



Ministero delle politiche
agricole alimentari e
forestali
LABORATORIO DI CATANIA



ICQRF- Tutela qualità e repressione frodi: l'attività analitica del laboratorio di Catania

Dr.ssa Valentina Pantò

Responsabile Settore Prodotti da Agricoltura Biologica

Laboratorio ICQRF di Catania





*Dipartimento dell'Ispettorato centrale della tutela della qualità
e repressione frodi dei prodotti agro-alimentari (ICQRF)*

**L'ISPETTORATO CENTRALE REPRESSIONE FRODI,
ISTITUITO CON LA LEGGE N. 462/86, E' L'ORGANO
TECNICO DELLO STATO PREPOSTO ALLA PREVENZIONE E
REPRESSIONE DELLE INFRAZIONI NELLA PREPARAZIONE
E NEL COMMERCIO DEI PRODOTTI AGROALIMENTARI E
DELLE SOSTANZE DI USO AGRARIO E FORESTALE**



- E' stato istituito come *Ispettorato centrale repressione frodi*, con la legge 7 Agosto 1986, n. 462; a seguito dell'approvazione della Legge Finanziaria 2007 ([Legge 27 Dicembre 2006, n. 296, comma 1047](#)), dal 1° gennaio 2007 l'Ispettorato centrale repressione frodi ha cambiato il nome in **Ispettorato centrale per il controllo della qualità dei prodotti agroalimentari**, assumendo l'acronimo di ICQ.
- Il D.P.R. 22 luglio 2009, n. 129, recante “Riorganizzazione del Ministero delle politiche e forestali”, l'Ispettorato centrale per il controllo della qualità dei prodotti agroalimentari ha assunto la nuova denominazione di **“Dipartimento dell'Ispettorato centrale della tutela della qualità e della repressione frodi dei prodotti agro-alimentari”** assumendo l'acronimo di “ICQRF”
- L'Ispettorato opera con organico proprio e propria organizzazione amministrativa e contabile



E' articolato in *due direzioni generali*, entrambe situate a Roma che, secondo il nuovo decreto sono:

- Direzione generale della vigilanza per la qualità e la tutela del consumatore (VICO)*
- Direzione generale della prevenzione e del contrasto alle frodi agro-alimentari(PREF)*

- Su tutto il territorio nazionale vi sono *12 Uffici Periferici Dirigenziali*, con *17 Sedi Distaccate*. Vi è inoltre una rete di Laboratori, accreditati da ACCREDIA, comprendente *5 laboratori chimici dirigenziali* che analizzano i campioni prelevati dai vari uffici ispettivi.
- Il Laboratorio di Catania è il ***Laboratorio di riferimento in ambito nazionale per il controllo dei prodotti da agricoltura biologica***
- A Roma si trova il *Laboratorio Centrale* che effettua le Analisi di Revisione, la sua missione , oltre ad essere il laboratorio interno di riferimento, è quella di valutare la qualità delle analisi chimiche e di migliorare i metodi chimici di analisi.



AMMINISTRAZIONE CENTRALE



UFFICI PERIFERICI



SEDI DISTACCATE



LABORATORI





- I settori di intervento controllati dall'Ispettorato sono: etichettatura e presentazione dei prodotti agro-alimentari; prodotti DOP, IGP,STG; settore vitivinicolo; olio di oliva; prodotti lattiero-caseari; prodotti da agricoltura biologica; derivati dei cereali (paste alimentari, farine, semole, prodotti dolciari da forno); miele; conserve vegetali; uova; sementi; mangimi; fertilizzanti e biostimolanti; prodotti fitosanitari.
- Alcune recenti norme hanno ampliato le competenze dell'Ispettorato che, infatti, ai sensi della *Legge 11 Novembre 2005, n. 231*, svolge controlli finalizzati al contrasto dell'irregolare commercializzazione dei prodotti agroalimentari provenienti da Paesi comunitari ed extracomunitari.
- In attuazione della *Legge 29 Aprile 2005, n. 71*, effettua programmi straordinari di controllo a sostegno delle produzioni agricole colpite da crisi di mercato, per contrastare fenomeni fraudolenti che provocano concorrenza sleale tra gli operatori.



