

Trattandosi di un semplice strumento di documentazione, esso non impegna la responsabilità delle istituzioni

► **B**

REGOLAMENTO (CE) N. 401/2006 DELLA COMMISSIONE

del 23 febbraio 2006

relativo ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari

(Testo rilevante ai fini del SEE)

(GU L 70 del 9.3.2006, pag. 12)

Modificato da:

Gazzetta ufficiale

		n.	pag.	data
► <u>M1</u>	Regolamento (UE) n. 178/2010 della Commissione del 2 marzo 2010	L 52	32	3.3.2010
► <u>M2</u>	Regolamento (UE) n. 519/2014 della Commissione del 16 maggio 2014	L 147	29	17.5.2014



**REGOLAMENTO (CE) N. 401/2006 DELLA COMMISSIONE
del 23 febbraio 2006**

**relativo ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo
ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari**

(Testo rilevante ai fini del SEE)

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

visto il regolamento (CE) n. 882/2004 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 29 aprile 2004, relativo ai controlli ufficiali intesi a verificare la conformità alla normativa in materia di mangimi e di alimenti e alle norme sulla salute e sul benessere degli animali ⁽¹⁾, in particolare l'articolo 11, paragrafo 4,

considerando quanto segue:

- (1) Il regolamento (CE) n. 466/2001 della Commissione, dell'8 marzo 2001, che definisce i tenori massimi di taluni contaminanti presenti nelle derrate alimentari ⁽²⁾ fissa i tenori massimi di varie micotossine in alcuni prodotti alimentari.
- (2) Il campionamento svolge un ruolo cruciale per quanto concerne la precisione della determinazione dei tenori di micotossine, che sono distribuite in modo estremamente eterogeneo in una partita. Occorre quindi fissare i criteri generali ai quali si deve conformare il metodo di campionamento.
- (3) Occorre inoltre fissare i criteri generali ai quali si deve conformare il metodo di analisi per far sì che i laboratori utilizzino metodi d'analisi con livelli di prestazione comparabili.
- (4) La direttiva 98/53/CE della Commissione, del 16 luglio 1998, che fissa metodi per il prelievo di campioni e metodi d'analisi per il controllo ufficiale dei tenori massimi di taluni contaminanti nei prodotti alimentari ⁽³⁾ stabilisce metodi di campionamento e criteri di rendimento per i metodi di analisi da utilizzare per il controllo ufficiale dei tenori di aflatossine nei prodotti alimentari.
- (5) Analogamente, 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 ⁽⁴⁾, la direttiva 2003/78/CE della Commissione, dell'11 agosto 2003, relativa ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di patulina nei prodotti alimentari ⁽⁵⁾ e la direttiva 2005/38/CE della Commissione, del 6 giugno 2005, relativa ai metodi di campionamento e di analisi

⁽¹⁾ GU L 165 del 30.4.2004, pag. 1; rettifica nella GU L 191 del 28.5.2004, pag. 1.

⁽²⁾ GU L 77 del 16.3.2001, pag. 1. Regolamento modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 199/2006 (GU L 32 del 4.2.2006, pag. 34).

⁽³⁾ GU L 201 del 17.7.1998, pag. 93. Direttiva modificata da ultimo dalla direttiva 2004/43/CE (GU L 113 del 20.4.2004, pag. 14).

⁽⁴⁾ GU L 75 del 16.3.2002, pag. 38. Direttiva modificata da ultimo dalla direttiva 2005/5/CE (GU L 27 del 29.1.2005, pag. 38).

⁽⁵⁾ GU L 203 del 12.8.2003, pag. 40.

▼B

per il controllo ufficiale del tenore di tossine di *Fusarium* nei prodotti alimentari ⁽¹⁾ stabiliscono metodi di campionamento e criteri di rendimento relativi rispettivamente all'ocratossina A, alla patulina e alle tossine di *Fusarium*.

- (6) Ove possibile, è opportuno applicare allo stesso prodotto lo stesso metodo di campionamento per il controllo delle micotossine. I metodi di campionamento e i criteri di rendimento dei metodi di analisi da utilizzare per il controllo ufficiale di tutte le micotossine devono quindi essere riuniti in un unico atto giuridico al fine di facilitarne l'applicazione.
- (7) Le aflatossine sono distribuite in modo estremamente eterogeneo in una partita, soprattutto nelle partite di prodotti alimentari con particelle di grandi dimensioni, come i fichi secchi o le arachidi. Al fine di ottenere la stessa rappresentatività, il peso del campione globale per le partite di prodotti alimentari con particelle di grandi dimensioni deve essere superiore al peso del campione globale nel caso di partite di prodotti alimentari caratterizzati da particelle più fini. Poiché la distribuzione delle micotossine nei prodotti trasformati è in genere meno eterogenea che nei prodotti non trasformati a base di cereali, è opportuno prevedere disposizioni di campionamento più semplici per i prodotti trasformati.
- (8) Le direttive 98/53/CE, 2002/26/CE, 2003/78/CE e 2005/38/CE vanno pertanto abrogate.
- (9) È opportuno che la data di applicazione del presente regolamento coincida con la data di applicazione del regolamento (CE) n. 856/2005 della Commissione, del 6 giugno 2005, che modifica il regolamento (CE) n. 466/2001 per quanto riguarda le *Fusarium*-tossine ⁽²⁾.
- (10) Le misure di cui al presente regolamento sono conformi al parere del comitato permanente per la catena alimentare e la salute degli animali,

HA ADOTTATO IL PRESENTE REGOLAMENTO:

Articolo 1

Il campionamento destinato al controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari viene effettuato con le modalità indicate nell'allegato I.

Articolo 2

La preparazione dei campioni e i metodi di analisi utilizzati per il controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari rispettano i criteri indicati nell'allegato II.

Articolo 3

Le direttive 98/53/CE, 2002/26/CE, 2003/78/CE e 2005/38/CE sono abrogate.

I riferimenti alle direttive abrogate si intendono fatti al presente regolamento.

⁽¹⁾ GU L 143 del 7.6.2005, pag. 18.

⁽²⁾ GU L 143 del 7.6.2005, pag. 3.

▼B

Articolo 4

Il presente regolamento entra in vigore il ventesimo giorno successivo alla pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale dell'Unione europea*.

Esso si applica a decorrere dal 1° luglio 2006.

Il presente regolamento è obbligatorio in tutti i suoi elementi e direttamente applicabile in ciascuno degli Stati membri.

*ALLEGATO I*⁽¹⁾**METODI DI CAMPIONAMENTO PER IL CONTROLLO UFFICIALE
DEI TENORI DI MICOTOSSINE NEI PRODOTTI ALIMENTARI****A. DISPOSIZIONI GENERALI**

I controlli ufficiali vengono effettuati conformemente alle disposizioni del regolamento (CE) n. 882/2004. Le seguenti disposizioni generali si applicano fatte salve le disposizioni del regolamento (CE) n. 882/2004.

A.1. Oggetto e campo di applicazione

I campioni destinati al controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari vengono prelevati con le modalità indicate nel presente allegato. I campioni globali così ottenuti sono considerati rappresentativi delle partite. La conformità ai tenori massimi fissati nel regolamento (CE) n. 466/2001 viene determinata sulla base dei tenori rilevati nei campioni di laboratorio.

A.2. Definizioni

Ai fini del presente allegato si applicano le seguenti definizioni:

A.2.1. «partita»: quantitativo identificabile di prodotto alimentare, consegnato in una sola volta, per il quale è accertata dall'addetto al controllo ufficiale la presenza di caratteristiche comuni quali l'origine, la varietà, il tipo d'imballaggio, l'imballatore, lo speditore o la marcatura;

A.2.2. «sottopartita»: porzione di una grande partita designata per essere sottoposta a campionamento; ciascuna sottopartita deve essere fisicamente separata e identificabile;

A.2.3. «campione elementare»: quantitativo di materiale prelevato in un solo punto della partita o della sottopartita;

A.2.4. «campione globale»: campione ottenuto riunendo tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o dalla sottopartita;

A.2.5. «campione di laboratorio»: campione destinato al laboratorio.

A.3. Disposizioni generali**A.3.1. Personale**

Il prelievo deve essere effettuato da personale qualificato, secondo le norme vigenti nello Stato membro.

A.3.2. Prodotto da campionare

Ciascuna partita da analizzare è oggetto di campionamento separato. Conformemente alle disposizioni specifiche di campionamento per le diverse micotossine, le grandi partite devono essere suddivise in sottopartite, che sono oggetto di campionamento separato.

A.3.3. Precauzioni necessarie

Nel corso del prelievo e della preparazione dei campioni occorre adottare alcune precauzioni per evitare qualsiasi alterazione che possa:

- modificare il tenore di micotossine e compromettere le analisi o la rappresentatività del campione globale,
- compromettere la sicurezza alimentare delle partite da campionare.

⁽¹⁾ Una guida destinata alle autorità competenti per il controllo del rispetto della legislazione comunitaria in materia di aflatoxine è disponibile al seguente indirizzo: http://europa.eu.int/comm/food/chemicalsafety/contaminants/aflatoxin_guidance_it.pdf. La guida fornisce ulteriori informazioni pratiche, che tuttavia sono subordinate alle disposizioni del presente regolamento.

▼B

Occorre inoltre prendere tutte le misure necessarie a garantire la sicurezza del personale che procede al prelievo dei campioni.

A.3.4. Campioni elementari

I campioni elementari devono essere prelevati per quanto possibile in vari punti distribuiti nell'insieme della partita o della sottopartita. Qualsiasi deroga a tale norma va segnalata nel verbale di cui al punto A.3.8 del presente allegato.

A.3.5. Preparazione del campione globale

Il campione globale viene ottenuto mescolando i campioni elementari.

A.3.6. Campioni replicati

I campioni replicati in esecuzione di provvedimenti amministrativi o giudiziari, a fini commerciali o per procedure arbitrali sono prelevati dal campione globale omogeneizzato, a condizione che tale procedura sia conforme alla legislazione vigente nello Stato membro in materia di diritti degli operatori del settore alimentare.

A.3.7. Confezionamento ed invio dei campioni

Ogni campione è collocato in un recipiente pulito, di materiale inerte, che lo protegga adeguatamente da qualsiasi fattore di contaminazione e dai danni che potrebbero essere causati dal trasporto. Sono prese tutte le precauzioni necessarie ad evitare alterazioni della composizione del campione durante il trasporto o la conservazione.

A.3.8. Sigillatura ed etichettatura dei campioni

Ogni campione ufficiale viene sigillato sul luogo del prelievo e identificato secondo le prescrizioni vigenti nello Stato membro.

Per ciascun prelievo di campione è redatto un verbale di campionamento che consenta di identificare con certezza la partita campionata e che indichi la data e il luogo del campionamento, nonché qualsiasi informazione supplementare utile all'analista.

A.4. Diversi tipi di partite

I prodotti alimentari possono essere commercializzati sfusi, in contenitori, in imballaggi singoli (sacchi, confezioni al dettaglio, ecc.). Il metodo di campionamento può essere applicato alle varie forme nelle quali i prodotti vengono immessi in commercio.

Fatte salve le disposizioni specifiche di altre parti del presente allegato, come guida per il campionamento delle partite commercializzate in imballaggi singoli (sacchi o confezioni al dettaglio) può essere usata la seguente formula.

$$\text{Frequenza di campionamento } n = \frac{\text{peso della partita} \times \text{peso del campione elementare}}{\text{peso del campione globale} \times \text{peso di una confezione singola}}$$

— peso: espresso in kg

— frequenza di campionamento: ogni n confezioni singole è prelevato un campione elementare (i numeri decimali sono approssimati all'unità più vicina).

B. METODO DI CAMPIONAMENTO PER I CEREALI E I PRODOTTI DERIVATI

Si applica questo metodo di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per l'aflatossina B1, le aflatossine totali, l'ocratossina A e le tossine di *Fusarium* nei cereali e nei prodotti derivati.

▼ B**B.1. Peso del campione elementare**

Il peso del campione elementare è di circa 100 grammi, a meno che esso non sia definito diversamente in questa parte B del presente allegato.

Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dal peso della confezione stessa.

Per le confezioni al dettaglio con un peso superiore a 100 grammi i campioni globali pesano più di 10 kg. Se il peso di una singola confezione al dettaglio supera di molto i 100 grammi, da ciascuna di tali confezioni si ritirano 100 grammi per costituire un campione elementare. Questa operazione può essere effettuata al momento del prelievo del campione o in laboratorio. Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto ecc.) si può tuttavia ricorrere a un metodo di campionamento alternativo. Ad esempio, se un prodotto di valore viene commercializzato in confezioni al dettaglio da 500 grammi o da 1 kg, il campione globale può essere ottenuto unendo un numero di campioni elementari inferiore al numero indicato nelle tabelle 1 e 2, purché il suo peso sia pari al peso richiesto per il campione globale citato in dette tabelle.

