

Decreto Ministeriale del 05 marzo 2003

Recepimento della direttiva 2001/22/CE della Commissione dell'8 marzo 2001 relativa ai metodi per il prelievo di campioni e ai metodi d'analisi per il controllo ufficiale dei tenori massimi di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD nei prodotti alimentari.

IL MINISTRO DELLA SALUTE

Vista la direttiva 2001/22/CE della Commissione dell'8 marzo 2001 relativa ai metodi di analisi per il prelievo dei campioni e ai metodi d'analisi per il controllo ufficiale dei tenori massimi di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD nei prodotti alimentari;

Visto il regolamento CE n. 466/2001 della Commissione dell'8 marzo 2001 che definisce i tenori massimi di taluni contaminanti presenti nelle derrate alimentari;

Visto il regolamento CE n. 221/2002 della Commissione del 6 febbraio 2002 che modifica il regolamento CE n. 466/2001 che definisce i tenori massimi di taluni contaminanti presenti nelle derrate alimentari;

Visto l'*art. 21 della* legge 30 aprile 1962, n. 283;

Visto il decreto del Presidente della Repubblica 26 marzo 1980, n. 327 ed in particolare l'*art. 9*;

Ritenuto di dover recepire nell'ordinamento nazionale le disposizioni che formano oggetto della direttiva sopracitata;

Visto il parere della Commissione per la determinazione dei metodi ufficiali di analisi di cui all'*art. 21 della* legge 30 aprile 1962, n. 283, espresso nella seduta del 4 febbraio 2003;

Decreta:

1. Il controllo ufficiale dei tenori massimi di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD nei prodotti alimentari deve essere effettuato secondo i metodi di campionamento e di analisi riportati negli allegati.

Il presente decreto sarà trasmesso alla Corte dei conti per la registrazione e sarà pubblicato nella Gazzetta Ufficiale della Repubblica italiana.

Allegato I

Metodi di campionamento per il controllo ufficiale del tenore di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD in taluni prodotti alimentari

1. Oggetto e campo d'applicazione.

I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD nei prodotti alimentari sono prelevati secondo le modalità di seguito indicate. I campioni globali così ottenuti vengono considerati rappresentativi delle partite da cui sono stati prelevati. La conformità al tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche è determinata in funzione dei tenori rilevati nelle aliquote analizzate.

2. Definizioni.

2.1. Partita: quantitativo di prodotto alimentare identificabile, consegnato in un'unica volta, per il quale è stata accertata, dall'addetto al controllo ufficiale, la presenza di caratteristiche comuni, quali l'origine, la varietà, il tipo di imballaggio, il confezionatore, lo spedizioniere, la marcatura. Nel caso di partite di pesce si deve tener conto anche della dimensione del pesce stesso.

2.2. Sottopartita: porzione di una grande partita designata per l'applicazione delle modalità di prelievo. Ciascuna sottopartita deve essere fisicamente separata e identificabile.

2.3. Campione elementare: quantitativo di materiale prelevato in un solo punto della partita o della sottopartita.

2.4. Campione globale: campione ottenuto riunendo tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o dalla sottopartita.

2.5. Campione di laboratorio: campione destinato al laboratorio da suddividere in cinque aliquote da destinare alle analisi.

2.6. Aliquota: porzione ottenuta dal campione di laboratorio e corrispondente ad un quinto del campione di laboratorio.

3. Disposizioni generali.

3.1. Personale: il prelievo dei campioni deve essere effettuato da personale qualificato che deve operare secondo le modalità del presente allegato.

3.2. Prodotto da campionare: ciascuna partita da controllare è oggetto di campionamento separato.

3.3. Precauzioni da prendere: durante il campionamento e la preparazione dei campioni di laboratorio è necessario evitare qualsiasi alterazione che possa modificare il tenore di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD, nonché compromettere l'analisi o la rappresentatività del campione globale.

Devono essere prese tutte le precauzioni necessarie ad evitare alterazioni della composizione del campione globale e di laboratorio durante il trasporto o la conservazione.

