MINISTERIO
DE AGRICULTURA, PESCA
Y ALIMENTACIÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE
INDUSTRIA AGROALIMENTARIA Y
ALIMENTACIÓN

SUBDIRECCIÓN GENERAL DE
ANALISIS Y NORMALIZACION DE
METODOLOGIA ANALITICA
AGROALIMENTARIA

CALIDAD DEL ACEITE DE OLIVA. ANALISIS Y REGLAMENTACION

Las regulaciones de la UE relacionadas con los límites del aceite de oliva, se contemplan en diferentes Reglamentos (ver anexos).

En los últimos años se han firmado convenios entre el CODEX, la UE y el Consejo Oléicola Internacional, siendo muy importante el establecido entre estos dos últimos, ya que cualquier resolución aprobada en la Asamblea del COI, será en principio aceptada por la Comisión (ejemplo: nuevo límite del estigmastadieno, R (CE) 702/2007), pero mediante estos convenios, también se ha trasladado al COI cierta responsabilidad en cuanto al estudio de nuevos métodos que resuelvan los problemas que, aun con la extensa legislación, al respecto, tiene todavía el aceite de oliva, existiendo un programa de prioridades confeccionado con la opinión de los estados miembro.

Estos convenios van a armonizar las tres fuentes de legislación, evitando los problemas que se han planteado en el pasado, por culpa de algunos límites o incluso, por el empleo de diferentes métodos.

Aunque la calidad se define de manera formal por la ISO como el **conjunto de los aspectos y características de un producto o servicio que responden a necesidades declaradas o implícitas**, lo más normal es definir la calidad como un **conjunto de características que son deseables en cualquier caso y que permite compararlo con otros de su misma especie**, y en este caso, se entiende que los principales factores que contribuyen a la calidad del aceite de oliva son:

a) Características organolépticas
b) Aspectos nutricionales
c) Ausencia de contaminantes y defectos
d) Estabilidad de las características
e) Imagen vinculada a la tradición culinaria, patrimonio cultural y social

www.mapa.es
sgcontalim@mapya.es

Ctra. de La Coruña, Km. 10,7
28071 MADRID
TEL: 913474945
FAX: 913474941

El aceite de oliva virgen extra se caracteriza por un aroma agradable, tan apreciado actualmente por los consumidores, que ha provocado, a pesar de su mayor precio, un incremento notable del consumo en los recientes años.

Los aceites de oliva vírgenes extra son obtenidos de frutos sanos, utilizando procesos de extracción que producen cambios mínimos en la composición del aceite.

Pero la calidad se puede deteriorar, como es sabido por las siguientes causas:

a) Maduración incompleta de las aceitunas, recolección defectuosa, lesiones. Se producen normalmente procesos hidrolíticos en los que aparecen ácidos grasos libres y que se evalúan esencialmente por la acidez que se ha disminuido con respecto a las primeras legislaciones, buscando una mayor calidad.

b) Procesos fermentativos que se generan esencialmente durante el almacenamiento previo a la obtención del aceite y que dan lugar a los principales defectos, tales como el atrojado que se produce a partir de aceitunas en estado avanzado de fermentación o el avinagrado, debido a las altas concentraciones de ácido acético, acetato de etilo e incluso etanol.

c) Moho-humedad, aroma debido al almacenamiento de la aceituna en condiciones humedad ambiente y temperatura elevada, con lo que se produce el desarrollo de mohos.

d) Procesos oxidativos que dan lugar en una fase primaria de autoxidación con el oxígeno del aire para dar hidroperóxido, que son determinados por el índice de peróxidos, reacción de óxido-reducción entre los peróxidos y el ioduro potásico. Si la oxidación continúa se forman compuestos más oxidados: α-acetonas, aldehidos saturados o insaturados, ácidos volátiles, hidrocarburos, que absorben a 270 nm en U.V Esta oxidación se facilita con la instauración de los ácidos grasos, temperatura, presencia de agentes catalizadores tales como el Fe y el Cu, o de enzimas como las lipoxigenasa que también catalizan la oxidación de los ácidos grasos, etc. Estos compuestos, producto de la oxidación secundaria también son cuantificados con pruebas como las de Kreiss, métodos de la Anisidina, TBA o índices como el de Totox, pero hoy día, se ha intentado dar un paso adelante con métodos de HPLC que analizan los hidroperóxidos u otros compuestos formados individualmente, o bien, por