- L'ICQRF opera in *collaborazione con altri organi di controllo, come il Comando Carabinieri Politiche Agricole, la Guardia di Finanza, il Corpo Forestale dello Stato, i Carabinieri, la Polizia, il Comando Carabinieri per la Tutela della Salute, l'Agenzia delle Dogane;*



Nel 2012 il Laboratorio di Catania ha effettuato circa 101500 determinazioni nei vari settori di competenza

Settori analitici operanti presso il laboratorio di Catania:

- 1) Settore vitivinicolo
- 2) Settore succhi derivati ed additivi
- 3) Settore prodotti da agricoltura biologica
- 4) Settore fertilizzanti
- 5) Settore sementi
- 6) Settore oleario
- 7) Settore fitofarmaci
- 8) Settore analisi isotopica



Nel **Settore Vitivinicolo**, oltre alle tipiche determinazioni (grado alcolico, acidità volatile, anidride solforosa etc.), vengono eseguite le analisi isotopiche, applicando tecniche all'avanguardia quali la spettrometria di massa isotopica (IRMS) e la risonanza magnetica nucleare (NMR) per la determinazione dei rapporti degli isotopi stabili di alcuni elementi quali: $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$, $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$, D/H. Tali determinazioni hanno la finalità di accertare la veridicità dell'origine dichiarata e l'eventuale aggiunta di zuccheri esogeni (zucchero di barbabietola o canna) e/o acqua, pratiche non consentite in Italia.



L'attività analitica svolta settore **succhi derivati ed additivi** (Reg CE 1333/2008 additivi, Dlgs.50/2004 confetture, Dlgs. 151/2004 succhi frutta, Dlgs.51/2004 zuccheri)

I controlli effettuati dal laboratorio sono fondamentalmente di tre tipologie:

- Controllo del titolo degli additivi dichiarati e della conformità con i limiti di legge in funzione della tipologia di prodotto;
- Controllo della presenza di eventuali additivi non dichiarati ed effetto carry-over;
- Controllo della conformità degli additivi alle specifiche definite dalle norme.

Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 1: nitrati in prosciutto crudo DOP**

Il disciplinare stabilisce che per la salagione venga utilizzato esclusivamente sale marino, essendo del tutto vietato, nel corso dell'intera preparazione, l'uso di altre sostanze chimiche, di conservanti ed additivi.

Struttura di controllo prevista dall'articolo 10 del Regolamento CE n. 510/2006. Ogni fase del processo produttivo viene monitorata documentando per ognuna gli input e gli output e attraverso l'iscrizione in appositi elenchi, gestiti dalla struttura di controllo, degli allevatori, macellatori, sezionatori, dei produttori, degli stagionatori, dei porzionatori/affettatori.

I controlli e la certificazione DOP sono affidati ad un organismo incaricato dal Ministero delle politiche agricole alimentari e forestali.



Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 1: nitrati in prosciutto crudo DOP**

Il laboratorio di Catania ha analizzato circa venti campioni di prosciutto crudo per riscontrare la presenza di nitrati.

I risultati hanno dimostrato la presenza di nitrati in cinque campioni con contenuti variabili da circa 80 a 180 mg NaNO_3/kg (il limite per i prodotti carnei, ove consentito, è di 300 mg NaNO_3/kg).

Le indagini hanno evidenziato una possibile sostituzione delle mattonelle di prosciutto tra i vari passaggi della lavorazione che coinvolgono diverse figure (produttore, disossatore, affettatore).

Violazioni:

Decreto Legislativo 19 novembre 2004, n. 297 art. 1 (Protez. DOP e IGP)

Codice Penale art. 515 e 517 bis



Controllo degli additivi



- **ESEMPIO 2: metalli pesanti in solfato di calcio**

Il laboratorio di Catania ha analizzato un campione di solfato di provenienza cinese impiegato come caglio per la produzione di TOFU dal latte di soia.

★ Regolamento (UE) n. 231/2012 della Commissione, del 9 marzo 2012, che stabilisce le specifiche degli additivi alimentari elencati negli allegati II e III del regolamento (CE) n. 1333/2008 del Parlamento europeo e del Consiglio ⁽¹⁾



