

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

► **B**

► **M2** REGOLAMENTO (CE) N. 333/2007 DELLA COMMISSIONE

del 28 marzo 2007

relativo ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo dei tenori di oligoelementi e di contaminanti da processo nei prodotti alimentari ◀

(Testo rilevante ai fini del SEE)

(GU L 88 del 29.3.2007, pag. 29)

Modificato da:

Gazzetta ufficiale

		n.	pag.	data
► <b><u>M1</u></b>	Regolamento (UE) n. 836/2011 della Commissione del 19 agosto 2011	L 215	9	20.8.2011
► <b><u>M2</u></b>	Regolamento (UE) 2016/582 della Commissione del 15 aprile 2016	L 101	3	16.4.2016

Rettificato da:

► **C1** Rettifica, GU L 313 del 13.11.2012, pag. 20 (836/2011)

▼ B▼ M2**REGOLAMENTO (CE) N. 333/2007 DELLA COMMISSIONE****del 28 marzo 2007****relativo ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo dei tenori di oligoelementi e di contaminanti da processo nei prodotti alimentari**▼ B**(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 <sup>(1)</sup>, in particolare l'articolo 11, paragrafo 4,

considerando quanto segue:

- (1) Ai fini della tutela della salute pubblica il regolamento (CEE) n. 315/93 del Consiglio, dell'8 febbraio 1993, che stabilisce procedure comunitarie relative ai contaminanti nei prodotti alimentari <sup>(2)</sup>, prevede la fissazione dei tenori massimi di alcuni contaminanti nei prodotti alimentari.
- (2) Il regolamento (CE) n. 1881/2006 della Commissione, del 19 dicembre 2006, che definisce i tenori massimi di alcuni contaminanti nei prodotti alimentari <sup>(3)</sup>, stabilisce i tenori massimi di piombo, cadmio, mercurio, stagno inorganico, 3-MCPD e benzo(a)pirene nei prodotti alimentari.
- (3) Il regolamento (CE) n. 882/2004 stabilisce principi generali in materia di controllo ufficiale dei prodotti alimentari. In alcuni casi sono, tuttavia, necessarie disposizioni più specifiche al fine di garantire l'esecuzione armonizzata di tali controlli nella Comunità.
- (4) I metodi di campionamento e di analisi da utilizzare per il controllo ufficiale dei tenori di piombo, cadmio, mercurio, 3-MCPD, stagno inorganico e benzo(a)pirene in alcuni prodotti alimentari sono stabiliti rispettivamente dalla direttiva 2001/22/CE della Commissione, dell'8 marzo 2001, relativa ai metodi per il prelievo di campioni e ai metodi d'analisi per il controllo ufficiale dei tenori massimi di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD nei prodotti alimentari <sup>(4)</sup>, dalla direttiva 2004/16/CE della Commissione, del 12 febbraio 2004, che fissa le modalità di prelievo dei

<sup>(1)</sup> GU L 165 del 30.4.2004, pag. 1; rettifica nella GU L 191 del 28.5.2004, pag. 1. Regolamento modificato dal regolamento (CE) n. 1791/2006 della Commissione (GU L 363 del 20.12.2006, pag. 1).

<sup>(2)</sup> GU L 37 del 13.2.1993, pag. 1. Regolamento modificato dal regolamento (CE) n. 1882/2003 del Parlamento europeo e del Consiglio (GU L 284 del 31.10.2003, pag. 1).

<sup>(3)</sup> GU L 364 del 20.12.2006, pag. 5.

<sup>(4)</sup> GU L 77 del 16.3.2001, pag. 14. Direttiva modificata da ultimo dalla direttiva 2005/4/CE (GU L 19 del 21.1.2005, pag. 50).

**▼B**

campioni e i metodi di analisi per il controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari in scatola <sup>(1)</sup>, e dalla direttiva 2005/10/CE della Commissione, del 4 febbraio 2005, recante definizione dei metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale del tenore di benzo(a)pirene nelle derrate alimentari <sup>(2)</sup>.