Se il peso della confezione al dettaglio è inferiore a 100 grammi e la differenza non è considerevole, una confezione al dettaglio viene considerata equivalente a un campione elementare e il campione globale che ne risulta è inferiore a 10 kg. Se la confezione al dettaglio pesa molto meno di 100 grammi, un campione elementare è costituito da due o più confezioni al dettaglio in modo che il suo peso si avvicini il più possibile a 100 grammi.

B.2. Riepilogo del metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati**▼ M2**

Tabella 1

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

Prodotto	Peso della partita (t)	Peso o numero delle sottopartite	Numero di campioni elementari	Peso del campione globale (kg)
Cereali e prodotti derivati	> 300 e < 1 500	3 sottopartite	100	10
	≥ 50 e ≤ 300	100 t	100	10
	< 50	—	3-100 (*)	1-10

(*) In funzione del peso della partita — cfr. tabella 2.

▼ B**B.3. Metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati (partite ≥ 50 tonnellate)**

— Sempreché le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita deve essere suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Dato che il peso delle partite non è sempre un multiplo esatto di quello delle sottopartite, quest'ultimo può superare il peso indicato al massimo del 20 %. Se la partita non è o non può essere suddivisa fisicamente in sottopartite, da essa si preleva un minimo di 100 campioni elementari. ► **M2** Per le partite > 500 tonnellate il numero di campioni elementari è indicato nella parte L.2 dell'allegato I. ◀

— Ciascuna sottopartita deve essere oggetto di campionamento separato.

▼ B

- Numero di campioni elementari: 100. Peso del campione globale = 10 kg.
- Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo qui descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato. Si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento anche nei casi in cui risulta praticamente impossibile applicare il metodo summenzionato. Ciò si verifica ad esempio quando grandi partite di cereali sono conservate in magazzini o quando i cereali sono immagazzinati in sili ► **M2** ⁽¹⁾ ◀.

B.4. Metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati (partite < 50 tonnellate)

Per le partite di cereali e prodotti derivati inferiori a 50 tonnellate si applica 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. In caso di partite molto piccole ($\leq 0,5$ t) si può prelevare un numero inferiore di campioni elementari, ma il campione globale che riunisce tutti i campioni elementari deve comunque pesare almeno 1 kg.

Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare è possibile basarsi sulle cifre della tabella 2.

Tabella 2

Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita di cereali e di prodotti derivati

Peso della partita (t)	Numero di campioni elementari	Peso del campione globale (kg)
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05 - \leq 0,5$	5	1
$> 0,5 - \leq 1$	10	1
$> 1 - \leq 3$	20	2
$> 3 - \leq 10$	40	4
$> 10 - \leq 20$	60	6
$> 20 - \leq 50$	100	10

B.5. Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di questa parte B del presente allegato.

⁽¹⁾ Il campionamento di dette partite è eseguito conformemente alle norme di cui alla parte L. Gli orientamenti in materia di campionamento di grandi partite sono riportati in un documento di orientamento disponibile sul seguente sito web: <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf>

L'applicazione di norme di campionamento in conformità alla norma EN ISO 24333:2009 o alle norme di campionamento del GAFTA n. 124 da parte degli operatori del settore alimentare al fine di garantire il rispetto delle disposizioni di legge è equivalente alle norme di campionamento di cui alla parte L.

Per quanto concerne il campionamento delle partite per quanto concerne le tossine di *Fusarium*, l'applicazione delle norme di campionamento in conformità alla norma EN ISO 24333:2009 o alle norme di campionamento del GAFTA n. 124 da parte degli operatori del settore alimentare al fine di garantire il rispetto delle disposizioni di legge è equivalente alle norme di campionamento di cui alla parte B.

▼B

Qualora ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato. Il campione globale deve comunque pesare almeno 1 kg ⁽¹⁾.

B.6. Accettazione di una partita o sottopartita

- Accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.
- Rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

C. METODO DI CAMPIONAMENTO PER LA FRUTTA SECCA, COMPRESE LE UVE SECCHE E I PRODOTTI DERIVATI ED ESCLUSI I FICHI SECCHI

Si applica questo metodo di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per:

- l'aflatossina B1 e le aflatossine totali nella frutta secca, esclusi i fichi secchi, e
- l'ocratossina A nelle uve secche (uva di Corinto, uva passa e uva sultanina).

C.1. Peso del campione elementare

Il peso del campione elementare è di circa 100 grammi, a meno che esso non sia definito diversamente in questa parte C del presente allegato.

Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dal peso della confezione stessa.

Per le confezioni al dettaglio con un peso superiore a 100 grammi i campioni globali pesano più di 10 kg. Se il peso di una singola confezione al dettaglio supera di molto i 100 grammi, da ciascuna di tali confezioni si ritirano 100 grammi per costituire un campione elementare. Questa operazione può essere effettuata al momento del prelievo del campione o in laboratorio. Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto) si può tuttavia ricorrere a un metodo di campionamento alternativo. Ad esempio, se un prodotto di valore viene commercializzato in confezioni al dettaglio da 500 grammi o da 1 kg, il campione globale può essere ottenuto unendo un numero di campioni elementari inferiore al numero indicato nelle tabelle 1 e 2, purché il suo peso corrisponda al peso richiesto per il campione globale citato in dette tabelle.

Se il peso della confezione al dettaglio è inferiore a 100 grammi e la differenza non è considerevole, una confezione al dettaglio viene considerata equivalente a un campione elementare e il campione globale che ne risulta è inferiore a 10 kg. Se la confezione al dettaglio pesa molto meno di 100 grammi, un campione elementare è costituito da due o più confezioni al dettaglio in modo che il suo peso si avvicini il più possibile ai 100 grammi.

⁽¹⁾ Qualora la porzione da campionare sia troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 1 kg.

▼B**C.2. Riepilogo del metodo di campionamento per la frutta secca esclusi i fichi***Tabella 1***Suddivisione delle partite in sottopartite in funzione del prodotto e del peso della partita**

Prodotto	Peso della partita (t)	Peso o numero delle sottopartite	Numero di campioni elementari	Peso del campione globale (kg)
Frutta secca	≥ 15	15-30 t	100	10
	< 15	—	10-100 (*)	1-10

(*) In funzione del peso della partita — cfr. tabella 2 di questa parte dell'allegato.

C.3. Metodo di campionamento per la frutta secca (partite ≥ 15 tonnellate), esclusi i fichi

— Sempreché le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita deve essere suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Dato che il peso delle partite non è sempre un multiplo esatto di quello delle sottopartite, quest'ultimo può superare il peso indicato al massimo del 20 %.

— Ciascuna sottopartita deve essere oggetto di campionamento separato.

— Numero di campioni elementari: 100. Peso del campione globale = 10 kg.

— Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

C.4. Metodo di campionamento per la frutta secca (partite < 15 tonnellate), esclusi i fichi

Per le partite di frutta secca, esclusi i fichi, inferiori a 15 tonnellate si applica 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 determinare il numero di campioni elementari da prelevare è possibile basarsi sulle cifre della tabella seguente.

*Tabella 2***Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita di frutta secca**

Peso della partita (t)	Numero di campioni elementari	Peso del campione globale (kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1-≤ 0,2	15	1,5
> 0,2-≤ 0,5	20	2
> 0,5-≤ 1,0	30	3
> 1,0-≤ 2,0	40	4
> 2,0-≤ 5,0	60	6
> 5,0-≤ 10,0	80	8
> 10,0-≤ 15,0	100	10

▼B**C.5. Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio**

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di cui alla presente parte dell'allegato I.

Qualora ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato. Il campione globale deve comunque pesare almeno 1 kg ⁽¹⁾.

C.6. Disposizioni specifiche di campionamento per la frutta secca, esclusi i fichi secchi, commercializzata in confezioni sotto vuoto

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 15 tonnellate si prelevano almeno 25 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 10 kg. Per le partite inferiori alle 15 tonnellate si preleva il 25 % del numero di campioni elementari indicato nella tabella 2, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 2).

C.7. Accettazione di una partita o sottopartita

— Accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

— Rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

D. METODO DI CAMPIONAMENTO PER I FICHI SECCHI, LE ARACHIDI E LA FRUTTA A GUSCIO

Si applica questo metodo di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per l'aflatossina B1 e le aflatossine totali nei fichi secchi, nelle arachidi e nella frutta a guscio.

▼M1**D.1. Metodo di campionamento per i fichi secchi**

Questo metodo di campionamento deve essere utilizzato per il controllo ufficiale dei tenori massimi di aflatossina B1 e di aflatossine totali stabiliti per i fichi secchi.

D.1.1. Peso del campione elementare

Il peso del campione elementare è di circa 300 grammi, a meno che non sia definito in altro modo nella parte D.1 dell'allegato I.

Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dalla dimensione della confezione stessa.

Nel caso di confezioni al dettaglio che pesano più di 300 grammi, il campione globale peserà più di 30 kg. Se il peso di ciascuna confezione al dettaglio supera di molto i 300 grammi, è opportuno ritirare 300 grammi da ciascuna di tali confezioni per costituire il campione elementare. Questa operazione può essere effettuata al momento del prelievo del campione o in laboratorio. Se tuttavia tale metodo di campionamento provocherebbe conseguenze commerciali inaccettabili derivanti dal deterioramento della partita (a causa della forma dell'imballaggio, del mezzo di trasporto, ecc.), può essere impiegato un altro metodo di campionamento. Ad

⁽¹⁾ Qualora la porzione da campionare sia troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 1 kg.

▼ **M1**

esempio, nel caso in cui un prodotto di valore è commercializzato in confezioni al dettaglio di 500 grammi o 1 kg, il campione globale può essere ottenuto riunendo un numero di campioni elementari inferiore a quello indicato nelle tabelle 1, 2 e 3, a condizione che il suo peso corrisponda al peso richiesto per il campione globale, così come indicato in tali tabelle.

Se la confezione al dettaglio pesa meno di 300 grammi e questa differenza di peso non è particolarmente importante, si considera che una confezione al dettaglio equivale a un campione elementare, per cui il campione globale avrà un peso inferiore ai 30 kg. Se il peso della confezione al dettaglio è molto inferiore ai 300 grammi, un campione elementare è costituito da due o più confezioni al dettaglio, affinché il suo peso si avvicini quanto più possibile ai 300 grammi.

D.1.2. *Riassunto generale dei metodi di campionamento per i fichi secchi*

Tabella 1

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

Prodotto alimentare	Peso della partita (in tonnellate)	Peso o numero delle sottopartite	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
Fichi secchi	≥ 15	15-30 tonnellate	100	30
	< 15	—	10-100 (*)	≤ 30

(*) Secondo il peso della partita (cfr. la tabella 2 della presente parte D.1 dell'allegato).

D.1.3. *Metodo di campionamento per i fichi secchi (partite ≥ 15 tonnellate)*

- A condizione che le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita è suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Considerando che il peso di una partita non è sempre un multiplo esatto del peso delle sottopartite, il peso delle sottopartite può superare il peso indicato per un massimo del 20 %.
- Ciascuna sottopartita è oggetto di campionamento separato.
- Numero dei campioni elementari: 100.
- Peso del campione globale = 30 kg da mescolare e suddividere in tre campioni di laboratorio uguali di 10 kg prima della macinatura (questa divisione in tre campioni di laboratorio non è necessaria nel caso di fichi secchi destinati ad essere ulteriormente selezionati o a subire altri trattamenti fisici, oppure se si dispone di un'apparecchiatura in grado di omogeneizzare campioni di 30 kg).
- Ciascun campione di laboratorio di 10 kg viene macinato separatamente e finemente e mescolato con cura per ottenere un'omogeneizzazione completa, in conformità delle disposizioni di cui allegato II.
- Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

D.1.4. *Metodo di campionamento per i fichi secchi (partite < 15 tonnellate)*

Il numero di campioni elementari da prelevare dipende dal peso della partita ed è compreso tra un minimo di 10 a un massimo di 100.

▼ **M1**

Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare e la suddivisione del campione globale è possibile basarsi sulle cifre della seguente tabella 2.

