

## **DECRETO 20 aprile 2006**

Recepimento della direttiva 2005/5/CE della Commissione del 26 gennaio 2005, che modifica la direttiva 2002/26/CE della Commissione del 13 marzo 2002, relativa ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale del tenore di ocratossina A in taluni prodotti alimentari. (G.U. n. 147 del 27.06.2006)

IL MINISTRO DELLA SALUTE

Vista la direttiva 2005/5/CE della Commissione del 26 gennaio 2005 che modifica la direttiva 2002/26/CE della Commissione del 13 marzo 2002 relativa ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale del tenore di ocratossina A 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. 683/2004 della Commissione del 13 aprile 2004 che modifica il regolamento CE n. 466/2001 per quanto riguarda le aflatossine e l'ocratossina A negli alimenti per lattanti e prima infanzia;

Visto il regolamento CE n. 123/2005 della Commissione del 26 gennaio 2005 che modifica il regolamento (CE) n. 466/2001 per quanto riguarda l'ocratossina A;

Visto il decreto 31 maggio 2003 recante recepimento della direttiva 2002/26/CE della Commissione del 13 marzo 2002 relativa ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale del tenore di ocratossina A nei prodotti alimentari, pubblicato nella Gazzetta Ufficiale della Repubblica italiana n. 167 del 21 luglio 2003;

Visto il decreto ministeriale 13 dicembre 2005 recante recepimento della direttiva 2004/43/CE della Commissione del 13 aprile 2004 che modifica la direttiva 98/53/CE e la direttiva 2002/26/CE per quanto riguarda i metodi di prelievo di campioni ed i metodi d'analisi per il controllo ufficiale dei tenori di aflatossina e di ocratossina A nei prodotti alimentari per lattanti e prima infanzia;

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:

Art. 1.

Il controllo ufficiale del tenore di ocratossina A nei prodotti alimentari deve essere effettuato secondo i metodi di campionamento e di analisi riportati negli allegati.

Art. 2.

Il decreto 31 maggio 2003, recante il recepimento della direttiva 2002/26/CE della Commissione, così come modificato dall'art. 2 del decreto 13 dicembre 2005 è abrogato.

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

Roma, 20 aprile 2006

Il Ministro (ad interim): Berlusconi

Registrato alla Corte dei conti l'8 giugno 2006

Ufficio di controllo preventivo sui Ministeri dei servizi alla persona e dei beni culturali, registro n. 3, foglio n. 380

## Allegato I

### MODALITA' DI PRELIEVO DEI CAMPIONI DESTINATI AL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI OCRATOSSINA A IN ALCUNI PRODOTTI ALIMENTARI

#### 1. Oggetto e campo di applicazione.

I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di ocratossina A nei prodotti alimentari sono prelevati secondo le modalita' di seguito indicate. I campioni globali cosi' ottenuti vengono considerati rappresentativi delle partite. La conformita' delle partite al tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001 e successive modifiche e' 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 e' stata accertata, dall'addetto al controllo ufficiale, la presenza di caratteristiche comuni, quali l'origine, la varieta', il tipo d'imballaggio, il confezionatore, lo spedizioniere, la marcatura.

2.2. Sottopartita: porzione di una grande partita designata per l'applicazione delle modalita' 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 modalita' del presente allegato.

##### 3.2. Prodotto da campionare.

Ciascuna partita da controllare e' 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 e' necessario evitare qualsiasi alterazione che possa modificare il tenore di ocratossina A e compromettere le analisi o la rappresentativita' 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 modalita' 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, nonche' qualsiasi informazione supplementare che possa essere utile all'analista.

4. Disposizioni specifiche.

4.1. Diversi tipi di partite.

I prodotti possono essere commercializzati sfusi, in contenitori, in imballaggi singoli (sacchetti, confezioni al dettaglio), ecc. La procedura di campionamento puo' essere applicata alle varie forme nelle quali i prodotti vengono immessi in commercio.