- (5) Molte disposizioni relative al campionamento e all'analisi per il controllo ufficiale dei tenori di piombo, cadmio, mercurio, stagno inorganico, 3-MCPD e benzo(a)pirene nei prodotti alimentari sono tra loro simili. Di conseguenza, ai fini della chiarezza della legislazione è opportuno raccogliere tali norme in un unico atto normativo.
- (6) Le direttive 2001/22/CE, 2004/16/CE e 2005/10/CE devono pertanto essere abrogate e sostituite da un nuovo regolamento.
- (7) 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*

**▼M2**

1. Il campionamento e l'analisi per il controllo dei tenori di piombo, cadmio, mercurio, stagno inorganico, arsenico inorganico, 3-MCPD e idrocarburi policiclici aromatici («IPA») di cui alle parti 3, 4 e 6 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006 sono effettuati conformemente all'allegato del presente regolamento.

**▼B**

2. Il paragrafo 1 lascia impregiudicate le disposizioni del regolamento (CE) n. 882/2004.

*Articolo 2*

Le direttive 2001/22/CE, 2004/16/CE e 2005/10/CE sono abrogate.

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

*Articolo 3*

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° giugno 2007.

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

<sup>(1)</sup> GU L 42 del 13.2.2004, pag. 16.

<sup>(2)</sup> GU L 34 dell'8.2.2005, pag. 15.

**▼B***ALLEGATO*

## PARTE A

**DEFINIZIONI**

Ai fini del presente allegato si intende per:

- «partita»: un quantitativo identificabile di prodotto alimentare, oggetto di un'unica consegna e per il quale il funzionario accerta la presenza di caratteristiche comuni (quali l'origine, la varietà, il tipo di imballaggio, l'imballatore, lo speditore o la marcatura). Nel caso del pesce, devono essere comparabili anche le dimensioni;
- «sottopartita»: una porzione di una partita di grandi dimensioni designata per essere sottoposta a campionamento secondo le modalità stabilite. Ogni sottopartita deve essere fisicamente separata e identificabile;
- «campione elementare»: un quantitativo di materiale prelevato in un unico punto della partita o della sottopartita;
- «campione globale»: un campione ottenuto riunendo tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o dalla sottopartita. I campioni globali si considerano rappresentativi delle partite o sottopartite da cui sono prelevati;
- «campione di laboratorio»: un campione destinato al laboratorio.

## PARTE B

**METODI DI CAMPIONAMENTO**

## B.1. DISPOSIZIONI GENERALI

B.1.1. **Personale**

Il prelievo dei campioni deve essere effettuato da personale incaricato, designato dallo Stato membro.

B.1.2. **Materiale da sottoporre a campionamento**

Ciascuna partita o sottopartita da analizzare deve essere oggetto di campionamento separato.

B.1.3. **Precauzioni necessarie**

In fase di campionamento occorre adottare precauzioni per evitare qualsiasi alterazione che possa incidere sul tenore dei contaminanti, compromettere la determinazione analitica o la rappresentatività dei campioni globali.

B.1.4. **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 procedura va segnalata nel verbale di cui al punto B.1.8 del presente allegato.

B.1.5. **Preparazione del campione globale**

Il campione globale deve essere ottenuto mescolando i campioni elementari.

**▼ B****B.1.6. Campioni prelevati ai fini dell'applicazione della normativa, in caso di controversia e di procedure arbitrali**

I campioni prelevati ai fini dell'applicazione della normativa, in caso di controversia e di procedure arbitrali devono essere prelevati dal campione globale omogeneizzato, purché tale procedura sia conforme alla norme relative ai diritti degli operatori del settore alimentare vigenti negli Stati membri.

**B.1.7. Confezionamento e invio dei campioni**

Ciascun campione va collocato in un recipiente pulito, di materiale inerte, che lo protegga adeguatamente da qualsiasi contaminazione, dalla perdita di analiti per assorbimento nella parete interna del recipiente e dai danni che potrebbero essere causati dal trasporto. Occorre adottare tutte le precauzioni necessarie per evitare alterazioni della composizione del campione durante il trasporto o la conservazione.