Tabella 2

Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita e numero di suddivisioni del campione globale

Peso della partita (in tonnellate)	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg) (in caso di confezioni al dettaglio il peso del campione globale può variare — cfr. punto D.1.1.)	N. di campioni di laboratorio a partire dal campione globale
≤ 0,1	10	3	1 (nessuna suddivisione)
> 0,1 - ≤ 0,2	15	4,5	1 (nessuna suddivisione)
> 0,2 - ≤ 0,5	20	6	1 (nessuna suddivisione)
> 0,5 - ≤ 1,0	30	9 (- < 12 kg)	1 (nessuna suddivisione)
> 1,0 - ≤ 2,0	40	12	2
> 2,0 - ≤ 5,0	60	18 (- < 24 kg)	2
> 5,0 - ≤ 10,0	80	24	3
> 10,0 - ≤ 15,0	100	30	3

— Peso del campione globale ≤ 30 kg da mescolare e suddividere in due o tre campioni di laboratorio uguali di peso ≤ 10 kg prima della macinatura (questa suddivisione in due o tre campioni di laboratorio non è necessaria nel caso dei fichi secchi destinati ad essere ulteriormente selezionati o a subire altri trattamenti fisici, oppure se si dispone di un'apparecchiatura in grado di omogeneizzare un campione avente un peso sino a 30 kg).

Nel caso in cui i pesi del campione globale siano inferiori a 30 kg, il campione globale è diviso in campioni di laboratorio secondo il seguente schema:

- < 12 kg: nessuna suddivisione in campioni di laboratorio
- ≥ 12 - < 24 kg: suddivisione in due campioni di laboratorio
- ≥ 24 kg: divisione in tre campioni di laboratorio.

— Ciascun campione di laboratorio viene macinato separatamente e finemente e mescolato con cura per ottenere un'omogeneizzazione completa, in conformità delle disposizioni di cui allegato II.

— Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

D.1.5. *Metodo di campionamento per i prodotti derivati e gli alimenti composti da più ingredienti*

D.1.5.1. *Prodotti derivati che presentano particelle molto fini (distribuzione omogenea della contaminazione da aflatossine)*

- Numero di campioni elementari: 100; per le partite il cui peso è inferiore a 50 tonnellate il numero di campioni elementari è compreso fra 10 e 100, in funzione del peso della partita (cfr. tabella 3).

▼ **M1**

Tabella 3

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

Peso della partite (in tonnellate)	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	2
> 3 - ≤ 10	40	4
> 10 - ≤ 20	60	6
> 20 - ≤ 50	100	10

— Il peso del campione elementare è 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 (sufficientemente mescolato) = 1-10 kg.

D.1.5.2. Altri prodotti derivati che presentano particelle relativamente grandi (distribuzione eterogenea della contaminazione da aflatossine)

Metodo di campionamento e criteri di accettazione analoghi a quelli utilizzati per i fichi secchi (D.1.3 e D.1.4).

D.1.6. *Campionamento nella fase di vendita al dettaglio*

Il campionamento di prodotti alimentari nella fase di vendita al dettaglio deve essere effettuato quando possibile in conformità con le disposizioni della presente parte dell'allegato I.

Ove ciò non sia possibile, si può ricorrere ad altri metodi efficaci di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio, purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo utilizzato sia chiaramente descritto e debitamente documentato. In ogni caso, il campione globale deve pesare almeno 1 kg ⁽¹⁾.

D.1.7. *Metodo specifico di campionamento per i fichi e i prodotti derivati commercializzati in confezioni sotto vuoto*D.1.7.1 *Fichi secchi*

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 15 tonnellate si prelevano almeno 50 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 30 kg. Per le partite inferiori alle 15 tonnellate si preleva il 50 % del numero dei campioni elementari indicato nella tabella 2, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 2).

D.1.7.2 *Prodotti derivati dai fichi con particelle di piccole dimensioni*

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 50 tonnellate si prelevano almeno 25 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 10 kg. Per le partite inferiori alle 50 tonnellate si preleva il 25 % del numero dei campioni elementari indicato nella tabella 3, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 3).

⁽¹⁾ Se la porzione da sottoporre a campionamento è troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore.

▼ **M1**D.1.8. *Accettazione di una partita o sottopartita*

Per i fichi secchi sottoposti a selezione o ad altri trattamenti fisici:

- accettazione se il campione globale o la media dei campioni di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se il campione globale o la media dei campioni di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

Per i fichi secchi direttamente destinati all'alimentazione umana:

- accettazione se nessuno dei campioni di laboratorio supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se uno o più campioni di laboratorio superano il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

Nei casi in cui il campione globale ha un peso uguale o inferiore a 12 kg:

- accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo, oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

D.2. **Metodo di prelievo di campioni per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio**

Questo metodo di prelievo deve essere utilizzato per il controllo ufficiale dei tenori massimi di aflatossina B1 e di aflatossine totali fissati per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio. ► **M2** Questo metodo di campionamento va applicato anche per il controllo ufficiale dei tenori massimi di ocratossina A, aflatossina B1 e aflatossine totali fissati per le spezie che presentano particelle di dimensioni relativamente grandi (comparabili alle arachidi o maggiori, come ad esempio le noci moscate). ◀

D.2.1. *Peso del campione elementare*

Il peso del campione elementare è di circa 200 grammi, a meno che non sia definito in altro modo nella presente parte D.2 dell'allegato I.

Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dal peso della confezione.

Nel caso di confezioni al dettaglio che pesano più di 200 grammi, il campione globale peserà più di 20 kg. Se il peso di ciascuna confezione al dettaglio supera di molto i 200 grammi, è opportuno ritirare 200 grammi da ciascuna di tali confezioni per costituire un campione elementare. Questa operazione può essere effettuata al momento del prelievo del campione o in laboratorio. Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili derivanti dal deterioramento della partita (ad esempio a causa delle forme dell'imballaggio o dei mezzi di trasporto, ecc.), può essere impiegato un altro metodo di campionamento. Ad esempio, nel caso in cui un prodotto di valore è commercializzato in confezioni al dettaglio di

▼ **M1**

500 grammi o 1 kg, il campione globale può essere ottenuto riunendo un numero di campioni elementari inferiore a quello indicato nelle tabelle 1, 2 e 3, a condizione che il suo peso corrisponda al peso richiesto per il campione globale, così come indicato in tali tabelle.

Se la confezione al dettaglio pesa meno di 200 grammi e questa differenza di peso non è particolarmente importante, si considera che una confezione al dettaglio equivale a un campione elementare, per cui il campione globale avrà un peso inferiore ai 20 kg. Se il peso della confezione al dettaglio è molto inferiore ai 200 grammi, il campione elementare è costituito da due o più confezioni al dettaglio, affinché il suo peso si avvicini quanto più possibile ai 200 grammi.

D.2.2. *Riassunto generale dei metodi di campionamento per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio*

Tabella 1

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

Prodotto alimentare	Peso della partita (in tonnellate)	Peso o numero delle sottopartite	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
Arachidi, altri semi oleosi, mandorle di albicocche e frutta a guscio	≥ 500	100 tonnellate	100	20
	> 125 e < 500	5 sottopartite	100	20
	≥ 15 e ≤ 125	25 tonnellate	100	20
	< 15	—	10-100 (*)	≤ 20

(*) Secondo il peso della partita — cfr. la tabella 2 della presente parte D.2 dell'allegato.

D.2.3. *Metodo di prelievo di campioni per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio (partite ≥ 15 tonnellate)*

- A condizione che le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita è suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Considerando che il peso delle partite non è sempre un multiplo esatto del peso delle sottopartite, quest'ultimo può superare il peso indicato per un massimo del 20 %.
- Ciascuna sottopartita è oggetto di un campionamento separato.
- Numero di campioni elementari: 100.
- Peso del campione globale = 20 kg, da mescolare e suddividere in due campioni di laboratorio uguali di 10 kg prima della macinatura (nel caso di arachidi, altri semi oleosi, mandorle di albicocche e frutta a guscio, questa suddivisione non è necessaria se sono destinati ad essere selezionati o a subire altri trattamenti fisici, oppure se si dispone di un'apparecchiatura in grado di omogeneizzare un campione di 20 kg).
- Ciascun campione di laboratorio di 10 kg viene macinato separatamente e finemente e mescolato con cura per ottenere un'omogeneizzazione completa, in conformità delle disposizioni di cui allegato II.
- Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

▼ **M1**D.2.4. *Metodo di prelievo di campioni per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio (lotti < 15 tonnellate)*

Il numero di campioni elementari da prelevare dipende dal peso della partita ed è compreso tra un minimo di 10 e un massimo di 100.

Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare e la suddivisione del campione globale, è possibile basarsi sulle cifre della seguente tabella 2.

Tabella 2

Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita e numero di suddivisioni del campione globale

Peso della partita (in tonnellate)	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg) (in caso di confezioni al dettaglio il peso del campione globale può variare — cfr. punto D.2.1)	N. di campioni di laboratorio a partire dal campione globale
≤ 0,1	10	2	1 (nessuna suddivisione)
> 0,1 - ≤ 0,2	15	3	1 (nessuna suddivisione)
> 0,2 - ≤ 0,5	20	4	1 (nessuna suddivisione)
> 0,5 - ≤ 1,0	30	6	1 (nessuna suddivisione)
> 1,0 - ≤ 2,0	40	8 (- < 12 kg)	1 (nessuna suddivisione)
> 2,0 - ≤ 5,0	60	12	2
> 5,0 - ≤ 10,0	80	16	2
> 10,0 - ≤ 15,0	100	20	2

— Peso del campione globale ≤ 20 kg da mescolare e suddividere se necessario in due campioni di laboratorio uguali di peso ≤ 10 kg prima della macinatura (questa suddivisione in due campioni di laboratorio non è necessaria nel caso delle arachidi, dei semi oleosi, delle mandorle di albicocche e della frutta a guscio destinati ad essere selezionati o a subire altri trattamenti fisici, oppure se si dispone di un'apparecchiatura in grado di omogeneizzare un campione di 20 kg).

Se pesa meno di 20 kg, il campione globale è diviso in campioni di laboratorio secondo il seguente schema:

— < 12 kg: nessuna suddivisione in campioni di laboratorio;

— ≥ 12 kg: suddivisione in due campioni di laboratorio.

— Ciascun campione di laboratorio viene macinato separatamente e finemente e mescolato con cura per ottenere un'omogeneizzazione completa, in conformità delle disposizioni di cui allegato II.

— Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

▼ **M1**

D.2.5. *Metodo di prelievo di campioni per i prodotti derivati, ad eccezione dell'olio vegetale e gli alimenti composti da più ingredienti*

D.2.5.1. *Prodotti derivati (diversi dall'olio vegetale) che presentano particelle molto fini, quali farina e burro di arachidi (distribuzione omogenea della contaminazione da aflatossine)*

— Numero di campioni elementari: 100; per le partite il cui peso è inferiore a 50 tonnellate il numero di campioni elementari è compreso fra 10 e 100, in funzione del peso della partita (cfr. tabella 3).

Tabella 3

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

Peso della partite (in tonnellate)	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	2
> 3 - ≤ 10	40	4
> 10 - ≤ 20	60	6
> 20 - ≤ 50	100	10

— Il peso del campione elementare è 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 (sufficientemente mescolato) = 1-10 kg.

D.2.5.2. *Prodotti derivati che presentano particelle relativamente grandi (distribuzione eterogenea della contaminazione da aflatossine)*

Metodo di campionamento e criteri di accettazione analoghi a quelli utilizzati per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio (D.2.3 e D.2.4).

D.2.6. *Campionamento nella fase del commercio al dettaglio*

Il prelievo di campioni nella fase di distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di campionamento di cui alla presente parte dell'allegato I.

Ove ciò non sia possibile, si può ricorrere ad altri metodi efficaci di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio, purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato. Il campione globale deve comunque pesare almeno 1 kg ⁽¹⁾.

D.2.7. *Metodo specifico di campionamento per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche, la frutta a guscio e prodotti derivati commercializzati in confezioni sotto vuoto*

D.2.7.1. *Pistacchi, arachidi, noci del Brasile*

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 15 tonnellate, si prelevano almeno 50 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 20 kg. Per

⁽¹⁾ Se la porzione da sottoporre a campionamento è troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore.

▼ **M1**

le partite inferiori alle 15 tonnellate si preleva il 50 % del numero dei campioni elementari indicato nella tabella 2, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 2).

D.2.7.2. Mandorle di albicocche, frutta a guscio diversa dai pistacchi e dalle noci del Brasile, altri semi oleosi

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 15 tonnellate, si prelevano almeno 25 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 20 kg. Per le partite inferiori alle 15 tonnellate si preleva il 25 % del numero dei campioni elementari indicato nella tabella 2, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 2).

