenolici** *(claim salutistico)*

Quantitative **Panel Test**: 2 RM + metodo targeted **composti volatili** + metodo di **screening**

Schema e cronologia del processo di validazione piena in OLEUM

Metodi	Selezione del metodo (giu. 19)	* Inizio dei test inter-lab preliminari	Training workshop	Bozza della SOP	** Inizio dei test inter-lab definitivi	Proposta agli organismi di regolamentazione
Metodo da selezionare durante lo sviluppo del progetto OLEUM	**Composti fenolici (claim salutistico)**	**Sett. 19**	**24 Ott. 19 (Siviglia)**	**Gen. 20**	**Mar.20**	**Lug. 20**
Metodo nuovo o revisionato per rilevare miscele di EVOO con soft-deodorati	**Etil esteri degli acidi grassi**					
Metodo basato su principi genomici o metabolomici, nuovo o revisionato, per rilevare miscele illegali di OO con altri oli vegetali	**Steroli liberi ed esterificati**	**Sett. 19**	**11 Dic. 19 (Bologna)**	**Gen. 20**	**Mar.20**	**Lug. 20**
Metodo a supporto del Panel test	**Quantitative Panel Test =** 2 RM + metodo targeted composti volatili + metodo di screening					

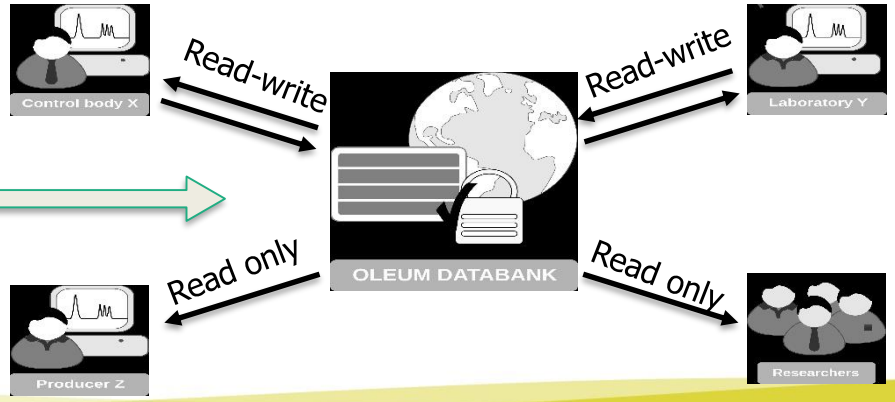
* 2 campioni, > 4 lab.
** 11 campioni, > 8 lab.

OLEUM Databank

OBIETTIVI

- Creare una **piattaforma web open-access** per la raccolta di informazioni, metodi e dati relativi agli oli di oliva, incluso quelli generati dal progetto.
- Raccogliere, ricercare, consultare ed **esportare le informazioni** in un formato standard.
- Sviluppare una strategia per garantire il **mantenimento dell'OLEUM Databank** nel lungo periodo e la sua **accessibilità** mediante un'interfaccia predisposta con la Commissione Europea.

Risultati da WP3 e WP4



OLEUM Network e trasferimento tecnologico

Workshop: problemi identificati

Test definitivi (validazione completa)

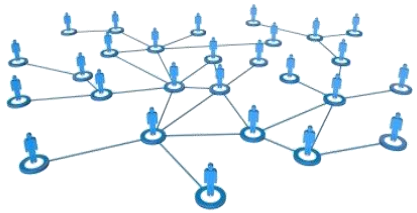
Ampliamento del gruppo internazionale di esperti

Test preliminari per identificare i problemi

Obiettivi

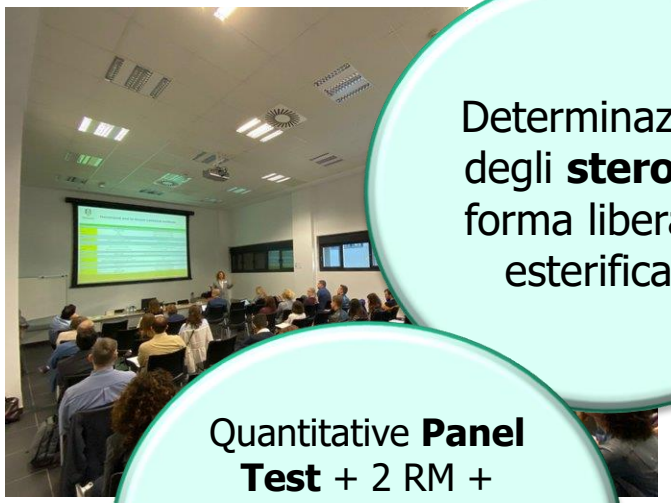
Sviluppo di un Data Management Plan

Trasferimento tecnologico di metodi nuovi/revisionati



Training workshop OLEUM (Siviglia e Bologna)

Metodo revisionato per la determinazione degli **etil esteri degli acidi grassi**



Determinazione degli **steroli** in forma libera ed esterificata

Metodo per la quantificazione dei **composti fenolici** *(claim salutistico)*

Quantitative **Panel Test** + 2 RM + metodo targeted per i **composti volatili** + metodo di **screening**

Oleum

2nd WORKSHOP

Hands on New Analytical Methods for Quality & Authenticity of Olive oil

Wednesday 11th December 2019

Fondazione FICO room
via Paolo Canali, 8 Bologna, Italy (FICO Eataly World)

Comunicazione e divulgazione: highlight

- **Sette articoli** sono stati pubblicati su riviste scientifiche, in modalità **open access**, e depositati in repository adeguati insieme ai relativi dati (quando disponibili).

