

## **Decreto Ministeriale del 23/12/2000**

Recepimento della direttiva 98/53/CE della Commissione che fissa i metodi per il prelievo di campioni e metodi d'analisi per il controllo ufficiale dei tenori massimi di taluni contaminanti nei prodotti alimentari.

IL MINISTRO DELLA SANITA'

Vista la direttiva 98/53/CE della Commissione del 16 luglio 1998 che fissa i metodi per il prelievo dei campioni e metodi di analisi per il controllo ufficiale dei tenori massimi di taluni contaminanti nei prodotti 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 sopra citata direttiva della Commissione CE;

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 17 maggio 2000.

**Decreta:**

### **Art. 1.**

Sono approvati i metodi di analisi e di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori massimi di taluni contaminanti nei prodotti alimentari 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**

### **MODALITA' DI PRELIEVO DEI CAMPIONI DESTINATI AL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI AFLATOSSINE IN ALCUNI PRODOTTI ALIMENTARI.**

#### **1. Oggetto e campo d'applicazione.**

I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di aflatossine nei prodotti alimentari vengono prelevati con le modalità indicate qui di seguito. I campioni globali così ottenuti vengono considerati rappresentativi delle partite. La conformità delle partite, per quanto si riferisce al tenore massimo fissato nel regolamento (CE) 1525/98, viene determinata in funzione dei tenori riscontrati 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 o 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. Campione di laboratorio: campione ricavato dal campione globale, da suddividere in aliquote da destinare alle analisi.

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

#### **3. Disposizioni generali.**

##### **3.1. Personale.**

Il personale che effettua il prelievo deve operare secondo le modalità del presente allegato.

##### **3.2. Prodotto da campionare.**

Ciascuna partita da controllare e' oggetto di campionamento separato. Conformemente alle disposizioni specifiche di cui al punto 5 del presente allegato, le grandi partite devono essere suddivise in sottopartite, che devono essere oggetto di campionamento separato.

### 3.3. Precauzioni da prendere.

Durante il campionamento e la preparazione dei campioni di laboratorio, e' necessario evitare qualsiasi alterazione che possa modificare il tenore di aflatoxine e compromettere le analisi o la rappresentativita' del campione globale.

### 3.4. Campioni elementari.

I campioni elementari devono quanto piu' possibile essere prelevati in vari siti distribuiti attraverso tutta la partita o sottopartita. Segnalare qualsiasi deroga a tale norma nel verbale di cui al punto 3.8.

### 3.5. Preparazione del campione globale e dei campioni di laboratorio.

Il campione globale viene ottenuto mescolando sufficientemente i campioni elementari.

Il mescolamento e' necessario onde garantire che ciascun campione di laboratorio sia rappresentativo della partita o sottopartita da controllare.

Dopo tale operazione e se del caso, il campione globale deve essere suddiviso in campioni di laboratorio eguali, conformemente alle disposizioni specifiche di cui al punto 5.2.1, lettera d) del presente allegato.

### 3.6. Identificazione dei campioni globali o dei campioni di laboratorio.

Per ciascun prelievo di campione, redigere 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, secondo quanto previsto dal decreto del Presidente della Repubblica 27 marzo 1980, n. 327.

### 3.7. Condizionamento ed invio dei campioni di laboratorio.

Sistemare ciascun campione di laboratorio in un recipiente pulito, di materiale inerte, che lo protegga adeguatamente contro qualsiasi fattore di contaminazione e danno che potrebbe essere causato dal trasporto. Prendere altresì tutte le precauzioni necessarie ad evitare modifiche nella composizione del campione di laboratorio durante il trasporto o la conservazione.

### 3.8. Preparazione delle aliquote.

Ciascun campione di laboratorio deve essere macinato, presso il laboratorio, e suddiviso in aliquote secondo quanto disposto dal decreto del Presidente della Repubblica 27 marzo 1980, n. 327. A tal fine l'autorita' che ha predisposto il prelevamento dei campioni procede ad effettuare la suddetta operazione alla presenza del titolare o di un suo rappresentante della merce campionata redigendo apposito verbale.