D.2.7.3. Prodotti con particelle fini derivati da frutta a guscio, mandorle di albicocche e arachidi

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 50 tonnellate, si prelevano almeno 25 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 10 kg. Per le partite inferiori alle 50 tonnellate si preleva il 25 % del numero dei campioni elementari indicato nella tabella 3, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 3).

D.2.8. Accettazione di una partita o sottopartita

Per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio sottoposti a selezione o ad altri trattamenti fisici:

- accettazione se il campione globale o la media dei campioni di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se il campione globale o la media dei campioni di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

Per le arachidi, gli altri semi oleosi, le mandorle di albicocche e la frutta a guscio direttamente destinati all'alimentazione umana:

- accettazione se nessuno dei campioni di laboratorio supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se uno o più campioni di laboratorio superano il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

Nei casi in cui il campione globale ha un peso uguale o inferiore a 12 kg:

- accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo, oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

▼B**E. METODO DI CAMPIONAMENTO PER LE SPEZIE****▼M2**

Questo metodo di campionamento va applicato per il controllo ufficiale dei tenori massimi di ocratossina A, aflatossina B1 e aflatossine totali fissati per le spezie ad eccezione dei casi in cui le spezie presentano particelle di dimensioni relativamente grandi (distribuzione eterogenea della contaminazione da micotossine).

▼B**E.1. Peso del campione elementare**

Il peso del campione elementare è di circa 100 grammi, a meno che esso non sia definito diversamente in questa parte E del presente allegato.

Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dal peso della confezione stessa.

Per le confezioni al dettaglio con un peso superiore a 100 grammi i campioni globali pesano più di 10 kg. Se il peso di una singola confezione al dettaglio supera di molto i 100 grammi, da ciascuna di tali confezioni si ritirano 100 grammi per costituire un campione elementare. Questa operazione può essere effettuata al momento del prelievo del campione o in laboratorio. Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto) si può tuttavia ricorrere a un metodo di campionamento alternativo. Ad esempio, se un prodotto di valore viene commercializzato in confezioni al dettaglio da 500 grammi o da 1 kg, il campione globale può essere ottenuto unendo un numero di campioni elementari inferiore al numero indicato nelle tabelle 1 e 2, purché il suo peso corrisponda al peso richiesto per il campione globale citato in dette tabelle.

Se il peso della confezione al dettaglio è inferiore a 100 grammi e la differenza non è considerevole, una confezione al dettaglio viene considerata equivalente a un campione elementare e il campione globale che ne risulta è inferiore a 10 kg. Se la confezione al dettaglio pesa molto meno di 100 grammi, un campione elementare è costituito da due o più confezioni al dettaglio in modo che il suo peso si avvicini il più possibile ai 100 grammi.

E.2. Riepilogo del metodo di campionamento per le spezie*Tabella 1***Suddivisione delle partite in sottopartite in funzione del prodotto e del peso della partita**

Prodotto	Peso della partita (t)	Peso o numero delle sottopartite	Numero di campioni elementari	Peso del campione globale (kg)
Spezie	≥ 15	25 tonnellate	100	10
	< 15	—	5-100 (*)	0,5-10

(*) In funzione del peso della partita — cfr. tabella 2 di questa parte dell'allegato.

E.3. Metodo di campionamento per le spezie (partite ≥ 15 tonnellate)

- Sempreché le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita deve essere suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Dato che il peso delle partite non è sempre un multiplo esatto di quello delle sottopartite, quest'ultimo può superare il peso indicato al massimo del 20 %.
- Ciascuna sottopartita deve essere oggetto di campionamento separato.
- Numero di campioni elementari: 100. Peso del campione globale = 10 kg.
- Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo

▼B

possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

E.4. Metodo di campionamento per le spezie (partite < 15 tonnellate)

Per le partite di spezie inferiori a 15 tonnellate si applica un piano di campionamento proporzionato al peso della partita e comprendente da 5 a 100 campioni elementari, riuniti in un campione globale di 0,5-10 kg.

Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare, è possibile basarsi sulle cifre della tabella seguente.

Tabella 2

Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita di spezie

Peso della partita (t)	Numero di campioni elementari	Peso del campione globale (kg)
≤ 0,01	5	0,5
> 0,01-≤ 0,1	10	1
> 0,1-≤ 0,2	15	1,5
> 0,2-≤ 0,5	20	2
> 0,5-≤ 1,0	30	3
> 1,0-≤ 2,0	40	4
> 2,0-≤ 5,0	60	6
> 5,0-≤ 10,0	80	8
> 10,0-≤ 15,0	100	10

E.5. Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di campionamento di cui alla presente parte dell'allegato I.

Qualora ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato. Il campione globale deve comunque pesare almeno 0,5 kg ⁽¹⁾.

E.6. Metodo specifico di campionamento per le spezie commercializzate in confezioni sotto vuoto

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 15 tonnellate si prelevano almeno 25 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 10 kg. Per le partite inferiori alle 15 tonnellate si preleva il 25 % del numero di campioni elementari indicato nella tabella 2, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 2).

E.7. Accettazione di una partita o sottopartita

— Accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

— Rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

⁽¹⁾ Qualora la porzione da campionare sia troppo piccola per ottenere un campione globale di 0,5 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 0,5 kg.

▼B**F. METODO DI CAMPIONAMENTO PER IL LATTE E I PRODOTTI LATTIERO-CASEARI, GLI ALIMENTI PER LATTANTI E GLI ALIMENTI DI PROSEGUIMENTO, COMPRESI IL LATTE PER LATTANTI E IL LATTE DI PROSEGUIMENTO**

Si applica questo metodo di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per l'aflatossina M1 nel latte, nei prodotti lattiero-caseari, negli alimenti per lattanti e negli alimenti di proseguimento, compresi il latte per lattanti, il latte di proseguimento e gli alimenti dietetici (latte e prodotti lattiero-caseari) a fini medici speciali destinati specificatamente ai lattanti.

F.1. Metodo di campionamento per il latte, i prodotti lattiero-caseari, gli alimenti per lattanti e gli alimenti di proseguimento, compresi il latte per lattanti e il latte di proseguimento

Il campione globale deve essere di almeno 1 kg o 1 litro, salvo i casi in cui ciò 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 è indicato nella tabella 1. Il numero di campioni elementari è determinato in funzione della forma abituale in cui i relativi prodotti vengono commercializzati. Nel caso di prodotti liquidi sfusi la partita deve essere accuratamente mescolata, per quanto ciò risulti possibile e a condizione che non venga compromessa la qualità del prodotto stesso, con mezzi manuali o meccanici, immediatamente prima del prelievo. In tal caso si può presumere che l'aflatossina M1 sia distribuita omogeneamente in una determinata partita. Pertanto è sufficiente prelevare tre campioni elementari da una partita per formare il campione globale.

I campioni elementari, spesso bottiglie o brik, sono di peso analogo. Ciascun campione elementare deve pesare almeno 100 grammi per formare un campione globale di almeno 1 kg o 1 litro. Qualsiasi deroga a tale metodo va segnalata nel verbale di cui al punto A.3.8 del presente allegato.

Tabella 1

Numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita

Forma di commercializzazione	Volume o peso della partita (l o kg)	Numero minimo di campioni elementari da prelevare	Volume o peso minimo del campione globale (l o kg)
Alla rinfusa	—	3-5	1
Bottiglie/brik	≤ 50	3	1
Bottiglie/brik	50-500	5	1
Bottiglie/brik	> 500	10	1

F.2. Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di cui alla presente parte dell'allegato I.

▼B

Qualora ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato ⁽¹⁾.

F.3. Accettazione di una partita o sottopartita

- Accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero (o del limite di decisione — cfr. allegato II, punto 4.4).
- Rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero (o del limite di decisione — cfr. allegato II, punto 4.4).

▼M1**G. METODO DI PRELIEVO DI CAMPIONI PER IL CAFFÈ, I PRODOTTI A BASE DI CAFFÈ, LA RADICE DI LIQUIRIZIA E L'ESTRATTO DI LIQUIRIZIA**

Questo metodo di prelievo deve essere utilizzato per il controllo ufficiale dei tenori massimi di ocratossina A per il caffè torrefatto, il caffè torrefatto macinato, il caffè macinato solubile, la radice di liquirizia e l'estratto di liquirizia.

G.1. Peso del campione elementare

Il peso del campione elementare è di circa 100 grammi, a meno che non sia definito in altro modo nella presente parte G dell'allegato I.

Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dalla dimensione della confezione stessa.

Nel caso di confezioni al dettaglio che pesano più di 100 grammi, il campione globale peserà più di 10 kg. Se il peso di ciascuna confezione al dettaglio supera di molto i 100 grammi, è opportuno ritirare 100 grammi da ciascuna di tali confezioni per costituire il campione elementare. Questa operazione può essere effettuata al momento del prelievo del campione o in laboratorio. Qualora tuttavia tale metodo di campionamento provochi conseguenze commerciali inaccettabili derivanti dal deterioramento della partita (a causa della forma dell'imballaggio, del mezzo di trasporto, ecc.), può essere impiegato un altro metodo di campionamento. Ad esempio, nel caso in cui un prodotto di valore è commercializzato in confezioni al dettaglio di 500 grammi o 1 kg, il campione globale può essere ottenuto riunendo un numero di campioni elementari inferiore a quello indicato nelle tabelle 1 e 2, a condizione che il suo peso corrisponda al peso richiesto per il campione globale, così come indicato in tali tabelle.

Se la confezione al dettaglio pesa meno di 100 grammi e questa differenza di peso non è particolarmente importante, si considera che una confezione al dettaglio equivale a un campione elementare, per cui il campione globale avrà un peso inferiore ai 10 kg. Se il peso della confezione al dettaglio è molto inferiore ai 100 grammi, un campione elementare è costituito da due o più confezioni al dettaglio, affinché il suo peso si avvicini quanto più possibile ai 100 grammi.

G.2. Riassunto generale dei metodi di campionamento per il caffè torrefatto, il caffè torrefatto macinato, il caffè solubile, la radice di liquirizia e l'estratto di liquirizia

⁽¹⁾ Qualora la porzione da campionare sia troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 1 kg.

▼ **M1**

Tabella 1

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

Prodotto alimentare	Peso della partita (in tonnellate)	Peso o numero delle sottopartite	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
Caffè torrefatto, caffè torrefatto macinato, caffè solubile, radice di liquirizia ed estratto di liquirizia	≥ 15	15-30 tonnellate	100	10
	< 15	—	10-100 (*)	1-10

(*) Secondo il peso della partita — cfr. la tabella 2 della presente parte dell'allegato.

G.3. Metodo di campionamento per il caffè torrefatto, il caffè torrefatto macinato, il caffè solubile, la radice di liquirizia e l'estratto di liquirizia (partite ≥ 15 tonnellate)

— A condizione che le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita è suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Considerando che il peso di una partita non è sempre un multiplo esatto del peso delle sottopartite, il peso delle sottopartite può superare il peso indicato per un massimo del 20 %.

— Ciascuna sottopartita è oggetto di campionamento separato.

— Numero dei campioni elementari: 100.

— Peso del campione globale: 10 kg.

— Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili dovuti al danneggiamento della partita (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

G.4. Metodo di campionamento per il caffè torrefatto, il caffè torrefatto macinato, il caffè solubile, la radice di liquirizia e l'estratto di liquirizia (partite < 15 tonnellate)

Per il caffè torrefatto, il caffè torrefatto macinato, il caffè solubile, la radice di liquirizia e l'estratto di liquirizia al di sotto delle 15 tonnellate, il piano di campionamento è realizzato con un numero di campioni elementari compreso tra 10 e 100, in funzione del peso del lotto, con un campione globale da 1 a 10 kg.

Le cifre della seguente tabella possono essere utilizzate per determinare il numero di campioni elementari da prelevare.

