

D.M. 18 aprile 2006. *

Recepimento della direttiva 2005/10/CE della Commissione del 4 febbraio 2005, recante definizione dei metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale del tenore di benzo(a)pirene nei prodotti alimentari.

(pubbl. in *Gazz. Uff.* n. 147 del 27 giugno 2006).

Ultima modifica: Comunicato 4 agosto 2006.

IL MINISTRO DELLA SALUTE

Vista la direttiva 2005/10/CE della Commissione del 4 febbraio 2005 recante definizione dei metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale del tenore di benzo(a)pirene 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. 208/2005 della Commissione del 4 febbraio 2005 che modifica il regolamento (CE) n. 466/2001 per quanto riguarda gli idrocarburi policiclici aromatici;

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;

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 14 marzo 2006;

Decreta

1. 1. Il controllo ufficiale del tenore di benzo(a)pirene nei prodotti alimentari deve essere effettuato secondo i metodi di campionamento e di analisi riportati negli allegati al presente decreto.

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 BENZO(A)PIRENE NELLE
DERRATE ALIMENTARI

1. Finalità e campo di applicazione. I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di benzo(a)pirene nei prodotti alimentari vengono prelevati secondo le modalità descritte di seguito indicate. I campioni globali così ottenuti sono considerati rappresentativi delle partite. La conformità al tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001 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 d'imballaggio, il confezionatore, lo spedizioniere, la marcatura.

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. Aliquota: porzione corrispondente ad un quinto del campione globale macinato.

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. Conformemente alle disposizioni specifiche del presente allegato, le grandi partite devono essere suddivise in sottopartite, che devono essere oggetto di campionatura separata.

3.3. Precauzioni da prendere. A partire dal campionamento fino alla preparazione dei campioni è necessario evitare qualsiasi alterazione che possa modificare il tenore di benzo(a)pirene e compromettere le analisi o la rappresentatività del campione globale.

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 3.7.

3.5. Preparazione del campione globale. Il campione globale viene ottenuto riunendo e mescolando i campioni elementari.

3.6. Preparazione delle aliquote. Il campione globale dopo macinazione e omogeneizzazione deve essere suddiviso in 5 aliquote uguali.

Ogni aliquota deve essere collocata in un recipiente pulito, di materiale inerte, che la protegga adeguatamente contro qualsiasi fattore di contaminazione e danno che potrebbe essere causato dal trasporto o dalla conservazione.

3.7. Sigillatura ed etichettatura dei campioni. Ogni campione viene sigillato sul luogo del prelievo e ciascuna aliquota viene identificata secondo le modalità del decreto del Presidente della Repubblica n. 327/1980. 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 campionamento. Il metodo di campionamento applicato deve garantire che il campione globale sia rappresentativo della partita che deve essere controllata.

4.1. Numero di campioni elementari

Nel caso degli oli, per i quali è lecito presumere una distribuzione omogenea del benzo(a)pirene nella partita, è sufficiente prelevare un campione elementare per partita per costituire il campione globale. Occorre indicare il riferimento al numero della partita. Per quanto riguarda l'olio d'oliva e l'olio di sansa si rimanda al regolamento (CE) n. 1989/2003 della Commissione.

Per altri prodotti il numero minimo di campioni elementari da prelevare per partita è indicato nella tabella 1. I campioni elementari avranno peso analogo, non inferiore a 100 g ciascuno, formando un campione globale di peso non inferiore ai 300 g (cfr. punto 3.5).

Tabella 1

Numero minimo di campioni elementari da prelevare dalla partita

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

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

Tabella 2

Numero di campioni elementari da prelevare per formare un campione globale se la partita è composta da confezioni singole

Numero di confezioni o unità nella partita o sottopartita	Numero di campioni elementari da prelevare
-	-
da 1 a 25	1 confezione o unità
da 26 a 100	circa il 5 % o almeno 2 confezioni o unità
>100	circa il 5 %, al massimo 10 confezioni o unità

4.2. Campionamento a livello di vendita al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase della commercializzazione al dettaglio deve essere conforme, se possibile, alle disposizioni di campionamento di cui ai punti 3.5, 3.6 e 3.7. Ove ciò non sia possibile si potranno usare altre procedure di prelievo efficaci per i prodotti al dettaglio, purché garantiscano una sufficiente rappresentatività della partita oggetto di campionamento.

5. Conformità della partita o sottopartita alle specifiche. Il laboratorio di controllo deve sottoporre il campione di laboratorio destinato a provvedimenti di esecuzione a doppia analisi, nei casi in cui i risultati ottenuti dalla prima analisi siano meno del 20% inferiori o superiori al livello massimo, e in tali casi calcolare la media dei risultati.

La partita è ritenuta conforme, qualora il risultato della prima analisi o, laddove si sia rivelata necessaria una doppia analisi, qualora la media non superi il rispettivo tenore massimo, stabilito dal regolamento (CE) n. 208/2005, tenendo conto degli opportuni margini di errore.

La partita non risulta conforme al tenore massimo, stabilito dal regolamento (CE) n. 208/2005, qualora il risultato della prima analisi o, laddove si sia rivelata necessaria una doppia analisi, qualora la media superi il tenore massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenuto conto degli opportuni margini di errore.