CG-MS con inyección de espacio de cabeza, que identifica y cuantifica los compuestos volátiles producido en la mencionada oxidación secundaria, como hexano, hexanal y 2-hexenal, muy relacionado sensorialmente con la rancidez.

Las características recogidas en los apartados B) y C) son esencialmente determinadas por evaluación sensorial.

El aceite, es quizás, el único producto alimentario con una legislación que especifica separadamente los criterios de pureza y de calidad, aunque a veces hay determinaciones que se podrían clasificar en ambos grupos de pruebas, tal como las ceras que si bien sirven para detectar fraudes de mezcla con el aceite de oliva virgen con aceites de orujo, también se eleva su contenido en aceites viejos por reacción entre los ácidos grasos libres y los alcoholes alifáticos, lo que se puede considerar como un deterioro de la calidad.

Esta división es importante porque en el caso incumplimiento de los límites para los parámetros de calidad, se puede pasar de una categoría declarada a otra, pero muchos países consideran que una falta de pureza es un fraude que debe ser sancionado de manera muy rigurosa y en muchos casos ni se sabe que destino darle al aceite, ya que su destrucción como en otros alimentos es compleja y tiene problemas medioambientales.

Pero resumiendo, para conocer la calidad del aceite, se deben determinar los siguientes parámetros principalmente que dependen esencialmente de las aceitunas utilizadas, de los procesos de extracción y de refinado en su caso y de las condiciones de conservación del aceite:

- La Acidez
- El índice de peróxidos
- K_{270}, K_{232} y ΔK
- La evaluación sensorial

Todos ellos recogidos en el R(CE) 2568/91 para los 8 tipos de aceites que se contemplan y cuyos valores han sufrido algunas modificaciones (caso de la acidez).

Estos límites dependen de un acuerdo general, alcanzado por gran número de expertos en análisis, investigadores y administraciones implicados en el control oficial y cualquier modificación, debe ser cuidadosamente chequeada para impedir el desarrollo de fraudes. A pesar de este comentario, el R (CE) 2568/91, ha sufrido 19 modificaciones hasta llegar al R (CE) 702/2007, donde se ha incluido un nuevo método de ceras y la determinación de la 2-monopalmitina. Es la legislación analítica más completa y detallada de todos los productos alimenticios (ver cuadro), y además con la peculiaridad que contiene conjuntamente límites y métodos, por lo que también se puede considerar la de mayor alcance.

Hemos dejado sin mencionar el percloroetileno y otros "disolventes halogenados" que se han escondido y han desaparecido del Anexo I del R (CE) 702/2006, encontrándolos en el artículo 7, en donde se especifica también que serán aplicables, las disposiciones comunitaria sobre contaminantes, legislación que sólo contempla para el aceite en el R (CE) 208/2005, que fija un límite para los policíclicos aromáticos (2µg/kg para el benzo (a) pireno en los aceites) y más recientemente, el R (CE) 199/2006 que tiene en cuenta los PCB y dioxinas en productos alimenticios en general.