## 4. Disposizioni esplicative.

### 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.

#### 4.1.1. Peso del campione elementare.

Il peso del campione elementare e' di circa 300 grammi, a meno che esso non sia definito diversamente al punto 5 del presente allegato. Nel caso di partite in confezioni al dettaglio il peso del campione elementare dipende dalla dimensione della confezione stessa.

4.1.2. Fatte salve le disposizioni specifiche di cui al punto 5 del presente allegato, come guida per il campionamento delle partite commercializzate in sacchetti o in confezioni singole puo' essere usata la formula seguente:

$$\text{Frequenza di campionamento} = \frac{\text{peso della partita (in kg)} \times \text{peso del campione elementare (in kg)}}{\text{peso del campione globale (in kg)} \times \text{peso di un singolo imballaggio o confezione (in kg)}}$$

Frequenza di campionamento: 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. Numero di campioni elementari per le partite < 15 tonnellate.

Salvo diverse indicazioni riportate al punto 5 del presente allegato, il numero di campioni elementari da prelevare dipende dal peso della partita, con un minimo di 10 e un massimo di 100. Per determinare il

numero di campioni elementari da prelevare, e' possibile basarsi sulle cifre della tabella seguente.

Tabella 1 - Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita

Peso della partita (in t)	Numero di campioni
≤ 0,1	10
> 0,1 ≤ 0,2	15
> 0,2 ≤ 0,5	20
> 0,5 ≤ 1,0	30
> 1,0 ≤ 2,0	40
> 2,0 ≤ 5,0	60
> 5,0 ≤ 10,0	80
> 10,0 ≤ 15,0	100

## 5. Disposizioni specifiche.

5.1. Riassunto generale del sistema di campionamento per le arachidi, i frutti a guscio, la frutta secca e i cereali.

Tabella 2 - Suddivisione delle partite in sottopartite in funzione del prodotto e del peso della partita

Prodotto	Peso della partita (in t)	Peso (in t) o numero delle sottopartite (n)	Numero di campioni elementari	Campione globale (in kg)
Fichi secchi e altra frutta secca	≥ 15	15-30t	100	30
	< 15	-----	10-100*	≤ 30
Arachidi, pistacchi, noci del Brasile e altri frutti a guscio	≥ 500	100 t	100	30
	>125 e <500	5	100	30
	≥15 e ≤125	25 t	100	30
	< 15	-----	10-100*	≤30
Cereali	≥ 1500	500 t	100	30
	>300 e <1500	3	100	30
	≥50 e ≤300	100 t	100	30
	≥ 50	-----	10-100*	1-10

(\* ) In funzione dle peso della partita (cfr. punto 4.2 o 5.3)

5.2. Arachidi, pistacchi, noci del Brasile, Fichi secchi, Cereali (partite > o = a 50 tonnellate).

5.2.1. Modalita' di prelievo.

a) Sempreche' le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita deve essere suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 2. Dato che il peso delle partite non e' sempre un multiplo esatto di quello delle sottopartite, quest'ultimo puo' superare il peso indicato per un massimo del 20%.

b) Ciascuna sottopartita deve essere oggetto di campionamento separato.

c) Numero di campioni elementari: 100. In caso di partite < 15 tonnellate, il numero di campioni elementari da prelevare dipende dal peso della partita, con un minimo di 10 e un massimo di 100 (cfr. punto 4.2.).

d) Il campione globale di 30 kg deve essere mescolato sufficientemente e suddiviso in tre campioni di laboratorio eguali da 10 kg prima della macinazione. (Tale suddivisione non e' necessaria nel caso di arachidi, di frutti a guscio e di frutta secca destinati alla cernita o a subire altri trattamenti fisici e qualora si disponga di una apparecchiatura in grado di macinare un campione di 30 kg) e) I campioni globali < 10kg non devono essere suddivisi in campioni di laboratorio.

f) Ciascun campione di laboratorio deve essere individualmente finemente macinato e accuratamente

mescolato, onde garantire una omogeneizzazione completa conformemente alle disposizioni dell'allegato II.

g) Nei casi in cui non e' 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, ecc), si puo' ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che la campionatura sia la piu' rappresentativa possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato (cfr.3.6.).