E 516 SOLFATO DI CALCIO

Formula chimica	$\text{CaSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (n = 0 o 2)
Peso molecolare	136,14 (anidro), 172,18 (diidrato)
Tenore	Non meno del 99,0 % su base anidra
Descrizione	Polvere fine, inodore, da bianca a leggermente bianca- giallastra
Identificazione	
Test del calcio	Positivo
Test del solfato	Positivo
Solubilità	Leggermente solubile in acqua, insolubile in etanolo
Purezza	
Perdita all'essiccazione	Anidro: non più dell'1,5 % (250 °C, fino a peso costante) Diidrato: non più del 23 % (250 °C, fino a peso costante)
Huoruri	Non più di 30 mg/kg
Selenio	Non più di 30 mg/kg
Arsenico	Non più di 3 mg/kg
Piombo	Non più di 2 mg/kg
Mercurio	Non più di 1 mg/kg



kinugoshi tōfu きぬごし豆腐

Controllo degli additivi



- **ESEMPIO 2:** metalli pesanti in solfato di calcio

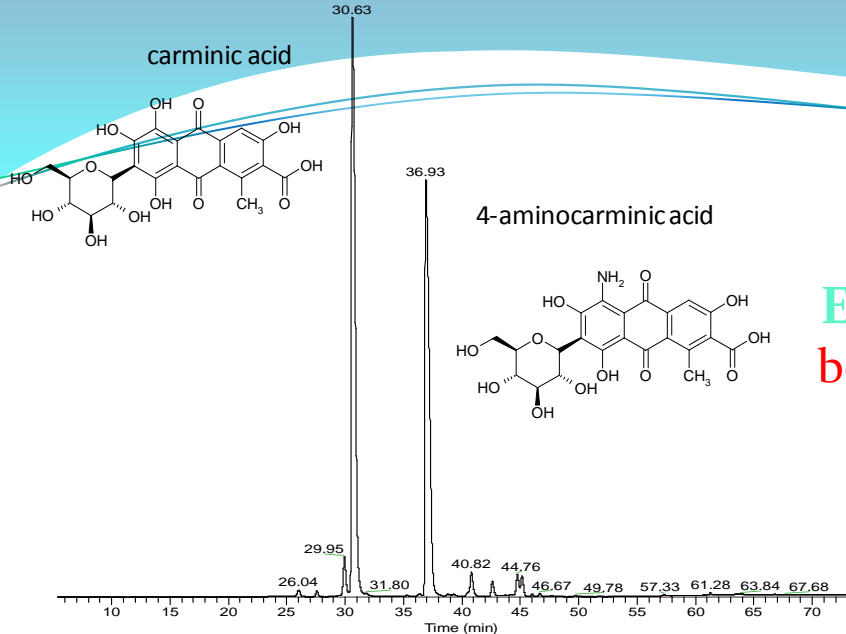
Il campione è risultato irregolare perché il tenore di piombo riscontrato (14.3 ± 2.5 mg/kg) era superiore al limite previsto dalla normativa vigente (2 mg/kg).

Violazioni: Legge 283/1962 art. 5 lettera g



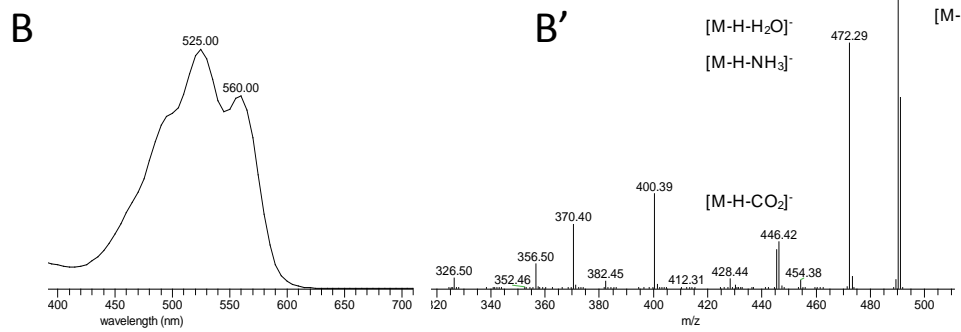
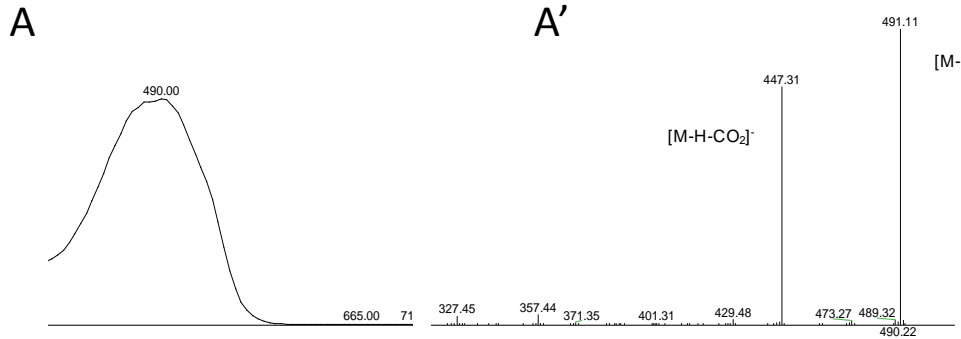
(L'importatore di un prodotto alimentare confezionato all'estero, sia esso un commerciante all'ingrosso o al dettaglio, risponde del reato di immissione in commercio di prodotto alimentare non conforme alla normativa di settore se non adempie l'obbligo di verificarne la conformità mediante controlli tali da garantire la qualità del prodotto, anche se importato in confezioni originali.)