3.4. Campioni elementari: i campioni elementari devono essere prelevati, per quanto possibile, in vari punti distribuiti nella partita o sottopartita. Qualsiasi deroga a tale norma deve essere segnalata nel verbale di cui al punto 3.8.

3.5. Preparazione del campione globale: il campione globale deve avere il peso di almeno un chilo, a meno che ciò non sia possibile, ovvero in caso di campionamento di prodotti alimentari in confezioni singole. In quest'ultimo caso si applicano le disposizioni della tabella 2.

3.6. Preparazione del campione di laboratorio: il campione di laboratorio che deve essere suddiviso in aliquote uguali conformemente alle disposizioni di cui ai punti 3.7 e 3.8 del presente allegato.

3.7. Preparazione delle aliquote: le dimensioni di ciascuna aliquota devono essere tali da consentire almeno lo svolgimento di analisi in duplicato.

Ogni aliquota deve essere collocata in un recipiente pulito, di materiale inerte, che la protegga adeguatamente contro qualsiasi fattore di contaminazione, da perdita di analiti per assorbimento nella parete interna del recipiente, e dai danni che potrebbero essere causati dal trasporto.

3.8. Sigillatura ed etichettatura delle aliquote: ogni aliquota viene sigillata sul luogo del prelievo e identificata secondo le modalità del decreto del Presidente della Repubblica n. 327 del 1980. Per ciascun prelievo di campione, si redige un verbale di campionamento che consenta di identificare con certezza la partita campionata, la data e il luogo di campionamento, nonché qualsiasi informazione supplementare che possa essere utile all'analista.

4. Modalità di prelievo di campioni.

4.1. Numero dei campioni elementari: nel caso di prodotti alimentari liquidi per i quali è lecito presumere che i contaminanti siano distribuiti in modo omogeneo nelle partite, è sufficiente prelevare un campione elementare per partita che costituisce il campione globale.

Deve figurare un riferimento al numero della partita. I prodotti alimentari liquidi contenenti proteine vegetali idrolizzate o salsa di soia liquida devono essere bene agitati, in modo da ottenere una massa omogenea, prima di prelevare il campione elementare.

Per gli altri prodotti alimentari, il numero minimo di campioni elementari da prelevare per partita è indicato alla tabella 1.

I campioni elementari devono avere un peso analogo. Qualsiasi deroga a tale norma deve essere segnalata nel verbale di cui al punto 3.8.

Tabella 1

Numero minimo di campioni elementari prelevati dalla partita

Peso della partita (in kg)	Numero minimo di campioni elementari prelevati
< 50	3
da 50 a 500	5
> 500	10

Se la partita è costituita da confezioni singole, il numero di confezioni che va prelevato per formare un campione globale è indicato nella tabella 2.

Tabella 2

Numero di confezioni (campioni elementari) da prelevare per formare un campione globale se la partita consiste in confezioni singole

Numero di confezioni o unità della partita	Numero minimo di confezioni o unità da prelevare per aliquota
da 1 a 25	1 confezione o unità
da 26 a 100	Circa il 5%, almeno due confezioni o unità
> 100	Circa il 5%, fino ad un massimo di 10 confezioni o unità

5. Conformità della partita o sottopartita.

Il laboratorio deputato al controllo ufficiale deve effettuare almeno due analisi indipendenti e calcolare la media dei risultati.

La partita è ritenuta conforme se la media dei risultati, corretti per il fattore di recupero, non supera il rispettivo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche, tenuto conto dell'incertezza di misura e del fattore di recupero.

La partita non è conforme se la media supera il rispettivo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche, oltre ogni ragionevole dubbio, tenuto conto dell'incertezza di misura e del fattore di recupero⁽¹⁾.

(1) Punto così sostituito dall'*art. 1*, D.M. 18 aprile 2006 (Gazz. Uff. 27 giugno 2006, n. 147).

Preparazione di campioni e criteri ai quali devono essere adeguati i metodi di analisi per il controllo ufficiale del tenore di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD in taluni prodotti alimentari

1. Introduzione.

La condizione fondamentale è ottenere un campione di laboratorio rappresentativo ed omogeneo senza introdurre contaminazioni.