**▼ M1**

Nel caso di campionamenti destinati ad analisi IPA vanno evitati, nella misura del possibile, i contenitori in plastica in quanto tali contenitori possono alterare il contenuto IPA del campione. Occorre utilizzare, per quanto possibile, contenitori inerti in vetro senza IPA, proteggendo adeguatamente il campione dalla luce. Qualora ciò sia praticamente impossibile, va evitato almeno il contatto diretto del campione con la plastica, ad esempio nel caso di campioni solidi mediante il confezionamento del campione in foglio d'alluminio prima di inserirlo nel contenitore.

**▼ B****B.1.8. Sigillatura ed etichettatura dei campioni**

Ogni campione destinato a un uso ufficiale deve essere sigillato sul luogo del prelievo e identificato conformemente alle norme vigenti nello Stato membro.

Per ciascun prelievo di campione deve essere redatto un verbale che consenta di identificare con certezza (è obbligatoria l'indicazione del numero della partita) la partita campionata e che indichi la data e il luogo del campionamento, nonché eventuali altre informazioni che possano essere utili all'analista.

**▼ M1****B.2. PIANI DI CAMPIONAMENTO****B.2.1. Divisione delle partite in sottopartite**

Le partite di grandi dimensioni vanno suddivise in sottopartite purché ciò sia materialmente possibile. La tabella 1 si applica ai prodotti commercializzati sfusi (ad esempio i cereali). Per gli altri prodotti si applica la tabella 2. 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 %.

**B.2.2. Numero di campioni elementari**

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 composto da una confezione o da un'unità.

Il numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita o sottopartita è indicato nella tabella 3.

Nel caso di prodotti liquidi sfusi, la partita o la sottopartita deve essere accuratamente mescolata — per quanto possibile e nella misura in cui ciò non alteri la qualità del prodotto — manualmente o con mezzi meccanici immediatamente prima del campionamento. In tal caso si presume che i contaminanti siano distribuiti omogeneamente all'interno della partita o della sottopartita. È quindi sufficiente prelevare tre campioni elementari dalla partita o dalla sottopartita per formare il campione globale.

▼ **M1**

I campioni elementari devono avere peso/volume analogo. Ciascun campione elementare deve pesare almeno 100 grammi o avere un volume di 100 millilitri 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 B.1.8 del presente allegato.

Tabella 1

**Suddivisione delle partite in sottopartite per i prodotti commercializzati sfusi**

Peso della partita (in tonnellate)	Peso o numero delle sottopartite
$\geq 1\ 500$	500 tonnellate
$> 300$ e $< 1\ 500$	3 sottopartite
$\geq 100$ e $\leq 300$	100 tonnellate
$< 100$	—

Tabella 2

**Suddivisione delle partite in sottopartite per gli altri prodotti**

Peso della partita (in tonnellate)	Peso o numero delle sottopartite
$\geq 15$	15-30 tonnellate
$< 15$	—

Tabella 3

**Numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita o da una sottopartita**

Peso o volume della partita/sottopartita (in kg o litri)	Numero minimo di campioni elementari da prelevare
$< 50$	3
$\geq 50$ e $\leq 500$	5
$> 500$	10

Per le partite o sottopartite costituite da confezioni o unità singole, il numero di confezioni o di unità che va prelevato per formare un campione globale è indicato nella tabella 4.

Tabella 4

**Numero di confezioni o unità (campioni elementari) da prelevare per formare il campione globale nel caso di partita o sottopartita costituita da confezioni o unità singole**

Numero di confezioni o unità della partita/sottopartita	Numero di confezioni o unità da prelevare
$\leq 25$	almeno 1 confezione o unità
26-100	circa il 5 %, almeno 2 confezioni o unità
$> 100$	circa il 5 %, al massimo 10 confezioni o unità

**▼ M1**

Per quanto concerne lo stagno inorganico, i tenori massimi si riferiscono al contenuto di ciascuna confezione, ma per motivi pratici è necessario adottare una forma di campionamento globale. Se il risultato del test sul campione globale delle confezioni dà un valore inferiore ma vicino al tenore massimo stabilito per lo stagno e se si ha il sospetto che singole confezioni superino tale valore, può essere necessario effettuare ulteriori indagini.

Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo qui descritte senza causare effetti commerciali inaccettabili (ad esempio per motivi di forma d'imballaggio o di danneggiamenti alla partita, ecc.) oppure è praticamente impossibile applicare le modalità di prelievo di cui sopra si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia sufficientemente rappresentativo della partita o sottopartita e che il metodo applicato sia debitamente documentato.

**B.2.3. Modalità specifiche di prelievo dei campioni di partite contenenti pesci grandi che arrivano in partite di grandi dimensioni**

Se la partita o sottopartita sottoposta a campionamento contiene pesci di grandi dimensioni (pesci individuali con peso superiore a circa 1 kg) e la partita o sottopartita pesa più di 500 kg, il campione elementare consiste della parte centrale del pesce. Il peso di un campione elementare deve essere di almeno 100 grammi.

**B.3. CAMPIONAMENTO 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 norme di campionamento di cui al punto B.2.2 del presente allegato.

Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo descritte al punto B.2.2 senza causare effetti commerciali inaccettabili (ad esempio per motivi di forma d'imballaggio o danneggiamenti alla partita, ecc.) oppure è praticamente impossibile applicare le modalità di prelievo di cui sopra si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia sufficientemente rappresentativo della partita o sottopartita e che il metodo applicato sia debitamente documentato.

**▼ B**

## PARTE C

**PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E ANALISI****C.1. NORME DI QUALITÀ APPLICABILI AI LABORATORI**

I laboratori devono essere conformi al disposto dell'articolo 12 del regolamento (CE) n. 882/2004 ► **M1** ◀.

I laboratori devono partecipare a programmi di verifica della competenza conformi all'International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories <sup>(1)</sup> elaborato sotto l'egida dell'IUPAC/ISO/AOAC.

I laboratori devono poter dimostrare l'applicazione di procedure di controllo interno della qualità. Esempi di tali procedure sono citati nel documento ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories <sup>(2)</sup>.

Se possibile, va effettuata una stima dell'accuratezza e precisione dell'analisi includendo nella stessa adeguati materiali di riferimento certificati.

<sup>(1)</sup> «The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories», M. Thompson, S.L.R. Ellison e R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 2006, 78, pagg. 145-96.

<sup>(2)</sup> A cura di M. Thompson e R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, pagg. 649-666.

**▼ B**

## C.2. PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

C.2.1. **Precauzioni e osservazioni generali**

È anzitutto necessario ottenere un campione di laboratorio rappresentativo e omogeneo senza introdurre contaminazioni secondarie.

Tutto il materiale oggetto di campionamento ricevuto dal laboratorio deve essere utilizzato per la preparazione del campione di laboratorio.

Il rispetto dei tenori massimi fissati dal regolamento (CE) n. 1881/2006 deve essere stabilito sulla base dei livelli determinati nei campioni di laboratorio.

C.2.2. **Procedure specifiche di preparazione dei campioni****▼ M2**

## C. 2.2.1. Procedure specifiche per il piombo, il cadmio, il mercurio, lo stagno inorganico e l'arsenico inorganico

L'analista deve garantire che i campioni non subiscano alcuna contaminazione durante la loro preparazione. Se possibile, le apparecchiature e le attrezzature che vengono a contatto con il campione non devono contenere i metalli da determinare e devono essere realizzate con materiali inerti, ad esempio materie plastiche come il polipropilene, il politetrafluoroetilene (PTFE) ecc. La pulizia dovrebbe essere effettuata con acidi per ridurre al minimo il rischio di contaminazione. Per le lame è consentito l'impiego di acciaio inossidabile di elevata qualità.

Esistono numerose procedure specifiche di preparazione dei campioni che risultano adeguate e sono utilizzabili per i prodotti considerati. Per gli aspetti non specificamente disciplinati dal presente regolamento risultano adeguate le disposizioni descritte nella norma CEN «Prodotti alimentari. Determinazione degli elementi e delle loro specie chimiche. Considerazioni generali e requisiti specifici»<sup>(1)</sup>, ma è possibile che altri metodi di preparazione dei campioni siano altrettanto validi.