Pero evidentemente, hay otras pruebas de calidad que se deberían mencionar, aunque no están legislados, tales como:

- Humedad e impurezas que se determinan teniendo en cuenta los perjuicios que pueden ocasionar al aceite de oliva virgen y por motivos económicos, ya que cuando se producen transacciones hay que disminuir el porcentaje de agua e impurezas mecánicas.
- Las trazas metálicas que como se ha dicho anteriormente, pueden actuar como catalizadores de oxidación (Hierro y Cobre principalmente), que no se contemplan en la legislación de la UE pero sí en la del COI y CODEX.
- La determinación de fenoles, mejor dicho, de Biofenoles que son motivo de gran atención en los estudios prioritarios del Consejo Oleícola Internacional, ya que se viene utilizando junto con el Rancimat como una medida de estabilidad, lo cual es importante comercialmente para saber el comportamiento futuro de la calidad del aceite. En el momento actual, está en vías de aprobación, un método que evalúa solamente los ortodifenoles que se ha demostrado que son los que actúan realmente como antioxidante, aunque no se descartan otros métodos que evalúan los biofenoles por HPLC y que

dan una buena información en aceites frescos, incluso, sobre las características varietales y también se relacionan con algunas características organolépticas, como el amargor. Ambos métodos son complementarios y su determinación es importante de cara al consumidor. También para determinar el contenido total de antioxidantes, se ha desarrollado una nueva instrumentación, (Photochem), basado en la reacción de un reactivo quimioluminiscente, que reacciona con cualquier sustancia antiradicalaria incluyendo los tocoferoles naturales del aceite.

- Es también de destacar que algunos parámetros en estudio para detectar los aceites desodorizados, han terminado utilizándose como parámetros de calidad en cuanto al envejecimiento y deterioro del aceite. En este sentido, podríamos hablar de los esteres alquílicos totales y la relación entre los esteres etílicos y metélicos, que si bien se forman durante el proceso de desodorización, proceden también de aceitunas fermentadas y de mala calidad. En la misma línea se ha establecido un parámetro que es el "cold index", basado en la degradación de la clorofila a feofitina por pérdida de magnesio y esta a pirofeofitina, que se produce sobre todo con la temperatura. Este, relaciona la pirofeofitina y feofitina reales analizadas por HPLC y suministra información tanto sobre el método de obtención (calentamiento) como las condiciones de conservación del aceite, aunque depende, como es natural, en gran medida del contenido en clorofila del aceite.
- No se debe dejar de mencionar ya que estan comentado estas nuevas líneas de trabajo, los estudios de diglicéridos que también se han utilizado como marcadores de desodorización. Los 1,2 diglicéridos provienen de la biosíntesis incompleta de los triglicéridos, mientras que los 1,3 diglicéridos provienen de la hidrólisis enzimática de éstos e inicialmente, en aceites frescos y de buena calidad solo existen los 1,2 diglicéridos. Pero en los de mala calidad también se encuentran los 1,3. Durante el almacenamiento crece la relación entre 1,3 diglicéridos y 1,2 diglicéridos.

Como se mencionó inicialmente, aunque la calidad tradicionalmente se ha relacionado con los parámetros antes mencionados, habría que considerar si los fraudes sobre la calidad base declarada por mezcla con aceites de remolido, orujo, aceites desodorizados, etc., deberían también considerarse, ya que alteran la calidad básica, es decir, el respeto de la noción de producto sano, cabal y comercial que debe garantizarse, pero nos meteríamos de lleno en las pruebas de pureza y su evaluación, que no es el tema de hoy (ver esquema).

Quizá la determinación más importante en el aceite de oliva virgen, como zumo de aceituna, es la evaluación de las características organolépticas. Este método, es como hemos visto antes, el que se relaciona con los defectos y virtudes de los aceites de oliva, de una manera más directa y tiene un peso específico en todos los Índices de Calidad propuestos que supera el 90%.

La utilización de este método, ha sido vital desde el principio de nuestra entrada en la UE, ya que la primera regulación de existencias, se basó esencialmente, en la evaluación sensorial y más tarde, ayudó para clasificar los aceites en la intervención, almacenamiento, reclasificaciones, etc. El método también evolucionó en cuanto a los defectos y virtudes considerados, adaptándose a las necesidades de control de los países de la UE. Hoy día, ésta no tiene solo regulada la metodología, sino también la formación de paneles y reconocimiento de estos.