Tabella 2

Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita di caffè torrefatto, caffè torrefatto macinato, caffè solubile, radice di liquirizia e estratto di liquirizia

Peso della partite (in tonnellate)	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1 - ≤ 0,2	15	1,5
> 0,2 - ≤ 0,5	20	2
> 0,5 - ≤ 1,0	30	3
> 1,0 - ≤ 2,0	40	4
> 2,0 - ≤ 5,0	60	6

▼ M1

Peso della partita (in tonnellate)	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
> 5,0 - ≤ 10,0	80	8
> 10,0 - ≤ 15,0	100	10

G.5. Metodo di campionamento per il caffè torrefatto, il caffè torrefatto macinato, il caffè solubile, la radice di liquirizia e l'estratto di liquirizia commercializzati in confezioni sotto vuoto

Per le partite il cui peso è pari o superiore a 15 tonnellate, si prelevano almeno 25 campioni elementari in modo da costituire un campione globale di 10 kg. Per le partite inferiori alle 15 tonnellate si preleva il 25 % del numero dei campioni elementari indicato nella tabella 2, il che costituisce un campione globale il cui peso corrisponde al peso della partita campionata (cfr. tabella 2).

G.6. Campionamento nella fase di distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase di distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di campionamento di cui alla presente parte dell'allegato I.

Ove ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio, purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato. Il campione globale deve comunque pesare almeno 1 kg ⁽¹⁾.

G.7. Accettazione di una partita o di una sottopartita

- accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

▼ B

H. METODO DI CAMPIONAMENTO PER I SUCCHI DI FRUTTA, COMPRESI I SUCCHI D'UVA, I MOSTI D'UVA, IL SIDRO E IL VINO

Si applica questo metodo di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per:

- l'ocratossina A nel vino, nei succhi d'uva e nei mosti d'uva, e per
- la patulina nei succhi di frutta, nel nettare di frutta, nelle bevande alcoliche, nel sidro e in altre bevande fermentate derivati dalle mele o contenenti succo di mele.

H.1. Metodo di campionamento

Il campione globale deve essere di almeno 1 litro, salvo i casi in cui ciò non risulti possibile, ad esempio quando il campione è una bottiglia.

Il numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita è indicato nella tabella 1. Il numero di campioni elementari è determinato in funzione della forma abituale in cui i relativi prodotti vengono commercializzati. Nel caso di prodotti liquidi sfusi la partita deve essere accuratamente mescolata, per quanto ciò risulti possibile e a condizione che non

⁽¹⁾ Se la porzione da sottoporre a campionamento è troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 1 kg.

▼B

venga compromessa la qualità del prodotto stesso, con mezzi manuali o meccanici, immediatamente prima del prelievo. In tal caso si può presumere che l'ocratossina A e la patulina siano distribuite omogeneamente in una partita. Pertanto è sufficiente prelevare tre campioni elementari da una partita per formare il campione globale.

I campioni elementari, spesso bottiglie o brik, sono di peso analogo. Ciascun campione elementare deve pesare almeno 100 grammi per formare un campione globale di almeno 1 litro. Qualsiasi deroga a tale metodo va segnalata nel verbale di cui al punto A.3.8 del presente allegato.

Tabella 1

Numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita

Forma di commercializzazione	Volume della partita (l)	Numero minimo di campioni elementari da prelevare	Volume minimo del campione globale (l)
Alla rinfusa (succhi di frutta, bevande alcoliche, sidro, vino)	—	3	1
Bottiglie/brik (succhi di frutta, bevande alcoliche, sidro)	≤ 50	3	1
Bottiglie/brik (succhi di frutta, bevande alcoliche, sidro)	50-500	5	1
Bottiglie/brik (succhi di frutta, bevande alcoliche, sidro)	> 500	10	1
Bottiglie/brik di vino	≤ 50	1	1
Bottiglie/brik di vino	50-500	2	1
Bottiglie/brik di vino	> 500	3	1

H.2. Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di cui alla presente parte dell'allegato I⁽¹⁾.

Qualora ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

H.3. Accettazione di una partita o sottopartita

- Accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.
- Rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

▼M2

I. METODO DI CAMPIONAMENTO PER I PRODOTTI SOLIDI A BASE DI MELA

Questo metodo di campionamento si applica per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per la patulina nei prodotti solidi a base di mela, compresi quelli destinati ai lattanti e alla prima infanzia.

▼B

I.1. Metodo di campionamento

Il campione globale deve pesare almeno 1 kg, salvo i casi in cui ciò non risulti possibile, ad esempio nel caso in cui i campioni siano prelevati da un'unica confezione.

⁽¹⁾ Qualora la porzione da campionare sia troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 litro, il volume di quest'ultimo può essere inferiore a 1 litro.

▼B

Il numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita è indicato nella tabella 1. ►**M2** ◀

I campioni elementari sono di peso analogo. Ciascun campione elementare deve pesare almeno 100 grammi per formare un campione globale di almeno 1 kg. Qualsiasi deroga a tale metodo va segnalata nel verbale di cui al punto A.3.8 del presente allegato.

Tabella 1

Numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita

Peso della partita (kg)	Numero minimo di campioni elementari da prelevare	Peso del campione globale (kg)
< 50	3	1
50-500	5	1
> 500	10	1

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

Tabella 2

Numero di confezioni (campioni elementari) da prelevare per formare il campione globale se la partita è costituita da confezioni singole

Numero di confezioni o unità della partita	Numero di confezioni o unità da prelevare	Peso del campione globale (kg)
1-25	1 confezione o unità	1
26-100	circa il 5 %, almeno 2 confezioni o unità	1
> 100	circa il 5 %, massimo 10 confezioni o unità	1

I.2. Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di campionamento di cui alla presente parte dell'allegato.

Qualora ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato ⁽¹⁾.

I.3. Accettazione di una partita o sottopartita

— Accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

— Rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenuto conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

⁽¹⁾ Qualora la porzione da campionare sia troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 1 kg.

▼B**J. METODO DI CAMPIONAMENTO PER GLI ALIMENTI PER BAMBINI E PER GLI ALIMENTI TRASFORMATI A BASE DI CEREALI DESTINATI AI LATTANTI E ALLA PRIMA INFANZIA**

Si applica questo metodo di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per:

- le aflatossine, l'ocratossina A e le tossine di *Fusarium* negli alimenti per bambini e negli alimenti trasformati a base di cereali destinati ai lattanti e alla prima infanzia,
- le aflatossine e l'ocratossina A negli alimenti dietetici a fini medici speciali (diversi dal latte e dai prodotti lattiero-caseari) destinati specificatamente ai lattanti,
- la patulina negli alimenti per bambini diversi dagli alimenti trasformati a base di cereali destinati ai lattanti e alla prima infanzia. Per il controllo dei tenori massimi stabiliti per la patulina nel succo di mela e nei prodotti solidi a base di mela destinati ai lattanti e alla prima infanzia si applica il metodo di campionamento di cui alla parte I del presente allegato.

J.1. Metodo di campionamento

- Agli alimenti destinati ai lattanti e alla prima infanzia si applica il metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati di cui al punto B.4 del presente allegato. Il numero di campioni elementari da prelevare dipende quindi dal peso della partita ed è compreso fra un minimo di 10 e un massimo di 100, conformemente alla tabella 2 di cui al punto B.4 del presente allegato. Per partite molto piccole ($\leq 0,5$ tonnellate) si può prelevare un numero inferiore di campioni elementari, ma anche in questo caso il campione globale che riunisce tutti i campioni elementari deve pesare almeno 1 kg.
- Il peso del campione elementare è 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. Nel caso di partite molto piccole ($\leq 0,5$ tonnellate) il peso del campione elementare dev'essere tale che il peso del campione globale ottenuto riunendo i campioni elementari sia pari ad almeno 1 kg. Qualsiasi deroga rispetto a tale modalità di prelievo va segnalata nel verbale di cui al punto A.3.8.
- Peso del campione globale (sufficientemente mescolato) = 1-10 kg.

J.2. Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di cui alla presente parte dell'allegato I.

Qualora ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato ⁽¹⁾.

J.3. Accettazione di una partita o sottopartita

- Accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.
- Rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

▼M1**K. METODO DI CAMPIONAMENTO PER GLI OLI VEGETALI**

Questo metodo di campionamento deve essere utilizzato per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per le micotossine, in particolare l'aflatossina B1, le aflatossine totali e lo zearalenone, negli oli vegetali.

⁽¹⁾ Qualora la porzione da campionare sia troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 1 kg.

▼ **M1****K.1. Metodo di campionamento per gli oli vegetali**

- Ciascun campione elementare deve pesare circa almeno 100 grammi (ml) (in funzione della natura del lotto, ad esempio olio vegetale alla rinfusa, devono essere prelevati almeno 3 campioni elementari di circa 350 ml), per formare un campione globale di almeno 1 kg (litro).

- Il numero minimo di campioni elementari da prelevare dalla partita è indicato nella tabella 1. La partita è accuratamente mescolata, per quanto possibile, sia mediante un procedimento manuale, sia con un procedimento tecnico, immediatamente prima del campionamento. In questo caso, si può supporre una distribuzione omogenea dell'aflatosina all'interno di una determinata partita; è pertanto sufficiente prelevare tre campioni elementari per partita al fine di costituire il campione globale.

Tabella 1

Numero minimo di campioni elementari da prelevare dalla partita

Forma di commercializzazione	Peso del lotto (in kg) Volume del lotto (in litri)	Numero minimo di campioni elementari da prelevare
Alla rinfusa (*)	—	3
confezioni	≤ 50	3
confezioni	> 50-500	5
confezioni	> 500	10

(*) A condizione che la sottopartita possa essere separata fisicamente, le grandi partite alla rinfusa/le partite di oli vegetali sono suddivise in sottopartite conformemente alla tabella 2 della presente parte.

Tabella 2

Suddivisione delle partite in sottopartite in funzione del peso della partita

Prodotto alimentare	Peso della partita (in tonnellate)	Peso o numero delle sottopartite	N. di campioni elementari	Peso del campione globale (in kg)
Oli vegetali	≥ 1 500	500 tonnellate	3	1
	> 300 e < 1 500	3 sottopartite	3	1
	≥ 50 e ≤ 300	100 tonnellate	3	1
	< 50	—	3	1

K.2. Metodo di campionamento per gli oli vegetali nella fase di distribuzione al dettaglio

Il prelievo di campioni di prodotti alimentari nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di campionamento di cui alla presente parte dell'allegato 1.

Ove ciò non sia possibile, si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio, purché il campione globale sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato. Il campione globale deve comunque pesare almeno 1 kg ⁽¹⁾.

⁽¹⁾ Se la porzione da sottoporre a campionamento è troppo piccola per ottenere un campione globale di 1 kg, il peso di quest'ultimo può essere inferiore a 1 kg.

▼ M1**K.3. Accettazione di una partita o di una sottopartita**

- accettazione se il campione di laboratorio non supera il limite massimo, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero,
- rifiuto se il campione di laboratorio supera il limite massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

▼ M2**L. METODO DI CAMPIONAMENTO PER PARTITE MOLTO GRANDI IMMAGAZZINATE O TRASPORTATE CON MODALITÀ CHE NON PERMETTONO IL PRELIEVO DI CAMPIONI DA TUTTA LA PARTITA****L.1. Principi generali**

Se le modalità di trasporto o di stoccaggio di una partita non consentono il prelievo di campioni elementari dall'intera partita, è preferibile eseguire il prelievo di campioni quando la partita è in movimento (campionamento dinamico).

Nel caso di grandi depositi destinati allo stoccaggio di prodotti alimentari, gli operatori vanno incoraggiati ad installare nel deposito attrezzature che consentano di eseguire il prelievo (automatico) di campioni da tutta la partita immagazzinata.

In caso di applicazione delle procedure di campionamento di cui alla presente parte L, l'operatore del settore alimentare o il suo rappresentante vanno informati della procedura di campionamento. Qualora l'operatore o il suo rappresentante contestino la procedura di campionamento, essi consentono all'autorità competente di eseguire prelievi di campioni da tutta la partita a proprie spese.

Il campionamento di una parte della partita è autorizzato a condizione che la quantità della porzione campionata equivalga almeno al 10 % della partita oggetto di campionamento. Se una parte di una partita di prodotti alimentari appartenente alla medesima classe o descrizione è stata sottoposta a campionamento e giudicata non conforme alle prescrizioni dell'Unione, si presume che nemmeno l'intera partita lo sia, salvo che un'ulteriore valutazione dettagliata dimostri l'assenza di prove indicanti la non conformità del resto della partita.

Le disposizioni pertinenti, quali il peso del campione elementare, di cui alle altre parti del presente allegato sono applicabili per il campionamento di partite molto grandi o di partite immagazzinate o trasportate con modalità che non permettono il prelievo di campioni da tutta la partita.