5.2.2. Accettazione di una partita o sottopartita:

a) Per le arachidi, i frutti a guscio, i fichi secchi ed i cereali destinati al consumo umano diretto: accettazione, se nessuno dei campioni di laboratorio supera il limite massimo; rifiuto, se uno o piu' campioni di laboratorio superano il limite massimo.

Nel caso di un campione globale < 10 kg:

accettazione, se il campione non supera il limite massimo;

rifiuto, se il campione supera il limite massimo.

b) Per le arachidi, i frutti a guscio ed i fichi secchi destinati alla cernita o ad altri trattamenti fisici:

accettazione, se il campione globale o la media dei campioni di laboratorio non superano il limite massimo;

rifiuto, se il campione globale o la media dei campioni di laboratorio superano il limite massimo.

5.3. Frutti a guscio diversi dalle arachidi, dai pistacchi e dalle noci del Brasile.

Frutta secca diversa dai fichi secchi, Cereali ( partite < 50 tonnellate).

5.3.1. Modalita' di prelievo.

Per questi prodotti possono essere applicate le modalita' di prelievo di cui al punto 5.2.1. Tuttavia, tenute presenti la bassa incidenza della contaminazione di questi prodotti e/o le forme piu' moderne di imballaggio in cui tali prodotti vengono commercializzati, e' possibile applicare un altro sistema di prelievo (cfr.4.1.), a condizione che il campionamento sia il piu' rappresentativo possibile.

Per partite di cereali < 50 tonnellate, e' possibile ricorrere a modalita' di prelievo adeguate al peso della partita e che comportino da 10 a 100 campioni elementari di 100 grammi ciascuna riuniti in un campione globale di 1-10 kg. Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare, e' possibile basarsi sulle cifre della tabella seguente.

Tabella 3 - Numero dei campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita di cereali

Peso della partita (in t)	Numero di campioni elementari
≤ 1	10
> 1 e ≤ 3	20
> 3 e ≤ 10	40
> 10 e ≤ 20	60
> 20 e ≤ 50	100

5.3.2. Accettazione di una partita o di una sottopartita.

Cfr. punto 5.2.2.

5.4. Latte.

5.4.1. Modalita' di prelievo.

Prelievo da effettuare secondo le modalita' di cui al decreto ministeriale 26 marzo 1992, che stabilisce i metodi di analisi e prova relativi al latte crudo e al latte trattato termicamente, pubblicato nel s.o. alla Gazzetta Ufficiale n. 90 del 16 aprile 1992.

Numero di campioni elementari: minimo 5.

Peso del campione globale: minimo 0,5 kg o litri.

5.4.2. Accettazione di una partita o di una sottopartita:

accettazione, se il campione globale non supera il limite massimo;

rifiuto, se il campione globale supera il limite massimo.

5.5. Prodotti derivati e prodotti alimentari composti da piu' ingredienti.

5.5.1. Prodotti lattierocaseari.

5.5.1.1. Modalita' di prelievo.

Prelievo da effettuare secondo le modalita' di cui al decreto 8 novembre 1989, n. 435 concernente i metodi di prelievo ai fini dell'analisi chimica per il controllo del latte conservato destinato all'alimentazione umana.

Numero di campioni elementari: minimo 5.

Per gli altri prodotti lattierocaseari, si applicano modalita' di prelievo equivalente.

5.5.1.2. Accettazione di una partita o sottopartita:

accettazione, se il campione globale non supera il limite massimo;

rifiuto, se il campione globale supera il limite massimo.