Fatte salve le disposizioni specifiche di cui ai punti 4.3, 4.4 e 4.5 del presente allegato, come guida per il campionamento delle partite commercializzate in sacchetti o in confezioni singole puo' essere usata la formula seguente:

Frequenza di campionamento (FC)

peso della partita x peso del campione elementare

$n = \frac{\text{peso della partita} \times \text{peso del campione elementare}}{\text{peso del campione globale} \times \text{peso di un singolo}}$

peso del campione globale x peso di un singolo  
imballaggio o confezione

peso: da esprimere in kg;

frequenza di campionamento (FC): e' il numero che individua ogni quanti imballaggi deve essere effettuato il prelievo del campione elementare. I numeri decimali devono essere approssimati al numero intero piu' vicino.

4.2. Peso del campione elementare.

Il peso del campione elementare e' di circa 100 grammi, a meno che esso non sia definito diversamente nel presente allegato. Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dalla dimensione della confezione stessa.

4.3. Riassunto generale del sistema di campionamento per i cereali e uve essiccate.

Tabella 1

SUDDIVISIONE DELLE PARTITE IN SOTTOPARTITE IN FUNZIONE DEL PRODOTTO E DEL PESO DELLA PARTITA

Per la tabella fare riferimento al supporto cartaceo

4.4. Metodo di campionamento per cereali e prodotti derivati (partite maggiore o uguale 50 tonnellate) e per caffe' torrefatto, caffe' torrefatto macinato, caffe' solubile e uve essiccate (partite maggiore o uguale 15 tonnellate).

Purche' le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita deve essere suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Dato che il peso delle partite non e' sempre un multiplo esatto di quello delle sottopartite, quest'ultimo puo'

variare massimo del 20% rispetto al peso indicato.  
 Ciascuna sottopartita deve essere oggetto di campionamento separato.

Numero di campioni elementari: 100.

Peso del campione globale = 10 kg.

Nei casi in cui non sia possibile applicare le modalita' di prelievo sopra descritte senza causare danni economici considerevoli (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si puo' ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il piu' rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

4.5. Metodo di campionamento per cereali e prodotti derivati (partite < 50 tonnellate) e per caffe' torrefatto, caffe' torrefatto macinato, caffe' solubile e uve essiccate (partite < 15 tonnellate).

Per partite di cereali inferiori a 50 tonnellate e per partite di caffe' torrefatto, di caffe' torrefatto macinato, di caffe' solubile e di uve essiccate inferiori a 15 tonnellate, si deve applicare un piano di campionamento proporzionato al peso della partita e comprendente da 10 a 100 campioni elementari, riuniti in un campione globale di 1-10 kg. Per partite molto piccole (< o uguale 0,5 tonnellate) di cereali e prodotti derivati e' possibile prelevare un numero inferiore di campioni, ma in tal caso il campione globale che riunisce tutti i campioni elementari deve pesare almeno 1 kg. Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare, e' possibile basarsi sui valori riportati nelle tabelle seguenti.

Tabella 2

NUMERO DI CAMPIONI ELEMENTARI DA PRELEVARE IN FUNZIONE DEL PESO DELLA PARTITA DI CEREALI E PRODOTTI DERIVATI

```
=====
===
Peso della partita (in tonnellate) | Numero di campioni elementari
=====
===
```

|                         |  |     |
|-------------------------|--|-----|
| < o uguale 0,05         |  | 3   |
| > 0,05 - < o uguale 0,5 |  | 5   |
| > 0,5 - < o uguale 1    |  | 10  |
| > 1 - < o uguale 3      |  | 20  |
| > 3 - < o uguale 10     |  | 40  |
| > 10 - < o uguale 20    |  | 60  |
| > 20 - < o uguale 50    |  | 100 |