L.2. Numero di campioni elementari da prelevare nel caso di grandi partite

Nel caso di grandi porzioni campionate (> 500 tonnellate), il numero di campioni elementari da prelevare è dato dalla somma di 100 campioni elementari + $\sqrt{\text{delle tonnellate}}$. Nel caso tuttavia in cui la partita sia inferiore a 1500 tonnellate e possa essere suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1 della parte B e a condizione che le sottopartite siano fisicamente separabili, va prelevato il numero di campioni elementari indicato nella parte B.

L.3. Grandi partite trasportate per nave**L.3.1. Campionamento dinamico di grandi partite trasportate per nave**

È preferibile eseguire il campionamento di grandi partite su navi quando il prodotto è in movimento (campionamento dinamico).

Il campionamento va eseguito stiva per stiva (intendendo come stiva uno spazio separabile fisicamente). Le stive vengono comunque parzialmente svuotate l'una dopo l'altra cosicché l'iniziale separazione fisica non sussiste più dopo il trasferimento nelle strutture di stoccaggio. Il campionamento può pertanto essere eseguito in base alla separazione fisica iniziale o alla separazione dopo il trasferimento nelle strutture di stoccaggio.

▼ **M2**

Le operazioni di scarico di una nave possono durare diversi giorni. Di norma, il campionamento deve essere eseguito ad intervalli regolari durante l'intera fase di scarico. La presenza di un ispettore ufficiale addetto al campionamento durante l'intera operazione di scarico non è tuttavia sempre possibile o giustificata. È pertanto consentito eseguire il campionamento di parte della partita (porzione campionata). Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

La presenza di un ispettore è necessaria anche quando il campione ufficiale è prelevato automaticamente. Qualora il campionamento sia eseguito in modo automatico con parametri prefissati non modificabili nel corso dello stesso e i campioni elementari siano posti in un recipiente sigillato, così da prevenire possibili frodi, la presenza di un ispettore è tuttavia prescritta solo all'inizio del campionamento, ogni qualvolta sia necessario sostituire il recipiente dei campioni e alla fine del campionamento.

L.3.2. *Campionamento statico di partite trasportate per nave*

Se il campionamento è eseguito in modo statico si applica la stessa procedura prevista per le strutture di stoccaggio (sili) accessibili dall'alto (cfr. punto L.5.1).

Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile (dall'alto) della partita/stiva. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

L.4. **Campionamento di grandi partite immagazzinate in depositi**

Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile della partita. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

L.5. **Campionamento di strutture di stoccaggio (sili)**

L.5.1. *Campionamento di sili (facilmente) accessibili dall'alto*

Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile della partita. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

L.5.2. *Campionamento di sili non accessibili dall'alto (sili chiusi)*

L.5.2.1. **Sili non accessibili dall'alto (sili chiusi) di dimensioni > 100 tonnellate ciascuno**

Non è possibile eseguire un campionamento statico di prodotti alimentari immagazzinati in tali sili. Qualora si debba eseguire il campionamento di prodotti alimentari situati all'interno del silo e non vi sia possibilità di spostare la partita, occorre pertanto accordarsi con l'operatore affinché questi informi l'ispettore su quando sarà svuotato il silo, del tutto o in parte, di modo che il campionamento possa essere eseguito quando i prodotti alimentari sono in movimento.

L.5.2.2. **Sili non accessibili dall'alto (sili chiusi) di dimensioni > 100 tonnellate ciascuno**

Contrariamente a quanto disposto al punto L.1 (porzione campionata pari almeno al 10 %), la procedura di campionamento implica l'immissione in un recipiente contenente dai 50 ai 100 kg da cui si preleva il campione. Le dimensioni del campione globale corrispondono all'intera partita, mentre il numero di campioni elementari corrisponde alla quantità di prodotti alimentari prelevata dal silo e immessa nel recipiente per il campionamento.

L.6. **Campionamento di prodotti alimentari sfusi in grandi contenitori chiusi**

Spesso tali partite possono essere campionate solo a scarico avvenuto. In alcuni casi non è possibile scaricare presso il punto di importazione o di controllo, pertanto il campionamento va eseguito al momento dello scarico dei contenitori. L'operatore deve informare l'ispettore circa il luogo e l'ora di scarico dei contenitori.

▼ **M2****M. METODO DI CAMPIONAMENTO PER INTEGRATORI ALIMENTARI A BASE DI RISO FERMENTATO CON IL LIEVITO ROSSO *MONASCUS PURPUREUS***

Questo metodo di campionamento è applicabile ai fini del controllo ufficiale del tenore massimo di citrinina stabilito per gli integratori alimentari a base di riso fermentato con il lievito rosso *Monascus purpureus*.

Procedura di campionamento e dimensione dei campioni

La procedura di campionamento tiene conto del presupposto che gli integratori alimentari a base di riso rosso fermentato con il lievito rosso *Monascus purpureus* siano commercializzati in confezioni al dettaglio contenenti di solito dalle 30 alle 120 capsule.

Dimensioni della partita (numero di confezioni al dettaglio)	Numero di confezioni al dettaglio da campionare	Dimensione del campione
1-50	1	Tutte le capsule
51-250	2	Tutte le capsule
251-1 000	4	Metà delle capsule di ogni confezione al dettaglio selezionata per il campionamento
> 1 000	4 + 1 confezioni per ogni 1000 confezioni al dettaglio, fino ad un massimo di 25 confezioni al dettaglio	≤ 10 confezioni al dettaglio: metà delle capsule di ogni confezione al dettaglio > 10 confezioni al dettaglio: un numero uguale di capsule per ogni confezione fino a costituire un campione equivalente al contenuto di 5 confezioni al dettaglio.

*ALLEGATO II***CRITERI DA APPLICARE ALLA PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E AI METODI DI ANALISI PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEI TENORI DI MICOTOSSINE NEI PRODOTTI ALIMENTARI****1. INTRODUZIONE****1.1. Precauzioni**

Poiché in genere la distribuzione delle micotossine non è omogenea, i campioni devono essere preparati (e soprattutto omogeneizzati) con la massima cura.

Qualora l'omogeneizzazione sia effettuata dal laboratorio, quest'ultimo utilizza il campione completo ricevuto dopo averlo omogeneizzato.

Per l'analisi delle aflatossine è opportuno evitare il più possibile la luce del giorno durante l'operazione, dato che l'aflatossina si decompone gradualmente sotto l'influenza della luce ultravioletta.

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

I limiti fissati per le aflatossine dal regolamento (CE) n. 466/2001 si applicano alla parte commestibile. Il tenore di aflatossine nella parte commestibile può essere determinato come segue:

- i campioni di frutti a guscio interi possono essere sgusciati e il tenore di aflatossine viene determinato nella parte commestibile,
- il metodo di preparazione del campione può applicarsi alla totalità del frutto a guscio. Il metodo di campionamento e di analisi calcola il peso della parte commestibile nel campione globale. Quest'ultimo viene valutato mediante un fattore che tiene conto della proporzione tra guscio e parte commestibile nel frutto intero. Questa proporzione viene utilizzata per determinare la quantità di parte commestibile nel campione globale utilizzato per la preparazione e il metodo di analisi del campione.

A tale scopo circa 100 frutti a guscio interi vengono prelevati a caso dalla partita o da ciascun campione globale. Per ogni campione di laboratorio la proporzione può essere ottenuta pesando i frutti interi, togliendo il guscio e pesando le porzioni di guscio e di parte commestibile.

Il laboratorio può tuttavia determinare la proporzione di guscio rispetto alla parte commestibile a partire da un determinato numero di campioni e utilizzarla nelle successive analisi. Ma se un campione di laboratorio risulta non conforme ai limiti stabiliti, tale proporzione deve essere determinata, per il campione in questione, utilizzando il centinaio di frutti a guscio tenuti da parte.

2. TRATTAMENTO DEL CAMPIONE RICEVUTO IN LABORATORIO

Ciascun campione di laboratorio viene macinato finemente e accuratamente mescolato, utilizzando un metodo che garantisca un'omogeneizzazione completa.

Se il tenore massimo si riferisce alla materia secca, il contenuto di materia secca del prodotto è determinato su una parte del campione omogeneizzato, utilizzando un metodo che si sia dimostrato in grado di determinare con precisione il contenuto di materia secca.

3. CAMPIONI REPLICATI

I campioni replicati in esecuzione di provvedimenti amministrativi o giudiziari, a fini commerciali o per procedure arbitrali sono prelevati dal prodotto omogeneizzato, a condizione che tale procedura sia conforme alla legislazione vigente nello Stato membro in materia di diritti degli operatori del settore alimentare.

▼ B

4. METODO D'ANALISI CHE I LABORATORI DEVONO UTILIZZARE E NORME RELATIVE AI CONTROLLI DI LABORATORIO

4.1. **Definizioni**

Alcune delle definizioni più comuni che i laboratori devono applicare sono riportate qui di seguito.

r = ripetibilità, valore al di sotto del quale ci si aspetta che la differenza assoluta tra i risultati di due prove singole ottenuti in condizioni di ripetibilità (stesso campione, stesso operatore, stessa apparecchiatura, stesso laboratorio e breve intervallo di tempo) rientri nell'ambito di una probabilità specifica (normalmente del 95 %), per cui $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = deviazione standard, calcolata a partire dai risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità.

RSD_r = deviazione standard relativa, calcolata a partire dai risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$.

R = riproducibilità, valore al di sotto del quale ci si aspetta che la differenza assoluta tra i risultati di prove singole ottenuti in condizioni di riproducibilità (ossia su materiale identico ottenuto dagli operatori in diversi laboratori che usano il metodo di prova normalizzato) rientri nell'ambito di una certa probabilità (normalmente del 95 %), per cui $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = deviazione standard, calcolata a partire da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.

RSD_R = deviazione standard relativa, calcolata a partire dai risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

▼ M24.2. **Prescrizioni generali**

I metodi di conferma utilizzati per il controllo alimentare sono conformi alle disposizioni dell'allegato III, punti 1 e 2 del regolamento (CE) n. 882/2004.

4.3. **Prescrizioni specifiche**4.3.1. *Prescrizioni specifiche per i metodi di conferma*4.3.1.1. **Criteri di rendimento**

Si raccomanda di utilizzare metodi di conferma pienamente validati (vale a dire metodi validati mediante studi collaborativi relativi a matrici pertinenti), se del caso e ove disponibili. È altresì possibile utilizzare altri idonei metodi di conferma validati (ad esempio metodi validati a livello interno relativi a matrici pertinenti che appartengono al gruppo di prodotti interessati) a condizione che essi soddisfino i criteri di rendimento di cui alle tabelle seguenti.

La validazione dei metodi validati a livello interno deve includere, ove possibile, materiale di riferimento certificato.

▼ M2

a) Criteri di rendimento per le aflatoxine

Criterio	Intervallo di concentrazione	Valore raccomandato	Valore massimo consentito
Bianchi	Tutti	Trascurabile	-
Recupero — Aflatossina M1	0,01-0,05 µg/kg	60-120 %	
	> 0,05 µg/kg	70-110 %	
Recupero — Aflatossine B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂	< 1,0 µg/kg	50-120 %	
	1-10 µg/kg	70-110 %	
	> 10 µg/kg	80-110 %	
Riproducibilità RSD _R	Tutti	Derivato dall'equazione di Horwitz (*), (**)	2 volte il valore derivato dall'equazione di Horwitz (*), (**)

La ripetibilità RSD_R può essere calcolata moltiplicando per 0,66 la riproducibilità RSD_R alla concentrazione di interesse.

Nota:

- Valori da applicare tanto a B₁ quanto alla somma di B₁ + B₂ + G₁ + G₂.
- Se è necessario comunicare le somme delle aflatoxine singole B₁ + B₂ + G₁ + G₂, la risposta di ciascuna di esse al metodo d'analisi deve essere nota o equivalente.

b) Criteri di rendimento per l'ocratossina A

Tenore µg/kg	Ocratossina A		
	% RSD _r	% RSD _R	% Recupero
< 1	≤ 40	≤ 60	50-120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	70-120

c) Criteri di rendimento per la patulina

Tenore µg/kg	Patulina		
	% RSD _r	% RSD _R	% Recupero
< 20	≤ 30	≤ 40	50-120
20-50	≤ 20	≤ 30	70-105
> 50	≤ 15	≤ 25	75-105

d) Criteri di rendimento per il desossinivalenolo

Tenore µg/kg	Desossinivalenolo		
	% RSD _r	% RSD _R	% Recupero
> 100 ≤ 500	≤ 20	≤ 40	60-110
> 500	≤ 20	≤ 40	70-120

▼ M2

e) Criteri di rendimento per lo zearalenone

Tenore µg/kg	Zearalenone		
	% RSD _r	% RSD _R	% Recupero
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60-120
> 50	≤ 25	≤ 40	70-120

f) Criteri di rendimento per le fumonisine singole B₁ e B₂

Tenore µg/kg	Fumonisine singole B ₁ e B ₂		
	% RSD _r	% RSD _R	% Recupero
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60-120
> 500	≤ 20	≤ 30	70-110

g) Criteri di rendimento per le tossine singole T-2 e HT-2

Tenore µg/kg	Tossine singole T-2 e HT-2		
	% RSD _r	% RSD _R	% Recupero
15-250	≤ 30	≤ 50	60-130
> 250	≤ 25	≤ 40	60-130

h) Criteri di rendimento per la citrinina

Tenore µg/kg	Citrinina			
	% RSD _r	% RSD _R raccom- mandata	% RSD _R massima consentita	% Recupero
Tutti	0,66 × RSD _R	Derivato dal- l'equazione di Horwitz (*), (**)	2 volte il valore derivato dal- l'equazione di Horwitz (*), (**)	70-120

i) Note relative ai criteri di rendimento per le micotossine:

— I limiti di rilevazione dei metodi impiegati non sono indicati poiché i valori di precisione sono forniti alle concentrazioni di interesse.