Fiuggi 3-6 dicembre 2012



ESEMPIO 3 : Acido 4-amminocarminico in bevande e additivi a base di cocciniglia (E120)

- RT > 7 min da quello dell'acido carminico;
- UV-Vis a pH 1 Max di Abs a 530 e 565 nm circa, (E120 Max Abs a 490 nm);
- ESI/MS con m/z differenti di una unità di massa atomica;
- Acido Carminico solo la perdita di CO₂ (m/z 447);
- Acido Amminocarminico perdita di CO₂ (m/z 446) la contestuale perdita di H₂O e/o NH₃ (m/z 472) e un ulteriore frammento a m/z 400 una;
- ¹H-NMR, ¹³C-NMR, sul prodotto purificato struttura simile;
- (CHNS) analisi elementale: C₂₂H₂₁NO₁₂



- Aminocarminic acid is not present in the lists of authorized additives (EC Reg. 1333/2008) and there are no current studies on its toxicity.
- 50% di irregolarità nel 2012.

Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 4: carry-over da preparazione enzimatica**

Il laboratorio di Catania ha analizzato dei campioni di **latte di riso** da agricoltura biologica, che in etichetta riportavano la dicitura **SENZA CONSERVANTI**.

Il risultato delle analisi evidenziava la presenza di circa 10 mg/l di acido sorbico e 40 mg/l di acido benzoico.

Violazioni:

Codice Penale art. 515 (Frode in commercio), 517 e 517 bis (Vendita di prodotti industriali con segni mendaci e circostanza aggravante), Reg. CE 834/2007 (Produzione biologica e relativa etichettatura).



Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 4: carry-over da preparazione enzimatica**

Difesa della parte si afferma che non sussistono gli elementi del reato contestato dall'ICQRF per i seguenti motivi:

1. La presenza dei conservanti acido sorbico ed acido benzoico sarebbero da attribuire ad un effetto “**carry-over**”, dovuto all'impiego di un formulato enzimatico (coadiuvante tecnologico) contenente tali additivi, impiegati come “stabilizzanti” dello stesso.
2. L'uso di tale formulato sarebbe giustificato da impellente necessità tecnologica, per permettere la dispersione delle sostanze nutritive contenute nelle matrici di partenza in mezzo acquoso;



Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 4: carry-over da preparazione enzimatica**

3. Secondo il Reg. CE n. 889/2008, art. 27 lettera B), le preparazioni a base di **enzimi normalmente utilizzate nella trasformazione degli alimenti** possono essere impiegate per la trasformazione di prodotti biologici;
4. Gli acidi riscontrati **non possono svolgere nel prodotto finito alcuna funzione di conservante in quanto la bevanda ha un valore di pH superiore al loro range ottimale di attività**. Pertanto sostengono che sia lecito affermare l'assenza di conservanti nel prodotto, con la dicitura “senza conservanti” sulla confezione;



Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 4: carry-over da preparazione enzimatica**

5. Ai sensi del D.Lgs. 109/92, art. 7, esenzioni dall'indicazione degli ingredienti, **non sono considerati ingredienti:**
- gli additivi, la cui presenza nel prodotto alimentare è dovuta unicamente al fatto che erano contenuti in uno o più ingredienti di detto prodotto, purché essi non svolgano più alcuna funzione nel prodotto finito, secondo quanto stabilito dai decreti ministeriali adottati ai sensi degli artt. 5, lett. g), e 22 della L. 30.4.62, n. 283;



Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 4: carry-over da preparazione enzimatica**

5. Ai sensi del D.Lgs. 109/92, art. 7, esenzioni dall'indicazione degli ingredienti, **non sono considerati ingredienti:**

-i coadiuvanti tecnologici; ovvero sostanze che sono volontariamente utilizzate nella trasformazione di materie prime e che possono dar luogo alla presenza, non intenzionale ma tecnicamente inevitabile, di residui di tale sostanza o di suoi derivati nel prodotto finito, a condizione che questi residui non costituiscano un rischio per la salute e non abbiano effetti tecnologici sul prodotto finito.