2. Procedure specifiche per la determinazione di piombo, cadmio e mercurio.

Esistono numerose procedure specifiche per la determinazione di Pb, Cd e Hg che possono essere utilizzate per i prodotti alimentari di cui al regolamento n. 466/2001 e successive modifiche. Quelle descritte nella norma EN 13804, «Foodstuffs - Determination of Trace Elements - Performance Criteria and General Considerations», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.» sono soddisfacenti, ma altre possono essere altrettanto valide.

La preparazione dei campioni deve essere effettuata selezionando esclusivamente la parte commestibile, nel caso di:

molluschi bivalvi, crostacei e pesci di piccole dimensioni, se consumati interi, le viscere devono essere comprese nel materiale che va analizzato,

ortaggi, deve essere esaminata solo la parte commestibile, tenendo presenti i requisiti del regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche.

3. Criteri relativi ai metodi di analisi che devono applicare i laboratori del controllo ufficiale.

3.1. Definizioni: alcune delle definizioni più comunemente usate che il laboratorio dovrà utilizzare sono indicate qui di seguito:

r = ripetibilità, valore al di sotto del quale è lecito presumere che la differenza assoluta fra due risultati di singole prove ottenuti in condizioni di ripetibilità (cioè, stesso campione, stesso operatore, stesso apparecchio, stesso

laboratorio, breve intervallo di tempo) rientri in una specifica probabilità (generalmente il 95%) e quindi $r = 2,8 \times S_r$.

S_r = deviazione standard, calcolata dai risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità.

RSD_r = Deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità $[(S_r/x) \times 100]$, in cui x è la media dei risultati ottenuti.

R = riproducibilità, valore al di sotto del quale è lecito presumere che la differenza assoluta fra i risultati delle singole prove ottenute in condizioni di riproducibilità (cioè, su materiali identici ottenuti da operatori in diversi laboratori, mediante metodo di prova standardizzato) rientri in una specifica probabilità (generalmente il 95%); $R = 2,8 \times S_R$.

S_R = deviazione standard, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.

RSD_R = deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità $[(S_R/X) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = il valore RSD_r determinato diviso per il valore RSD_r calcolato dall'equazione di Horwitz assumendo $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = il valore RSD_R determinato diviso per il valore RSD_R calcolato dall'equazione di Horwitz ⁽²⁾.

3.2. Requisiti generali: i metodi d'analisi utilizzati per controlli alimentari devono, per quanto possibile, essere conformi alle disposizioni dei paragrafi 1 e 2 dell'allegato della direttiva n. 85/591/CEE.

Per l'analisi del piombo nel vino, il regolamento (CEE) n. 2676/90 della Commissione che determina i metodi comunitari da utilizzare nel settore del vino stabilisce, nel capitolo 35 dell'allegato, il metodo da utilizzare.

3.3. Requisiti specifici.

3.3.1. Analisi di piombo, cadmio e mercurio: non è prescritto alcun metodo specifico per la determinazione del tenore di piombo, cadmio e mercurio. I laboratori dovranno utilizzare un metodo validato che rispetti i parametri indicati nella tabella 3. La validazione deve includere, qualora disponibile, l'utilizzo di un materiale di riferimento certificato.

Tabella 3

Parametri di riferimento (dei metodi d'analisi di piombo, cadmio e mercurio)

Parametro	Valore/commento
Applicabilità	Prodotti alimentari di cui al regolamento della (CE) n. 466/2001 e successive modifiche
Limite di rilevazione	Non superiore a un decimo del tenore massimo fissato nel regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche, a meno che il valore per il piombo sia inferiore a 0,1 mg/kg. In quest'ultimo caso, il limite di rilevazione non deve essere superiore a un quinto del valore fissato
Limite di quantificazione	Non superiore a un quinto del valore fissato nel regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche, a meno che il valore per il piombo sia inferiore a 0,1 mg/kg. In quest'ultimo caso, il limite di rilevazione non deve essere superiore a due quinti del valore fissato
Precisione	Valori HORRAT _r o HORRAT _R inferiori a 1,5 nella prova di validazione
Recupero	80%-120%
Specificità	Senza interferenze di matrice o di spettro