Tabella 3

NUMERO DI CAMPIONI ELEMENTARI DA PRELEVARE IN FUNZIONE DEL PESO DELLA PARTITA DI CAFFE' TORREFATTO, CAFFE' TORREFATTO MACINATO, CAFFE' SOLUBILE E UVE ESSICCATE

```
=====
===
Peso della partita (in tonnellate) | Numero di campioni elementari
=====
===
```

|                |  |    |
|----------------|--|----|
| < o uguale 0,1 |  | 10 |
|----------------|--|----|

|                          |  |     |
|--------------------------|--|-----|
| > 0,1 - < o uguale 0,2   |  | 15  |
| > 0,2 - < o uguale 0,5   |  | 20  |
| > 0,5 - < o uguale 1,0   |  | 30  |
| > 1,0 - < o uguale 2,0   |  | 40  |
| > 2,0 - < o uguale 5,0   |  | 60  |
| > 5,0 - < o uguale 10,0  |  | 80  |
| > 10,0 - < o uguale 15,0 |  | 100 |

4.6. Modalita' di prelievo per i prodotti alimentari destinati ai lattanti e alla prima infanzia.

Si applica il sistema di campionamento per i cereali e i prodotti derivati di cui al punto 4.5 del presente allegato. Quindi il numero di campioni elementari da prelevare dipende dal peso della partita ed e' compreso tra un minimo di 10 e un massimo di 100, conformemente alla tabella 2 di cui al punto 4.5.

Il peso del campione elementare e' di circa 100 grammi. Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dal peso della confezione stessa. Peso del campione globale = 1-10 kg sufficientemente mescolato.

4.7. Metodo di campionamento per il vino e per il succo d'uva.

Il campione globale deve pesare almeno 1 kg, salvo i casi in cui cio' non risulti possibile, ad esempio nel caso in cui il campione sia una bottiglia.

Il numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita e' indicato nella tabella 4. Il numero di campioni elementari e' determinato in funzione del tipo di confezione in cui i relativi prodotti vengono commercializzati. Nel caso di prodotti liquidi sfusi la partita va, per quanto possibile e senza pregiudicare la qualita' del prodotto, accuratamente mescolata con mezzi manuali o meccanici, immediatamente prima del prelievo. Si potra' allora presumere che l'ocratossina A sia distribuita omogeneamente all'interno della partita e bastera' percio' prelevare dalla partita tre campioni elementari per formare il campione globale.

I campioni elementari, in genere bottiglie o confezioni, avranno un peso fra loro simile. Ogni campione elementare deve pesare almeno 100 g per formare un campione globale pari ad almeno 1 kg circa. Le deroghe rispetto a tale modalita' di prelievo vanno segnalate nel verbale di cui al punto 3.7.

Tabella 4

NUMERO MINIMO DI CAMPIONI ELEMENTARI DA PRELEVARE IN FUNZIONE DEL PESO DELLA PARTITA DI VINO E SUCCO D'UVA

```

=====
===

```

| Forma di commercializzazione | Peso della partita (in litri) | Numero minimo di campioni elementari da prelevare |
|------------------------------|-------------------------------|---|
| Succo d'uva e vino sfusi     | ...                           | 3   |
| Bottiglie/confezioni         |                               |   |

```

-----

```

|  |               |  |    |
|--|---------------|--|----|
| di succo d'uva                         | < o uguale 50 |  | 3  |
| -----                                  |               |  |    |
| Bottiglie/confezioni<br>di succo d'uva | <br>50-500    |  | 5  |
| -----                                  |               |  |    |
| Bottiglie/confezioni<br>di succo d'uva | <br>> 500     |  | 10 |
| -----                                  |               |  |    |
| Bottiglie/confezioni<br>di vino        | < o uguale 50 |  | 1  |
| -----                                  |               |  |    |
| Bottiglie/confezioni<br>di vino        | 50-500        |  | 2  |
| -----                                  |               |  |    |
| Bottiglie/confezioni<br>di vino        | > 500         |  | 3  |

#### 4.8. Campionamento nella fase della commercializzazione 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, 3.7. Ove cio' 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. Accettazione di una partita o sottopartita.