Controllo degli additivi

● ESEMPIO 4: carry-over da preparazione enzimatica

Le nostre considerazioni:

Il Reg. (UE) n. 1130/2011 nell'Allegato III, Parte 3, **stabilisce le quantità massime di additivi alimentari negli enzimi alimentari** (utilizzati sia come coadiuvanti che come additivi). In particolare i contenuti massimi di acido sorbico e di acido benzoico riscontrabili nelle bevande per effetto "carry-over" dall'enzima, sono pari a 10 e 0,85 mg/l rispettivamente.

PARTE 3

Additivi alimentari, compresi i coadiuvanti, negli enzimi alimentari (*)

N. E dell'additivo alimentare aggiunto	Denominazione dell'additivo alimentare aggiunto	Quantità massima nella preparazione enzimatica	Quantità massima nell'alimento finale escluse le bevande	Quantità massima nelle bevande	Utilizzabile come coadiuvante?
E 170	Carbonato di calcio	<i>quantum satis</i>	<i>quantum satis</i>	<i>quantum satis</i>	Sì
E 200	Acido sorbico	20 000 mg/kg (singolarmente o in combinazione, espresso come acido libero)	20 mg/kg	10 mg/l	
E 202	Sorbato di potassio				
E 210	Acido benzoico	5 000 mg/kg (singolarmente o in combinazione, espressi come acido libero)	1,7 mg/kg	0,85 mg/l	
E 211	Benzoato di sodio	12 000 mg/kg nel caglio	5 mg/kg nei formaggi per i quali si è utilizzato il caglio	2,5 mg/l nelle bevande a base di siero per le quali si è utilizzato il caglio	



Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 4:** carry-over da preparazione enzimatica

Le nostre considerazioni:

Il claim “**senza conservanti**” presente sulla confezione, trae in inganno il consumatore che crede di acquistare un prodotto privo di tali sostanze chimiche, indipendentemente dalla capacità delle stesse di svolgere la loro funzione. La sola presenza di tali sostanze, in quantità rilevabile analiticamente nel prodotto finito, è in contrasto con la dicitura evidenziata.



Controllo degli additivi

- **ESEMPIO 4: carry-over da preparazione enzimatica**

Le nostre considerazioni:

La consapevolezza della presenza dei conservanti nella preparazione enzimatica impiegata e del loro effetto trascinamento nel prodotto finito, determina **il dolo per aggiunta intenzionale al di sopra dei limiti massimi consentiti dal Reg. UE 1130/2011 e contestuale utilizzo del claim “senza conservanti”** in una bevanda biologica che, come prerequisite, non può contenere né acido benzoico né acido sorbico, secondo il Reg. CE n. 889/2008.





L'attività analitica svolta dal **settore fertilizzanti** è rivolta alla valutazione della loro conformità ai requisiti stabiliti dal Reg. CE 2003/2003 e succ. modd. e dal D.L.vo n. 75/2010 e succ. modd.

A tal fine il Laboratorio esegue:

- Controllo della rispondenza dei titoli in elementi fertilizzanti principali (N, P, K), secondari (Ca, Mg, Na, S) e microelementi (B, Co, Cu, Fe, Mn, Mo, Zn) ai valori dichiarati in etichetta per tutti i concimi minerali CE e Nazionali ed i concimi organici ed organo-minerali;
- Conformità delle varie tipologie di prodotti previsti dal D.L.vo n. 75/2010, quali: ammendanti, correttivi, prodotti ad attività speciale, ecc.
- Controllo del contenuto in metalli pesanti per tutte le tipologie di ammendanti e di concimi organici ed organo-minerali, prodotti a partire da rifiuti provenienti da attività agroindustriali o frazione organica di RSU provenienti da raccolta differenziata;
- Controllo della eventuale illecita presenza di molecole di sintesi con attività fitoiatrice (fitormoni) in prodotti commercializzati come concimi;

Il settore dei **fitofarmaci** viene monitorato con la finalità di accertare la conformità dei prodotti in base a quanto dichiarato in etichetta ed alla normativa di riferimento (D.L.vo 17 marzo 1995 n. 194 e successive modifiche, Regolamento (CE) n. 1107/2009, D.M. 9/06/1997, Allegato I).