5.5.2. Altri prodotti derivati che presentano particelle molto fini, quali farina, pasta di fichi, pasta d'arachidi (distribuzione omogenea della contaminazione da aflatossine).

5.5.2.1. Modalita' di prelievo.

Numero di campioni elementari: 100. In caso di partite 50 tonnellate, il numero di campioni elementari e' compreso tra 10 e 100. Esso dipende dal peso della partita (cfr. tabella 3).

Il peso del campione elementare e' di circa 100 grammi. Nel caso di partite in confezione al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dalla dimensione della confezione stessa.

Peso del campione globale: 1-10 kg mescolati sufficientemente.

5.5.2.2. Numero dei campioni da prelevare.

Il numero di campioni globali da prelevare dipende dal peso della partita. Le grandi partite devono essere suddivise in sottopartite come indicato al punto 5.2. per i cereali.

Ciascuna sottopartita deve essere oggetto di campionamento separato.

5.5.2.3. Accettazione di una partita o sottopartita:

accettazione, se il campione globale non supera il limite massimo;

rifiuto, se il campione globale supera il limite massimo.

5.6. Altri prodotti che presentano particelle relativamente grossolane (distribuzione eterogenea della contaminazione da parte delle aflatossine).

Modalita' di prelievo e accettazione conformemente alle disposizioni dei punti 5.2. e 5.3., per i prodotti agricoli non trasformati.

## **ALLEGATO II**

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

#### **1. Introduzione.**

##### 1.1. Precauzioni.

Durante l'operazione e' opportuno evitare il piu' possibile la luce del giorno in quanto l'aflatossina si decompone gradualmente sotto l'influenza della luce ultravioletta. Data la distribuzione estremamente eterogenea dell'aflatossina, i campioni devono essere preparati (e soprattutto omogeneizzati) con la massima cura.

Per la preparazione delle aliquote da analizzare deve essere utilizzata l'intera massa di ciascun campione di laboratorio.

##### 1.2. Calcolo della proporzione di guscio/parte commestibile nei frutti a guscio interi.

I limiti fissati per le aflatossine dal regolamento (CE) n. 1525/98 si applicano alla parte commestibile.

Il tenore di aflatossine nella parte commestibile puo' essere determinato utilizzando una delle due procedure seguenti:

sgusciando i campioni di laboratorio e applicando la procedura analitica per la determinazione del tenore di aflatossine nella sola parte commestibile;

macinando l'intero frutto a guscio. La procedura di campionamento e quella analitica deve essere effettuata sulla base del peso della parte commestibile del campione globale. Quest'ultimo viene valutato mediante un fattore che tiene conto della proporzione tra guscio e parte commestibile nel frutto intero. A tale scopo circa 100 frutti a guscio interi vengono prelevati casualmente dalla partita o dal campione globale o dal campione di laboratorio. La proporzione, per ciascun campione di laboratorio, puo' essere ottenuta pesando il frutto intero, sgusciando e ripesando i gusci e la parte commestibile. La proporzione guscio/parte commestibile, una volta determinata, puo' essere usata per analisi successive. Tale proporzione deve essere tuttavia determinata con la procedura sopra descritta se il campione di laboratorio non e' conforme al limite massimo.

## 2. Trattamento del campione ricevuto in laboratorio.

Ciascun campione di laboratorio prelevato viene macinato finemente e accuratamente mescolato, utilizzando un metodo che garantisca una omogeneizzazione completa (cfr. all. I punto 3.8.).

## 3. Suddivisione dei campioni prelevati.

Si applicano le modalita' previste dal decreto del Presidente della Repubblica 27 marzo 1980, n. 327.

## 4. Metodo d'analisi che dovra' essere utilizzato dal laboratorio e modalita' di controllo del laboratorio stesso.

### 4.1. Definizioni.

Tra le definizioni piu' correnti che verranno applicate ai laboratori figurano le seguenti:

i parametri di precisione piu' comunemente citati sono la ripetibilita' e la riproducibilita'.