3.3.2. Analisi di 3-MCPD: non è prescritto alcun metodo specifico per la determinazione del tenore di 3-MCPD. I laboratori dovranno utilizzare un metodo validato che rispetti i parametri indicati nella tabella 4. La validazione deve includere, qualora disponibile, l'utilizzo di un materiale di riferimento certificato.

Tabella 4 ⁽³⁾

Parametri di riferimento (dei metodi di analisi del 3-MCPD)

Criterio	Valore raccomandato	Concentrazione
Bianchi	Inferiore al limite di rilevazione	-

Recupero	75-110%	Tutte
Limite di quantificazione	<10 µg/kg su sostanza secca	-
Deviazione standard del segnale del bianco	Inferiore a 4 µg/kg	-
Deviazione standard delle misurazioni effettuate a diverse concentrazioni	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	< 20 µg/kg < 30 µg/kg < 40 µg/kg < 50 µg/kg < 100 µg/kg

3.3.3. Criteri di prestazione - Impostazione della funzione di incertezza.

Per valutare l'idoneità del metodo di analisi il laboratorio può calcolare l'incertezza massima standard con la seguente formula:

$$Uf = \sqrt{[(LOD/2) + (\alpha C)^2]}$$

in cui:

Uf è l'incertezza massima standard

Lod è il limite di rivelabilità del metodo

C è la concentrazione che presenta interesse

α è un fattore numerico da utilizzare in funzione del valore di C . I valori da utilizzare sono riportati nella tabella seguente:

$C(\mu g / kg)$	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18

501-1000	0,15
1001-10000	0,12
$\geq 10\ 000$	0,1

e U è l'incertezza estesa che, applicando un fattore di confidenza di 2, dà un livello di sicurezza del 95 % circa.

Se un metodo d'analisi dà risultati d'incertezza inferiori all'incertezza massima standard, esso sarà valido quanto un altro metodo che soddisfi le caratteristiche di prestazione precedentemente riportate ⁽⁴⁾.

3.4. Stima dell'accuratezza analitica, calcolo del fattore di recupero e registrazione dei risultati.

L'accuratezza dell'analisi è stimata, se possibile, includendo nella stessa adeguati materiali di riferimento certificati.

Il risultato analitico sul rapporto di prova viene riportato in forma corretta o meno per il fattore di recupero. Devono essere indicati il modo in cui è stato espresso il risultato analitico e il fattore di recupero.

Il risultato dell'analisi va riportato come $x \pm U$, in cui x è il risultato dell'analisi e U è l'incertezza di misura.

L'analista deve tener conto della «Relazione della Commissione europea sul rapporto tra i risultati d'analisi, la misurazione dell'incertezza, i fattori di recupero e le disposizioni della legislazione UE sui prodotti alimentari, 2004» disponibile attualmente sul sito web: http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/sampling_en.htm ⁽⁵⁾.

3.5. Espressione dei risultati: i risultati analitici devono essere espressi utilizzando le unità di misura riportate nel regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche.

3.6. Qualità dei laboratori: i laboratori devono conformarsi alle disposizioni del decreto legislativo 26 maggio 1997, n. 156.

- (2) Punto così corretto con Comunicato 22 aprile 2003 (Gazz. Uff. 22 aprile 2003, n. 93).
- (3) Tabella così corretta con Comunicato 22 aprile 2003 (Gazz. Uff. 22 aprile 2003, n. 93).
- (4) Punto aggiunto dall'*art. 1*, D.M. 18 aprile 2006 (Gazz Uff. 27 giugno 2006, n. 147).
- (5) Punto così sostituito dall'*art. 1*, D.M. 18 aprile 2006 (Gazz. Uff. 27 giugno 2006, n. 147).