Nel settore **sementi** vengono sottoposti a controllo campioni di sementi (cereali, foraggere, oleaginose e da fibra, ortive ornamentali e da fiore), appartenenti alle categorie di base, certificate, commerciali.

Le determinazioni eseguite riguardano principalmente l'analisi della purezza e la determinazione del numero di semi estranei, l'analisi della germinabilità, la determinazione dell'umidità, il controllo della calibratura dei semi, l'identificazione varietale di frumento e orzo con metodo elettroforetico.



Nel settore **Oleario** l'accertamento analitico è rivolto alla verifica della conformità in riferimento alle varie norme che ne regolano la produzione e commercializzazione (Reg. CE 2568/91 e succ. agg.)

- Acidi grassi
- Acidità
- N di perossidi
- Steroli
- Cere
- Alchilesteri
- Spettrometria UVVIS
- Analisi sensoriale (Panel test) in corso di formazione

Il settore **prodotti da agricoltura biologica** svolge attività di controllo su campioni prelevati su tutto il territorio nazionale nazionale da funzionari ispettivi

Per l'analisi multiresiduale finalizzata a svelare l'eventuale illecito impiego di fitofarmaci non consentiti, il laboratorio impiega il metodo **QuEChERS (Quick Easy Cheap Effective Rugged Safe)**, in conformità alla norma UNI EN 15662:2009. Il metodo viene applicato nell'ottica di dover rilevare quantità di principi attivi maggiori o uguali a 0,010 mg/kg, cioè valori notevolmente inferiori agli LMR (Limiti Massimi Residui) previsti per i prodotti da agricoltura convenzionale che in genere sono di due o tre ordini di grandezza superiori.

Riferimenti normativi:

- **Reg Ce 834/2007** relativo alla produzione biologica e all'etichettatura dei prodotti biologici, **Reg (CE) 889/2008** recante modalità di applicazione del regolamento (CE) n 834/2007 relativo alla produzione e all'etichettatura dei prodotti biologici, per quanto riguarda lamproduzione biologica, l'etichettatura e i controlli
- **D.M. 13 gennaio 2011** Contaminazioni accidentali e tecnicamente inevitabili di prodotti fitosanitari in agricoltura biologica.

DIPARTIMENTO



ISPETTORATO CENTRALE DELLA TUTELA DELLA QUALITA'
E REPRESSIONE FRODI DEI PRODOTTI AGROALIMENTARI

Semi di lino da agricoltura biologica : Provenienza Ucraina

Imidacloprid: 0,195 mg/kg

Chlorpiriphos E: 0,500 mg/kg

Residui e livelli massimi di residui di antiparassitari (mg/kg)

(*) Indica il limite inferiore di determinazione analitica.

Pesticides - Web Version - EU MRLs (File created on 16/05/2013 10:35)		
Numero di codice	Gruppi ed esempi di singoli prodotti ai quali si applicano gli LMR (a)	Imidacloprid
401010	Semi di lino	0,05*
Numero di codice	Gruppi ed esempi di singoli prodotti ai quali si applicano gli LMR (a)	Clorpirifos (F)
401010	Semi di lino	0,05*
Substance	Legislation	Entry in to force
Imidacloprid	Reg. (EU) No 893/2010	10/10/2010
Imidacloprid	Reg. (EC) No 459/2010	29/05/2010
Imidacloprid	Reg. (EC) No 839/2008	01/09/2008
Imidacloprid	Reg. (EC) No 149/2008	01/09/2008