En este sentido se ha de comentar, que el Reglamento 796/2002, artículo 1.7, exige para dar autorización a los paneles de catadores que hacen control oficial, un sistema que debe poner en funcionamiento el estado miembro, con objeto de verificar que los resultados que estos paneles están generando, poseen las características de objetividad que la Norma ISO 17025/2005 exige a los laboratorios acreditados.

Para dar respuesta a las condiciones del punto 4 del Anexo XII, el Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación, junto con las Comunidades Autónomas, ha puesto en marcha dicho sistema, que está coordinado por la Subdirección General de Análisis y Normalización de Metodología Analítica Agroalimentaria del MAPA, y está basado en un grupo de trabajo, que marca el rumbo de las acciones a seguir en todo momento y constituido por todos los jefes de panel que hacen el control oficial de las características organolépticas del aceite virgen.

En este plan, se organizan 2 ensayos de aptitud anuales, en los que se analizan 5 muestras cada vez.

Los resultados son analizados por un experto en estadística aplicada al análisis sensorial, y se emite un informe técnico, después de cada ensayo, acerca del rendimiento de cada panel. La lista de paneles, junto con el informe, es enviada a las autoridades competentes de las Comunidades Autónomas, y una vez evaluado por éstas, se elabora la lista de paneles que se suministra a la Comisión, en Bruselas, constituyendo la lista de paneles autorizados a nivel del Estado.

Los paneles de las CC.AA y la Administración General del Estado que participan en el sistema de control se pueden ver en el Anexo IV que se adjunta. Asimismo, están participando en estos ensayos de control, laboratorios de Grecia, Francia y Estados Unidos.

El objetivo de este sistema de trabajo es homogeneizar los criterios de evaluación de los diferentes laboratorios y que sus análisis sean objetivos tanto dentro del panel como entre los diferentes paneles.

Se ha elaborado un proyecto de Real Decreto que institucionaliza este sistema, y que en estos momentos se está adaptando en base a las sugerencias de las diferentes CC.AA, siendo España el primer país en la UE donde existe este órgano de control de los paneles de catadores.

En lo que concierne al método en sí, el COI ha realizado una revisión del mismo en diferentes aspectos, para adaptarlo a las normas internacionales sobre acreditación de paneles.

Es interesante resaltar, que el grupo de jefes de panel de este organismo ha realizado una propuesta de modificación del límite de la mediana que separa las categorías de virgen y lampante.

En efecto, la propuesta contempla subir el actual límite de 2.5 a 3.5, con objeto de adaptarlo a la realidad del sector, puesto que la categoría virgen corriente ha desaparecido de la UE, esta propuesta está en el momento actual siendo estudiada.

Asimismo, se ha realizado otra propuesta a propósito del etiquetado opcional que se puede poner en los envases. Como ustedes saben, el art.5 del R(CE) 1019/2002 especifica qué solamente las características organolépticas reflejadas en el método 2568/91 y modificaciones pueden aparecer en el etiquetado del aceite. En este sentido el COI, por mandato de la Comisión y ésta por indicación del sector, ha realizado una modificación que ayuda a desbloquear el cumplimiento de este artículo.

La propuesta contiene la posibilidad de mencionar en el etiquetado los siguientes atributos:

- Frutado (intenso, ligero, medio)
- Frutado verde (ídem)
- Frutado maduro (ídem)
- Amargo (ídem)
- Picante (ídem)
- Aceite dulce (mediana del amargo y picante ≤2.0)
- Equilibrado: aceite no desequilibrado. Aceite desequilibrado, aquél que la mediana del amargo y del picante es igual a la mediana del frutado +2.0

Estas modificaciones han sido enviadas a los diferentes estados miembros para su estudio y posible aprobación en la asamblea general del COI del próximo mes de noviembre.