— I valori di precisione sono calcolati mediante l'equazione di Horwitz, in particolare l'equazione di Horwitz originale (per le concentrazioni $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) (*) e l'equazione di Horwitz modificata (per le concentrazioni $C < 1,2 \times 10^{-7}$) (**), vale a dire:

(*) equazione di Horwitz per le concentrazioni $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

(rif. *W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J. Assoc. Off. Anal. Chem., 1980, 63, 1344*);

(**) equazione di Horwitz (*) modificata per le concentrazioni $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

(rif. *M. Thompson, Analyst, 2000, 125, pagg. 385-386*),

dove:

— RSD_R è la deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità [(sR)/ × 100];

— C è il tasso di concentrazione (vale a dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Si tratta di un'equazione generale relativa alla precisione che per la maggior parte dei metodi di analisi consueti risulta dipendere unicamente dalla concentrazione a prescindere dall'analita e dalla matrice.

▼ **M2**

4.3.1.2. Criterio della «idoneità allo scopo»

Per quanto concerne i metodi validati a livello interno è possibile utilizzare, in alternativa, un criterio di «idoneità allo scopo»⁽¹⁾ per valutare la loro idoneità all'impiego nei controlli ufficiali. I metodi idonei all'impiego nei controlli ufficiali devono fornire risultati con un'incertezza di misura standard (*u*) inferiore alla massima incertezza di misura standard calcolata mediante la seguente formula:

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

dove:

- *Uf* è la massima incertezza di misura standard ($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- LOD è il limite di rilevazione del metodo ($\mu\text{g}/\text{kg}$);
- α è una costante, un fattore numerico da utilizzare in funzione del valore di *C*. I valori da utilizzare sono riportati nella tabella che segue;
- *C* è la concentrazione di interesse ($\mu\text{g}/\text{kg}$).

Se un metodo di analisi fornisce risultati d'incertezza di misura inferiori alla massima incertezza standard, esso è da ritenersi tanto valido quanto un altro metodo che soddisfi i criteri di rendimento di cui al punto 4.3.1.1.

Tabella

Valori numerici corrispondenti alla costante α nella formula di cui sopra, in funzione della concentrazione di interesse

<i>C</i> ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1001-10 000	0,12
$> 10\ 000$	0,1

4.3.2. *Prescrizioni specifiche per i metodi di screening semiquantitativi*4.3.2.1. *Ambito di applicazione*

L'ambito di applicazione riguarda i metodi bioanalitici basati sul riconoscimento immunologico o sul legame ai recettori (quali ELISA, sistemi dip-stick, dispositivi a flusso laterale, immunosensori) e i metodi fisico-chimici basati sulla cromatografia o sulla rilevazione diretta mediante spettrometria di massa (ad esempio la spettrometria di massa a pressione atmosferica). Non si esclude l'impiego di altri metodi (ad esempio la cromatografia su strato sottile) a condizione che i segnali generati siano direttamente connessi alle micotossine di interesse e permettano l'applicazione del principio di seguito descritto.

Le prescrizioni specifiche si applicano ai metodi aventi come risultato della misurazione un valore numerico come ad esempio una risposta (relativa) da un lettore dip-stick, un segnale proveniente dal sistema LC-MS ecc., a cui si applicano le statistiche normali.

Le prescrizioni non si applicano ai metodi che non forniscono valori numerici (come ad esempio l'assenza o presenza di un'unica linea), che richiedono strategie di validazione differenti. Prescrizioni specifiche per detti metodi sono indicate al punto 4.3.3.

⁽¹⁾ Rif: *M. Thompson e R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, pagg. 471-478.*

▼ M2

Il presente documento descrive le procedure per la validazione dei metodi di screening mediante una validazione interlaboratorio, la verifica del rendimento di un metodo validato mediante una prova interlaboratorio e la validazione di un metodo di screening eseguita da un singolo laboratorio.

4.3.2.2. Terminologia

Concentrazione bersaglio per lo screening (Screening target concentration, STC): la concentrazione di interesse ai fini della rilevazione della micotossina in un campione. Se lo screening è finalizzato a testare la conformità ai limiti normativi, la STC corrisponde al tenore massimo applicabile. Per altre finalità o nel caso in cui non sia stato stabilito alcun tenore massimo, la STC è predefinita dal laboratorio.

Metodo di screening: il metodo impiegato per la selezione dei campioni aventi un tenore di micotossine superiore alla STC, con una determinata certezza. Ai fini dello screening di micotossine si considera idonea allo scopo una certezza pari al 95 %. L'analisi di screening può fornire un risultato «negativo» o «sospetto». I metodi di screening consentono di eseguire un'analisi high-throughput di campioni a costi commisurati all'efficacia, aumentando in tal modo la possibilità di rilevare nuovi casi caratterizzati da elevata esposizione e rischi per la salute dei consumatori. Questi metodi si basano su metodi bionalitici, LC-MS o HPLC. I risultati derivanti da campioni che superano il valore soglia vanno verificati mediante una nuova analisi completa del campione originale avvalendosi di un metodo di conferma.

Il «campione negativo» si verifica quando il tenore di micotossine nel campione è inferiore alla STC, con una certezza del 95 % (cioè vi è il 5 % di probabilità che i campioni siano classificati erroneamente come negativi).

Il «campione falso negativo» si verifica quando il tenore di micotossine nel campione è superiore alla STC ma il campione è stato classificato come negativo.

Il «campione sospetto» (positivo) si verifica quando il campione supera il valore soglia (descritto sotto) e può contenere un tenore di micotossine superiore a quello della STC. In caso di risultato sospetto è avviata un'analisi di conferma per identificare in modo univoco e quantificare le micotossine.

Il «campione falso sospetto» si verifica quando un campione negativo è classificato come sospetto.

Per «metodi di conferma» s'intendono i metodi che forniscono informazioni complete o complementari atte ad identificare e quantificare in modo univoco le micotossine al tenore di interesse.

Valore soglia: la risposta, il segnale o la concentrazione risultante dal metodo di screening al di sopra di cui il campione è classificato come «sospetto». Il valore soglia è determinato in fase di validazione e tiene conto della variabilità della misurazione.

Campione di controllo (matrice bianca) negativo: un campione di cui è nota l'assenza⁽¹⁾ della micotossina oggetto dello screening, ad esempio perché precedentemente accertata tramite un metodo di conferma dotato di sufficiente sensibilità. Qualora non sia possibile ottenere bianchi campione, il materiale avente il tenore più basso ottenibile può essere eventualmente utilizzato purché il tenore mantenga valida la conclusione secondo cui il metodo di screening è idoneo allo scopo.

Campione di controllo positivo: un campione in cui la concentrazione di micotossine è pari alla STC, come ad esempio un materiale di riferimento certificato o un materiale dal contenuto noto (ad esempio, impiegato in prove valutative), oppure sufficientemente caratterizzato da un metodo di conferma. In assenza di uno dei suddetti campioni si ricorre all'impiego di una miscela di campioni che presentano diversi livelli di contaminazione o di un campione addizionato preparato in laboratorio e sufficientemente caratterizzato, a condizione che si possa dimostrare l'avvenuta verifica del livello di contaminazione.

⁽¹⁾ Sono considerati privi di analita i campioni nei quali la quantità è inferiore a 1/5 della STC. Laddove è possibile una quantificazione per mezzo di un metodo di conferma, si deve tener conto del tenore ai fini della valutazione di validazione.

▼ M2**4.3.2.3. Procedura di validazione**

La validazione è finalizzata a dimostrare l'idoneità allo scopo del metodo di screening. Ciò avviene mediante la determinazione del valore soglia, nonché del tasso di falsi negativi e falsi sospetti. Nei due parametri di cui sopra sono integrate caratteristiche di rendimento quali la sensibilità, la selettività e la precisione.

I metodi di screening possono essere validati mediante una validazione interlaboratorio o eseguita da un singolo laboratorio. Se si dispone già di dati di validazione interlaboratorio per una certa combinazione di micotossina/matrice/STC, è sufficiente la verifica del rendimento del metodo da parte di un laboratorio che lo applica.

4.3.2.3.1. Validazione iniziale eseguita da un singolo laboratorio

Micotossine:

La validazione è eseguita per ogni singola micotossina rientrante nell'ambito di applicazione. Nel caso di metodi bioanalitici che forniscono una risposta combinata per un certo gruppo di micotossine (ad esempio le aflatossine B₁, B₂, G₁ e G₂ o le fumonisine B₁ e B₂), si deve dimostrare l'applicabilità nonché indicare i limiti del test nell'ambito di applicazione del metodo. La cross-reattività indesiderata (ad esempio con il DON-3-glucoside o il 3-acetil-DON oppure il 15-acetil-DON per i metodi immunologici per il DON) non è ritenuta responsabile dell'aumento del tasso di falsi negativi per quanto riguarda le micotossine bersaglio ma può far aumentare il tasso di falsi sospetti. Tale aumento indesiderato sarà ridotto mediante un'analisi di conferma per identificare in modo univoco e quantificare le micotossine.

Matrici:

Occorre eseguire una validazione iniziale per ciascun prodotto o per ciascun gruppo di prodotti qualora il metodo sia notoriamente applicabile a più prodotti. In quest'ultimo caso si procede alla selezione all'interno del gruppo di un prodotto rappresentativo e pertinente (cfr. tabella A).

Insieme di campioni:

Il numero minimo di campioni differenti necessari per la validazione è costituito da 20 campioni di controllo negativi omogenei e da 20 campioni di controllo positivi omogenei contenenti micotossine alla STC e analizzati in condizioni di precisione intermedia (RSD_{Ri}) in 5 giorni diversi. Al fine di determinare in quale misura il metodo è in grado di distinguere le diverse concentrazioni di micotossine è facoltativamente possibile aggiungere ulteriori insiemi di 20 campioni contenenti tenori diversi di micotossine.

Concentrazione

Si deve eseguire una validazione per ogni STC destinata all'impiego nell'applicazione ordinaria.

4.3.2.3.2. Validazione iniziale mediante studi collaborativi

La validazione mediante studi collaborativi va eseguita in conformità ad un protocollo riconosciuto a livello internazionale per quanto riguarda gli studi collaborativi [ad esempio l'ISO 5725 1994 o il protocollo armonizzato internazionale dell'Unione internazionale di chimica pura e applicata (IUPAC)] che prescrive l'inserimento di dati validi provenienti da almeno otto laboratori distinti. A parte ciò, l'unica differenza rispetto alle validazioni eseguite da un singolo laboratorio consiste nella possibilità di suddividere 20 o più campioni per prodotti/tenore in modo equo tra i laboratori partecipanti, a ciascuno dei quali è assegnato un minimo di due campioni.

▼ M2

4.3.2.4. Determinazione del valore soglia e del tasso di risultati falsi sospetti in campioni bianchi

Le risposte (relative) concernenti i campioni di controllo negativi e positivi sono impiegate come base per il calcolo dei parametri richiesti.