Allerta sanitario

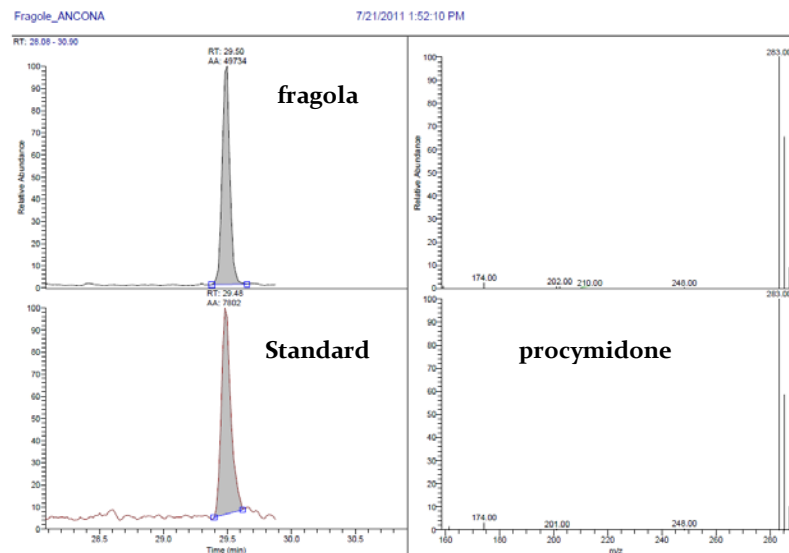
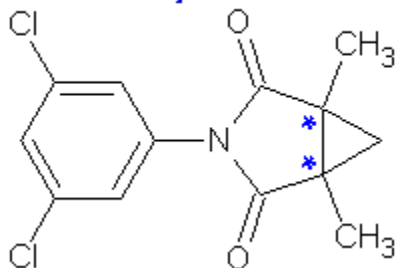


Caso reale: procymidone (0,049 mg/kg) in fragola da agricoltura biologica

Pesticide Class
Mode of Action

Dicarboximide
Fungicide

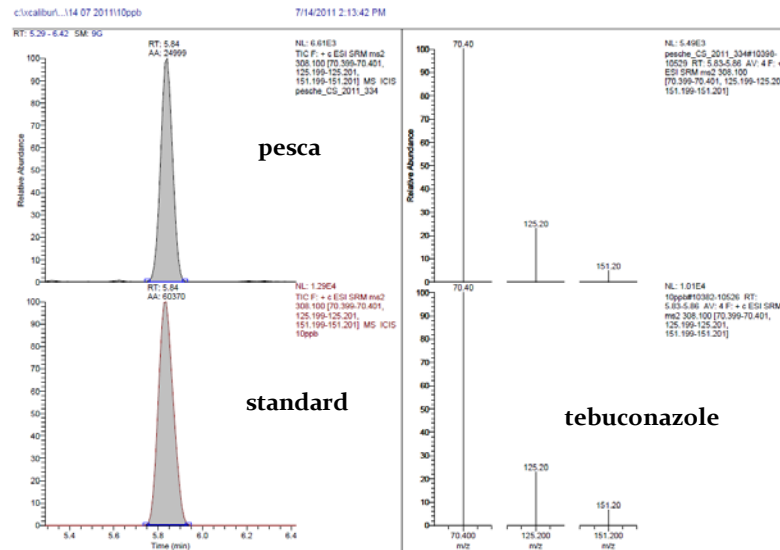
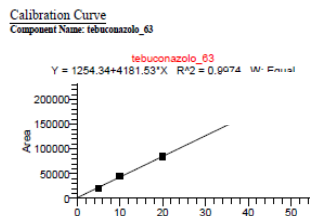
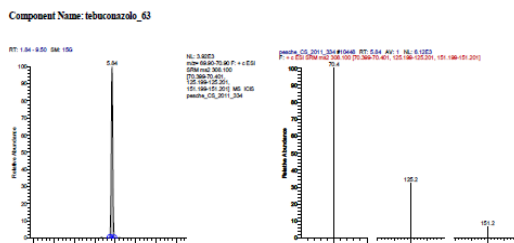
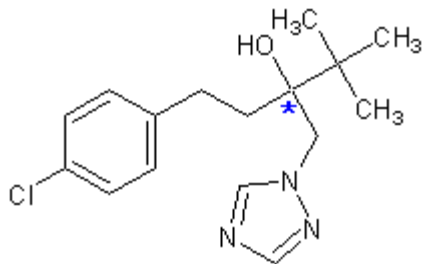
Procymidone



Caso reale: tebuconazole (0,018 mg/kg) in pesca da agricoltura biologica

Pesticide Class	Dicarboximide
Mode of Action	Fungicide

Tebuconazole



DIPARTIMENTO



ICQRF

ISPettorato CENTRALE DELLA TUTELA DELLA QUALITA'
E REPRESSIONE FRODI DEI PRODOTTI AGROALIMENTARI

Grazie per l'attenzione