- I risultati di progetto sono stati presentati in numerose **conferenze scientifiche nazionali** ed **internazionali**.

- Produzione di **materiale di divulgazione** (infografiche, gioco didattico, roll-up, video...).

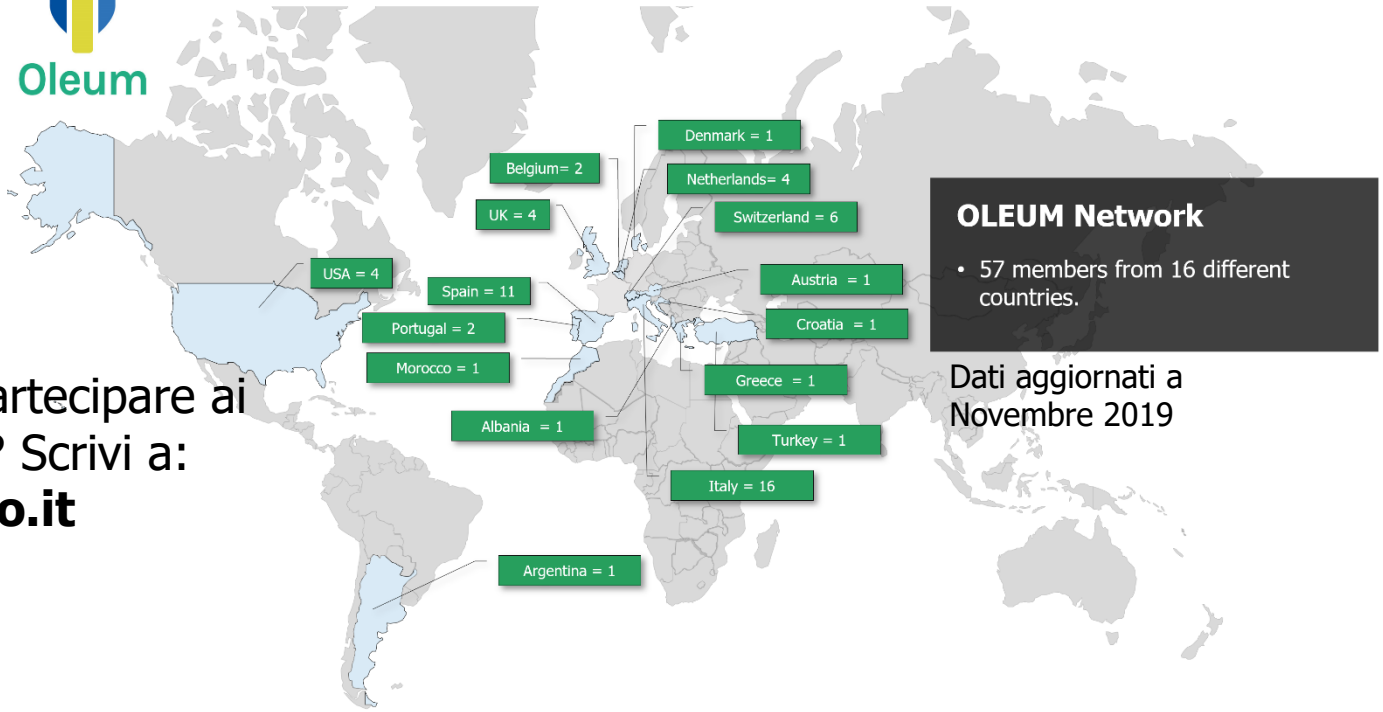
- **Piano di comunicazione e divulgazione.**

Comunicazione e divulgazione: principali conferenze scientifiche

Riassunto dei risultati

- 12 metodi analitici validati internamente fino ad ora (ulteriori elaborazioni e la validazione di altri metodi sono in corso)
- 4 metodi analitici selezionati per la validazione piena
- Attivazione dell'OLEUM Network (circa 70 membri ad ora)
- Costruzione dell'OLEUM Databank

Who is the OLEUM Network?



OLEUM Network

- 57 members from 16 different countries.

Dati aggiornati a Novembre 2019

Sei interessato/a a partecipare ai test inter-laboratorio? Scrivi a: **distal.oleum@unibo.it**

Oleum

http://www.oleumproject.eu

distal.oleum@unibo.it

Prof.ssa Tullia Gallina Toschi

Coordinatrice scientifica del progetto OLEUM

tullia.gallinatoschi@unibo.it

Prof.ssa Alessandra Bendini

Co-coordinatrice scientifica del progetto OLEUM

alessandra.bendini@unibo.it

Dr. Enrico Valli

enrico.valli4@unibo.it

Dr. Sara Barbieri

sara.barbieri@unibo.it

Dr. Filippo Panni

filippo.panni2@unibo.it

Dr. Enrico Casadei

enrico.casadei15@unibo.it

This project has received funding from the European Union's Horizon 2020 research and innovation programme under grant agreement No 635690.

The content of this presentation does not reflect the official opinion of the European Union. Responsibility for the information and views expressed therein lies entirely with the author(s).