Es interesante tener en cuenta la evolución de los trabajos que se están llevando a cabo mediante técnicas instrumentales para determinar ciertos defectos basados en el análisis CG-MS con espacio de cabeza de los compuestos volátiles, como los del Dr. Aparicio (IGS), que permitirán empleándolos como método criba, por el momento, para acortar el número de muestras a catar. Las llamadas técnicas de nariz electrónicas, snifing, etc, se están utilizando sobre todo en estudios que junto con otros análisis y controles de trazabilidad, permiten detectar las variedades utilizadas y aceites de una determinada Denominación de Origen protegida.

16 de octubre de 2007

D. José Ramón García Hierro
Coordinador de Laboratorios de la Subdirección General de Análisis y Normalización de Metodología Analítica Agroalimentaria
Dirección General de Industria Agroalimentaria y Alimentación

Este documento es un instrumento de documentación y no compromete la responsabilidad de las instituciones

►B

REGLAMENTO (CEE) Nº 2568/91 DE LA COMISIÓN

de 11 de julio de 1991

relativo a las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva y sobre sus métodos de análisis

(DO L 248 de 5.9.1991, p. 1)

Modificado por:

		Diario Oficial		
		nº	página	fecha
►M1	Reglamento (CEE) nº 3682/91 de la Comisión de 17 de diciembre de 1991	L 349	36	18.12.1991
►M2	Reglamento (CEE) nº 1429/92 de la Comisión de 26 de mayo de 1992	L 150	17	2.6.1992
►M3	Reglamento (CEE) nº 1683/92 de la Comisión de 29 de junio de 1992	L 176	27	30.6.1992
►M4	Reglamento (CEE) nº 1996/92 de la Comisión de 15 de julio de 1992	L 199	18	18.7.1992
►M5	Reglamento (CEE) nº 3288/92 de la Comisión de 12 de noviembre de 1992	L 327	28	13.11.1992
►M6	Reglamento (CEE) nº 183/93 de la Comisión de 29 de enero de 1993	L 22	58	30.1.1993
►M7	modificado por el Reglamento (CEE) nº 826/93 de la Comisión de 6 de abril de 1993	L 87	6	7.4.1993
►M8	Reglamento (CEE) nº 620/93 de la Comisión de 17 de marzo de 1993	L 66	29	18.3.1993
►M9	Reglamento (CE) nº 177/94 de la Comisión de 28 de enero de 1994	L 24	33	29.1.1994
►M10	Reglamento (CE) nº 2632/94 de la Comisión de 28 de octubre de 1994	L 280	43	29.10.1994
►M11	Reglamento (CE) nº 656/95 de la Comisión de 28 de marzo de 1995	L 69	1	29.3.1995
►M12	Reglamento (CE) nº 2527/95 de la Comisión de 27 de octubre de 1995	L 258	49	28.10.1995
►M13	Reglamento (CE) nº 2472/97 de la Comisión de 11 de diciembre de 1997	L 341	25	12.12.1997
►M14	Reglamento (CE) nº 282/98 de la Comisión de 3 de febrero de 1998	L 28	5	4.2.1998
►M15	Reglamento (CE) nº 2248/98 de la Comisión de 19 de octubre de 1998	L 282	55	20.10.1998
►M16	Reglamento (CE) nº 379/1999 de la Comisión de 19 de febrero de 1999	L 46	15	20.2.1999
►M17	Reglamento (CE) nº 455/2001 de la Comisión de 6 de marzo de 2001	L 65	9	7.3.2001
►M18	Reglamento (CE) nº 2042/2001 de la Comisión de 18 de octubre de 2001	L 276	8	19.10.2001
►M19	Reglamento (CE) nº 796/2002 de la Comisión de 6 de mayo de 2002	L 128	8	15.5.2002
►M20	Reglamento (CE) nº 1989/2003 de la Comisión de 6 de noviembre de 2003	L 295	57	13.11.2003