Metodi di screening la cui risposta è proporzionale alla concentrazione di micotossine

Per i metodi di screening con risposta proporzionale alla concentrazione di micotossine si applica la seguente formula:

$$\text{Soglia} = R_{STC} - \text{valore } t_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = risposta media dei campioni di controllo positivi (alla STC)

valore-t: valore t a una coda per un tasso di risultati falsi negativi del 5 % (cfr. tabella B)

SD_{STC} = deviazione standard

Metodi di screening la cui risposta è inversamente proporzionale alla concentrazione di micotossine

Analogamente, per quanto concerne i metodi di screening la cui risposta è inversamente proporzionale alla concentrazione di micotossine, la soglia è calcolata con la seguente formula:

$$\text{Soglia} = R_{STC} + \text{valore } t_{0,05} * SD_{STC}$$

L'utilizzo di questo specifico valore t per il calcolo del valore soglia fa sì che il tasso di risultati falsi negativi sia automaticamente fissato al 5 %.

Valutazione dell'idoneità allo scopo

I risultati ottenuti dai campioni di controllo negativi sono impiegati nella stima del corrispondente tasso di risultati falsi sospetti. Il valore t è calcolato in base alla situazione in cui un campione di controllo negativo risulti al di sopra della soglia e pertanto venga erroneamente classificato come sospetto.

valore t = $(\text{soglia} - \text{media}_{\text{bianco}}) / SD_{\text{bianco}}$ per i metodi di screening con una risposta proporzionale alla concentrazione di micotossine,

oppure:

valore t = $(\text{media}_{\text{bianco}} - \text{soglia}) / SD_{\text{bianco}}$ per i metodi di screening con risposta inversamente proporzionale alla concentrazione di micotossine.

Dato il valore t ottenuto, basato sui gradi di libertà calcolati in base al numero di esperimenti, è possibile procedere al calcolo della probabilità di campioni falsi sospetti per una distribuzione a una coda (ad esempio mediante la funzione «TDIST» nel foglio di calcolo) o alla sua estrazione da una tabella di distribuzione di t.

Il corrispondente valore di distribuzione di t a una coda indica il tasso di risultati falsi sospetti.

Questo concetto è descritto dettagliatamente in un esempio contenuto in *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.3.2.5. Estensione dell'ambito di applicazione del metodo

4.3.2.5.1. Estensione dell'ambito di applicazione ad altre micotossine

Quando nuove micotossine sono inserite nel campo di applicazione di un metodo di screening esistente, occorre eseguire una validazione completa finalizzata a dimostrare l'idoneità del metodo.

▼ M2

4.3.2.5.2. Estensione ad altri prodotti

Se il metodo di screening è notoriamente o presumibilmente applicabile ad altri prodotti, la validità per detti prodotti è soggetta a verifica. Se il nuovo prodotto appartiene ad un gruppo di prodotti (cfr. tabella A) per i quali è già stata eseguita una validazione iniziale, è sufficiente eseguire un'ulteriore validazione limitata, nella quale vengono analizzati in condizioni di precisione intermedia un minimo di 10 campioni di controllo negativi omogenei e di 10 campioni di controllo positivi omogenei (alla STC). Tutti i campioni di controllo positivi devono essere superiori al valore soglia. Qualora questo criterio non sia soddisfatto è necessaria una validazione completa.

4.3.2.6. Verifica dei metodi già validati mediante studi collaborativi

Nel caso di metodi di screening già validati con successo mediante una prova collaborativa interlaboratorio, si esegue la verifica del rendimento del metodo, nella quale vengono analizzati almeno 6 campioni di controllo negativi e 6 campioni di controllo positivi (alla STC). Tutti i campioni di controllo positivi devono essere superiori al valore soglia. Qualora questo criterio non sia soddisfatto, il laboratorio deve eseguire un'analisi delle cause d'origine al fine di individuare i motivi della non conformità alle specifiche, a differenza di quanto rilevato nell'ambito dello studio collaborativo. Solo dopo aver adottato azioni correttive, il laboratorio può eseguire una nuova verifica in ambito interno del rendimento del metodo. Qualora il laboratorio non sia in grado di verificare i risultati della prova interlaboratorio, esso dovrà stabilire una propria soglia mediante una validazione completa eseguita da un singolo laboratorio.

4.3.2.7. Metodo di verifica continua/metodo di validazione in corso

Dopo la validazione iniziale si procede all'acquisizione di ulteriori dati di validazione includendo almeno due campioni di controllo positivi in ciascuna partita di campioni esaminati. Un campione di controllo positivo è un campione noto (ad esempio un campione utilizzato nella validazione iniziale) mentre l'altro è un prodotto diverso appartenente allo stesso gruppo di prodotti (in caso di analisi di un solo prodotto è invece utilizzato un campione diverso dello stesso prodotto). L'impiego di un campione di controllo negativo è facoltativo. I risultati ottenuti dall'analisi dei due campioni di controllo positivi sono aggiunti all'insieme di validazione esistente.

Almeno una volta all'anno viene eseguita la ridefinizione del valore soglia e una nuova valutazione del metodo. Il metodo di verifica continua ha diverse finalità:

- controllare la qualità del gruppo di campioni esaminati;
- fornire informazioni sulla robustezza del metodo alle condizioni presenti nel laboratorio dove questo è applicato;
- giustificare l'applicabilità del metodo a diversi prodotti;
- consentire l'adeguamento dei valori di soglia in caso di deviazioni graduali nel corso del tempo.

4.3.2.8. Rapporto di validazione

Il rapporto di validazione contiene:

- una dichiarazione relativa alla STC;
- una dichiarazione relativa al valore soglia ottenuto;

▼ **M2**

Nota: Il valore soglia deve possedere un numero di cifre significative pari a quello della STC. I valori numerici impiegati nel calcolo del valore soglia devono possedere almeno una cifra significativa in più rispetto alla STC.

— una dichiarazione sul tasso di falsi sospetti calcolato;

— una dichiarazione sulle modalità di determinazione del tasso di falsi sospetti.

Nota: La dichiarazione sul tasso di falsi sospetti calcolato indica se il metodo è idoneo allo scopo poiché specifica il numero di campioni bianchi (o a basso livello di contaminazione) che saranno sottoposti a verifica.

Tabella A

Gruppi di prodotti da impiegare per la validazione dei metodi di screening

Gruppi di prodotti	Categorie di prodotti	Prodotti tipicamente rappresentativi inclusi nella categoria
Ad elevato contenuto d'acqua	Succhi di frutta	Succo di mela, succo d'uva
	Bevande alcoliche	Vino, birra, sidro
	Radici e tuberi	Zenzero fresco
	Purea a base di frutta o cereali	Purè destinati a lattanti e prima infanzia
Ad elevato contenuto di olii	Frutta a guscio	Noci, nocciole, castagne
	Semi oleosi e prodotti derivati	Colza, girasole, semi di cotone, semi di soia, arachidi, sesamo ecc.
	Frutti oleosi e prodotti derivati	Oli e paste (per esempio burro di arachidi, tahina)
Ad elevato contenuto di amido e/o proteine e a scarso contenuto di acqua e lipidi	Chicchi di cereale e prodotti derivati	Frumento, segale, orzo, granoturco, riso, avena. Pane integrale, pane bianco, crackers, cereali per la colazione, pasta
	Prodotti dietetici	Polveri essiccate per la preparazione degli alimenti per lattanti e prima infanzia
Ad elevato contenuto acido e idrico (*)	Agrumi	
«Prodotti difficili o unici» (**)		Semi di cacao e prodotti derivati, copra e prodotti derivati, caffè, tè, Spezie, liquirizia
Ad elevato contenuto di zuccheri e a scarso contenuto d'acqua	Frutta essicata	Fichi, uva passa, uva di Corinto, uva sultanina
Latte e prodotti lattiero-caseari	Latte	Latte di vacca, capra e bufala
	Formaggio	Formaggio bovino e caprino
	Latticini (ad esempio, latte in polvere)	Yogurt, panna

(*) In caso di impiego di un tampone per la stabilizzazione delle variazioni del pH in fase di estrazione, questo gruppo di prodotti può essere assimilato in un unico gruppo di prodotti denominato «Ad elevato contenuto d'acqua».

(**) I «prodotti difficili o unici» vanno unicamente sottoposti a validazione completa nel caso in cui siano frequentemente analizzati. Se sono unicamente analizzati occasionalmente, la validazione può essere limitata al solo controllo dei valori di notifica mediante l'impiego di estratti di bianchi addizionati.

▼ **M2**

Tabella B

Valore t a una coda per un tasso di falsi negativi del 5 %

Gradi di libertà	Numero delle repliche	Valore t (5 %)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782
13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

4.3.3. *Prescrizioni relative ai metodi di screening qualitativi (metodi che non forniscono valori numerici)*

L'elaborazione di orientamenti per la validazione di metodi di test binari è attualmente all'esame di vari organismi di normalizzazione (ad esempio, AOAC e ISO). L'AOAC ha di recente redatto un documento di orientamento in materia. Tale documento può essere considerato come l'attuale «stato dell'arte» in questo campo. I metodi che forniscono risultati binari (ad esempio l'esame visivo dei test dip-stick) devono essere validati conformemente a detto orientamento.

http://www.aoac.org/imis15_prod/AOAC_Docs/ISPAM/Qual_Chem_Guideline_Final_Approved_031412.pdf

4.4. **Stima dell'incertezza di misura, calcolo del tasso di recupero e comunicazione dei risultati ⁽¹⁾**

⁽¹⁾ Per maggiori dettagli sulle procedure relative alla stima dell'incertezza di misura e alla valutazione del tasso di recupero si rinvia alla relazione «Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation» — http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf.

▼ M24.4.1. *Metodi di conferma*

Il risultato analitico deve essere indicato come segue:

- a) con correzione per il recupero, il cui livello va indicato. La correzione per il recupero non è necessaria se il tasso di recupero è compreso tra il 90 e il 110 %;
- b) nella forma «x +/- U», dove x è il risultato analitico e U è l'incertezza di misura estesa, calcolata per mezzo di un fattore di copertura 2 il cui livello di confidenza è pari al 95 % circa.

Per gli alimenti di origine animale è possibile tenere conto dell'incertezza di misura anche stabilendo il limite di decisione (CC α) conformemente della decisione 2002/657/CE della Commissione ⁽¹⁾ (punto 3.1.2.5 dell'allegato I — il caso di sostanze per le quali è stabilito un limite consentito).

Qualora il risultato fornito dall'analisi sia molto inferiore (> 50 %) al tenore massimo o molto superiore al tenore massimo (ossia 5 volte superiore il tenore massimo) e a condizione che si rispettino le opportune procedure in materia di qualità e che l'analisi serva unicamente a verificare la conformità alle norme giuridiche pertinenti, il risultato analitico può tuttavia essere riportato senza correzioni per il recupero e, in questi casi, è possibile omettere il tasso di recupero e l'incertezza di misura.

Le presenti norme di interpretazione del risultato analitico ai fini dell'accettazione o del rifiuto della partita si applicano al risultato analitico ottenuto dal campione destinato al controllo ufficiale. Nel caso di analisi a fini di ricorso o arbitraggio si applica la normativa nazionale.

4.4.2. *Metodi di screening*

Il risultato dello screening va espresso come conforme o sospetto non conforme.

«Sospetto non conforme»: il campione supera il valore di soglia e può contenere una micotossina a un tenore più alto rispetto alla STC. In caso di risultato sospetto è avviata un'analisi di conferma per identificare in modo univoco e quantificare le micotossine.

«Conforme»: il contenuto di micotossine nel campione è inferiore alla STC a un grado di certezza del 95 % (cioè, vi è il 5 % di probabilità che i campioni siano erroneamente classificati come negativi). Il risultato analitico è espresso come «inferiore al valore della STC» con riferimento al valore di STC specificato.

▼ B4.5. **Norme di qualità applicabili ai laboratori**

I laboratori devono rispettare le disposizioni dell'articolo 12 del regolamento (CE) n. 882/2004 relativo ai controlli ufficiali intesi a verificare la conformità alla normativa in materia di mangimi e di alimenti e alle norme sulla salute e sul benessere degli animali ⁽²⁾.

⁽¹⁾ Decisione 2002/657/CE della Commissione, del 14 agosto 2002, che attua la direttiva 96/23/CE del Consiglio relativa al rendimento dei metodi analitici e all'interpretazione dei risultati (GU L 221 del 17.8.2002, pag. 8).

⁽²⁾ Cfr. anche le disposizioni transitorie di cui all'articolo 18 del regolamento (CE) n. 2076/2005 della Commissione, del 5 dicembre 2005, che fissa disposizioni transitorie per l'attuazione dei regolamenti del Parlamento europeo e del Consiglio (CE) n. 853/2004, (CE) n. 854/2004 e (CE) n. 882/2004 e che modifica i regolamenti (CE) n. 853/2004 e (CE) n. 854/2004 (GU L 338 del 22.12.2005, pag. 83).