Accettazione, se il campione globale è conforme al limite massimo stabilito dal regolamento CE 466/2001 e successive modifiche, tenuto conto dell'incertezza di misura e del fattore di recupero.

Rifiuto, se il campione globale supera il limite massimo stabilito dal regolamento CE 466/2001 e successive modifiche oltre ogni ragionevole dubbio, tenuto conto dell'incertezza di misura e del fattore di recupero.

### Allegato II

#### PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E CRITERI GENERALI AI QUALI DEVONO ESSERE ADEGUATI I METODI DI ANALISI PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI OCRATOSSINA A IN TALUNI PRODOTTI ALIMENTARI

##### 1. Precauzioni.

Data la distribuzione estremamente eterogenea dell'ocratossina A, i campioni devono essere preparati e omogeneizzati con la massima cura.

##### 2. Trattamento del campione ricevuto in laboratorio.

Il campione globale viene macinato finemente e accuratamente mescolato, utilizzando un metodo che garantisca una omogeneizzazione completa.

Nel caso in cui si applichi il tenore massimo alla materia secca, il contenuto di materia secca è determinato in base all'analisi di una parte del campione omogeneizzato, utilizzando una procedura che sia stata dimostrata affidabile per determinare con precisione il contenuto di materia secca.

##### 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 di analisi che dovrà essere utilizzato dal laboratorio e modalità di controllo del laboratorio stesso.

##### 4.1. Definizioni.

Alcune delle definizioni piu' comunemente usate che il laboratorio dovra' utilizzare sono indicate qui di seguito:  
 r = ripetibilita', valore al di sotto del quale e' lecito presumere che la differenza assoluta fra due risultati di singole prove ottenuti in condizioni di ripetibilita' (cioe', stesso campione, stesso operatore, stesso apparecchio, stesso laboratorio, breve intervallo di tempo) rientri in una specifica probabilita' (generalmente il 95%) e quindi  $r = 2,8 \times sr$ .  
 sr = deviazione standard, calcolata dai risultati ottenuti in condizioni di ripetibilita'.

RSDr = deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di ripetibilita'  $[(sr/X) \times 100]$ , in cui x e' la media dei risultati ottenuti.

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

sR = deviazione standard, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita'.

RSDR = deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita'  $[(sR/X) \times 100]$ .

#### 4.2. Requisiti generali.

I metodi di analisi utilizzati per controlli alimentari devono, per quanto possibile, essere conformi alle disposizioni del regolamento CE 882/2004 del Parlamento europeo e del Consiglio.

#### 4.3. Requisiti specifici.

Se a livello comunitario non e' prescritto alcun metodo specifico per la determinazione del tenore di ocratossina A nei prodotti alimentari, i laboratori sono liberi di applicare il metodo di loro scelta, a condizione che esso rispetti i criteri seguenti:

| Concentrazione ocratossina A<br>(microng/kg) | RSDr (%)      | RSDR (%)      | Recupero (%) |
|--|---------------|---------------|--------------|
| < 1  | < o uguale 40 | < o uguale 60 | 50 - 120     |
| 1 - 10                                       | < o uguale 20 | < o uguale 30 | 70 - 110     |

I limiti di rivelazione dei metodi impiegati non sono indicati poiche' i valori relativi alla precisione sono espressi per le concentrazioni che presentano interesse.

I valori relativi alla precisione sono calcolati partendo dall'equazione di Horwitz:

$$RSDR = 2(1 - 0,5 \log C)$$

equazione nella quale:

RSDR e' la deviazione standard relativa calcolata sulla base di risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita'  $[(sR/X) \times 100]$ ;

C e' il livello di concentrazione (ovvero 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg).

In questo caso si tratta di un'equazione generale relativa alla precisione che e' stata giudicata indipendente dall'analista o dalla

matrice, ma dipendente unicamente dalla concentrazione per la maggior parte di metodi d'analisi comunemente utilizzati.

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

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

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

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

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

4.5. Qualita' 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.