ALLEGATO II

PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E CRITERI PER I METODI DI ANALISI UTILIZZATI NEL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI BENZO(A)PIRENE NELLE DERRATE ALIMENTARI

1. Precauzioni e considerazioni di natura generale relativamente alla presenza di benzo(a)pirene nei campioni di prodotti alimentari. Il requisito fondamentale consiste nell'ottenere un campione globale rappresentativo ed omogeneo senza introdurre contaminazioni secondarie.

L'analista dovrebbe garantire che i campioni non siano contaminati durante la preparazione del campione stesso. I contenitori devono essere risciacquati con acetone purissimo o esano (p.A., qualità HPLC o equivalente) prima dell'uso, onde minimizzare il rischio di contaminazione. Nella misura del possibile gli apparecchi che entrano in contatto con il campione devono essere formati da materiali inerti, ad esempio alluminio, vetro o acciaio inossidabile. È opportuno evitare le materie plastiche quali polipropilene, PTFE, ecc., poichè l'analita può essere assorbito da questi materiali.

Il materiale di campionamento ricevuto dal laboratorio deve essere utilizzato per la preparazione delle aliquote da analizzare.

Per la preparazione dei campioni possono essere utilizzate numerose procedure specifiche soddisfacenti.

2. *Trattamento del campione globale.* Il campione globale completo viene macinato finemente e attentamente miscelato con un metodo che garantisce una completa omogeneizzazione. Soltanto i campioni ben omogeneizzati permettono di ottenere risultati riproducibili.

3. *Suddivisione del campione globale in aliquote.* Si applicano le modalità previste dal decreto del Presidente della Repubblica del 27 marzo 1980, n. 327.

4. *Metodo d'analisi utilizzato dal laboratorio e requisiti di controllo del laboratorio.*

4.1. Definizioni

Sono indicate di seguito alcune definizioni più comunemente usate che il laboratorio dovrà utilizzare:

r = ripetibilità, valore al di sotto del quale è lecito presumere che la differenza assoluta fra 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 di RSD_R determinato diviso per il valore RSD_R calcolato dall'equazione di Horwitz.

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

4.2. Requisiti generali.

I metodi di analisi utilizzati per il controllo degli alimenti devono essere conformi alle disposizioni del regolamento CE 882/2004 del Parlamento europeo e del Consiglio.

4.3. Requisiti specifici.

Nel caso in cui a livello comunitario non siano indicati metodi specifici per la determinazione del tenore di benzo(a)pirene nei prodotti alimentari, i laboratori possono scegliere qualsiasi metodo convalidato, purchè sia conforme ai criteri che figurano nella tabella. Sarebbe opportuno che la convalida comprendesse il materiale di riferimento certificato.

Tabella

Criteri relativi alle prestazioni per i metodi di analisi del benzo(a)pirene

Parametro	Valore/Osservazione
Applicabilità	Alimenti specificati nel regolamento (CE) n. 208/2005
Limite di rivelabilità	Non oltre 0,3 µg/kg
Limite di quantificazione	Non oltre 0,9 µg/kg ⁽¹⁾
Precisione	Valori HORRATr o HORRATR inferiori a 1,5 nella prova di validazione
Recupero	50%-120%
Specificità	Senza interferenze di matrice o spettro

4.3.1. Criteri di prestazione.

Per valutare l'idoneità del metodo di analisi che il laboratorio deve utilizzare è tuttavia possibile calcolare l'incertezza. L'incertezza massima standard può essere calcolata utilizzando la seguente formula:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0.2C)^2]}$$

dove:

U_f rappresenta l'incertezza massima standard,

LOD è il limite di rivelabilità del metodo,

C è la concentrazione che presenta interesse.

Se il metodo d'analisi da risultati d'incertezza inferiori all'incertezza massima standard, questo metodo sarà altrettanto valido di un altro che soddisfi i criteri di prestazione indicati nella tabella.

4.4. Calcolo del fattore di recupero e registrazione dei risultati.

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

Il risultato analitico corretto per il fattore di recupero è utilizzato per la verifica della conformità (cfr. allegato I, punto 5).

Il risultato analitico deve essere riportato come $x \pm U$, dove x è il risultato analitico e U è l'incertezza di misura.

¹ Così rettificato con Comunicato 4 agosto 2006.

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

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^(II)

4.5. Qualità dei laboratori.

I laboratori devono conformarsi alle disposizioni del decreto legislativo del 26 maggio 1997, n. 156, riguardante misure supplementari in merito al controllo ufficiale dei prodotti alimentari.

4.6. Altre considerazioni relative alla qualità delle analisi.

Proficiency testing.

Partecipazione a programmi di controllo della competenza conformi all'«International Harmonised. Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories» elaborati a cura dell'IUPAC/ISO/AOAC. Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (Also published in J. AOAC International, 1993, 76, 926).

Controllo interno della qualità.

I laboratori devono poter dimostrare l'applicazione di procedure di controllo interno della qualità.

Esempi delle procedure sono riportati in «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

* Modificato da: Comunicato 4 agosto 2006
--

^{II} Così rettificato con Comunicato 4 agosto 2006.