ANEXO II

OTRAS FUENTES LEGISLATIVAS DE LA UNIÓN EUROPEA RELACIONADAS CON LA CALIDAD Y EL ANÁLISIS DE ACEITE DE OLIVA

REGLAMENTOS:
136/66, 2677/85, 1915/87,
1513/01, 1019/02, 1176/2003
1750/2004, 865/2004,
1999/2006,1043/2006
1044/2006, 702/2007

REGLAMENTOS CE QUE AFECTAN AL CONTROL OFICIAL

R (CE) 882/2004 DEL PARLAMENTO EUROPEO Y DEL CONSEJO- CONTROLES OFICIALES
R(CE) 2076/2005 DISPOSICIONES TRANSITORIAS R.882/2004
R(CE) 178/2002 POR EL QUE SE CREA LA AUTORIDAD EUROPEA DE SEGURIDAD ALIMENTARIA (ART. 18 Y 64 TRAZABILIDAD)

CALIDAD DEL ACEITE DE OLIVA

- Características organolépticas
- Aspectos nutricionales
- Ausencia de contaminantes y defectos
- Estabilidad de las características
- Imagen vinculada a la tradición culinaria, patrimonio cultural y social

CUADRO RESUMEN DEL EC 796/2002

DETERMINACIÓN ANALITICA	TÉCNICA ANALÍTICA	PROBLEMAS MÁS IMPORTANTES	LÍMITES
Acidez	Titrimétrico		7
Índice de Peróxidos	Titrimétrico	Inestabilidad, tiempo, luz, temperatura	3
Ceras	Cromatografía Columna GLC	La actividad de la Gel de Sílice. Tiempo de almacenamiento	3
Contenido en 2 monopalmitato de glicerilo	Enzimático + GLC	La actividad enzimática	4
Estigmastadienos	Cromatográfico o Columna + GLC	La actividad de la Gel Sílice	2
ECN-42	GLC + HPLC+ Fórmula empírica	GLC, HPLC interferencia compuestos polares oxidados	4
UV K_{232} y K_{270}	Espectrofotométrico	Inestable, tiempo, luz, temperatura	6
Composición de ácidos grasos e isomeros trans	GLC	Tipo de metilación y modo de inyección	
Esteroles (%)	GLC	Δ-7-estigmastenol GLC y separación en capa fina	
Esteroles (ppm)	GLC	GLC y la solución de estándar interno	
Panel test	Sensorial	Inestable, tiempo, luz y temperatura	

JRGH/ell

CONTE
Madrid, 5 de octubre de 2007

ANEXO III

PRUEBAS OFICIALES

OFICIALES

- **Evaluación sensorial**
- **Acidez**
- **K_{232}, K_{270} y ΔK**
- **Indice de Peróxidos**
- **Compuestos organohalogenados**

EN ESTUDIO

Ortodifenoles
Compuestos polares
Biofenoles
Esteres alquilicos: Etilicos y metílicos
Degradación de clorofila, pirofeofitina y feofitina
Relación Diglecerido 1,3/Diglicéridos 1,2
Rancimat y Photochem
Análisis de compuestos volátiles (Técnicas de snifing)

ANEXO IV

PANELES OFICIALES DE CC.AA Y DE LA ADMINISTRACION GENERAL DEL ESTADO QUE PARTICIPAN EN EL SISTEMA DE CONTROL

- Laboratorio Central de Aduanas de Madrid
- Centro de Investigación y Control de Calidad de Madrid (Ministerio de Consumo)
- Instituto de la Grasa y sus derivados de Sevilla
- Laboratorio Arbitral Agroalimentario de Madrid
- Laboratorio Agroalimentario de Granada
- Laboratorio Agroalimentario de Córdoba
- Panel de la Junta de Extremadura
- Panel de la Comunidad Autónoma de la Región de Murcia
- Panel de la Comunidad Foral de Navarra
- Panel de la Generalitat de Cataluña
- Panel de la Generalitat de Valencia
- Panel de la Diputación General de Aragón
- Panel de la Denominación de Origen “Montes de Toledo”
- Panel de la Comunidad de Madrid