$r$  = ripetibilita': valore al di sotto del quale ci si aspetta che cada, con una probabilita' specifica (in linea di massima 95 %), la differenza assoluta tra i risultati di due prove singole ottenute in condizioni di ripetibilita' (ovvero stesso campione, stesso operatore, stessa apparecchiatura, stesso laboratorio e intervallo breve); per cui  $r = 2,8 \times s$  in base  $r$ ;

$s$  in base  $r$  = deviazione standard, calcolata dai risultati ottenuti in condizioni di ripetibilita';

$RSDr$  = deviazione standard relativa, calcolata dai risultati ottenuti in condizioni di ripetibilita' [ $(s \text{ in base } r/x) \times 100$ ], in cui  $x$  rappresenta la media dei risultati per tutti i laboratori e i campioni;

$R$  = riproducibilita': valore al di sotto del quale ci si aspetta che cada, entro un certo limite di probabilita' (in linea di massima 95%), la differenza assoluta tra i risultati di prove singole ottenuti in condizioni di riproducibilita' (ovvero ottenuti per un campione identico, da operatori in diversi laboratori che usano lo stesso metodo di prova normalizzato); per cui  $R = 2,8 \times S$  in base  $R$ ;

$S$  in base  $R$  = deviazione standard calcolata dai risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita';

$RSD$  in base  $R$  = deviazione standard relativa calcolata dai risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita' [ $(S \text{ in base } R/x) \times 100$ ].

### 4.2. Esigenze generali.

I metodi d'analisi usati per il controllo dei prodotti alimentari devono essere il piu' possibile conformi alle disposizioni dei punti 1 e 2 dell'allegato della direttiva 85/591/CEE.

### 4.3. Esigenze specifiche.

Per la determinazione del tenore di aflatossine nei prodotti alimentari, i laboratori sono liberi di applicare il metodo di loro scelta, a condizione che esso rispetti i criteri seguenti:

Criterio	Intervallo di concentrazione	Intervallo raccomandato
Valore sul bianco	Tutte le concentrazioni	Trascurabile
Recupero aflatossina $M_1$	0,01 - 0,5 $\mu\text{g/L}$ > 0,05 $\mu\text{g/L}$	60 a 120 % 70 a 110 %
Recupero aflatossine $B_1$ $B_2$ $G_1$ $G_2$	< 1,0 $\mu\text{g/kg}$ 1-10 $\mu\text{g/kg}$ >10 $\mu\text{g/kg}$	50 a 120 % 70 a 110 % 80 a 110 %
Precisione $RSDr$	Tutte le concentrazioni	secondo l'equazione di Horwitz

La precisione  $RSDr$  puo' essere calcolata come pari a  $0,66 \times RSDr$ , quest'ultima ottenuta alla concentrazione di interesse.

Nota bene:

Valori da applicare tanto alla aflatossina B in base 1 quanto alla somma delle aflatossine totali  $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$ .

Se deve essere riportata la somma delle aflatossine  $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$ , deve essere nota la percentuale di recupero di ciascuna di esse relativa al metodo d'analisi utilizzato.

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

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

$$RSDr = 2^{(1-0.5 \log C)}$$

dove:

SrDr e' la deviazione standard relativa calcolata sulla base dei risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita' [(S in base r/x) X 100].

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

In questo caso si tratta di un'equazione generale relativa alla precisione che e' indipendente dall'analita e dalla matrice e, per la maggior parte dei metodi d'analisi impiegati, dipendente unicamente dalla concentrazione.

#### 4.4. Calcolo della percentuale di recupero.

Il risultato analitico puo' essere riportato, o meno, sotto forma corretta per il fattore di recupero. In entrambi i casi tuttavia devono sempre essere indicati la procedura impiegata e la percentuale di recupero.

#### 4.5. Assicurazione di qualita' dei laboratori.

I laboratori devono conformarsi alle disposizioni del decreto legislativo 26 maggio 1997, n. 156.