Nel caso dello stagno inorganico occorre prestare la massima attenzione affinché tutto il materiale entri in soluzione, in quanto è noto che possono facilmente verificarsi perdite di sostanza, soprattutto a seguito dell'idrolisi con la formazione di idrossidi di stagno (IV) insolubili.

**▼ M1**

## C.2.2.2. Procedure specifiche per gli idrocarburi policiclici aromatici

L'analista deve garantire che i campioni non subiscano alcuna contaminazione durante la loro preparazione. Prima dell'uso i contenitori devono essere risciacquati con esano o acetone purissimo per ridurre al minimo i rischi di contaminazione. Se possibile, le apparecchiature e le attrezzature che vengono a contatto con il campione devono essere realizzate con materiali inerti, quali l'alluminio, il vetro o l'acciaio inossidabile lucidato. È opportuno evitare le materie plastiche quali il polipropilene o il PTFE, poiché gli analiti può essere assorbito da questi materiali.

**▼ M2**

Per l'analisi degli IPA nel cacao e nei prodotti derivati, la determinazione del contenuto di materia grassa è effettuata conformemente al metodo ufficiale AOAC 963.15 per la determinazione del contenuto di materia grassa dei semi di cacao e dei prodotti derivati. È possibile applicare procedure equivalenti per la determinazione della materia grassa se è dimostrabile che tali procedure forniscano lo stesso valore (equivalente) per il contenuto di materia grassa.

**▼ B**C.2.3. **Trattamento del campione pervenuto al laboratorio**

L'intero campione globale deve essere finemente tritato (se del caso) e accuratamente mescolato, utilizzando un metodo che si sia dimostrato idoneo ai fini di una completa omogeneizzazione.

<sup>(1)</sup> Norma EN 13804: 2013, «Prodotti alimentari. Determinazione degli elementi e delle loro specie chimiche. Considerazioni generali e requisiti specifici», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.



**▼ B****C.2.4. Campioni prelevati ai fini dell'applicazione della normativa, in caso di controversia e di procedure arbitrali**

I campioni prelevati ai fini dell'applicazione della normativa, in caso di controversia e di procedure arbitrali devono essere prelevati dal materiale omogeneizzato, purché tale procedura sia conforme alle norme sul campionamento relative ai diritti degli operatori del settore alimentare, vigenti negli Stati membri.

**C.3. METODI DI ANALISI****C.3.1. Definizioni**

Si applicano le seguenti definizioni.

«r» = ripetibilità: valore al di sotto del quale è lecito ipotizzare che la differenza assoluta fra i risultati dei singoli test, ottenuti in condizioni di ripetibilità (cioè stesso campione, stesso operatore, stessa apparecchiatura, stesso laboratorio e breve intervallo di tempo), rientri in una specifica probabilità (generalmente il 95 %). Pertanto  $r = 2,8 \times s_r$ .

«s<sub>r</sub>» = deviazione standard calcolata da risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità.

«RSD<sub>r</sub>» = deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ .

«R» = riproducibilità: valore al di sotto del quale è lecito ipotizzare che la differenza assoluta fra i risultati dei singoli test, ottenuti in condizioni di riproducibilità (cioè su materiali identici ottenuti da operatori in diversi laboratori mediante il metodo di test standardizzato), rientri in una determinata probabilità (generalmente il 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ .

«s<sub>R</sub>» = deviazione standard, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.

«RSD<sub>R</sub>» = deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

«LOD» = limite di rilevazione: la minima concentrazione misurata da cui è possibile dedurre con ragionevole certezza statistica la presenza dell'analita. Il limite di rilevazione è numericamente pari al triplo della deviazione standard della media delle determinazioni in bianco (n>20).

**▼ M2**

«LOQ» = limite di quantificazione: il minimo tenore di analita misurabile con ragionevole certezza statistica. Se l'accuratezza e la precisione sono costanti in un intervallo di concentrazione prossimo al limite di rilevazione, il limite di quantificazione è numericamente pari al decuplo della deviazione standard della media delle determinazioni in matrice bianca (n ≥ 20).

**▼ M1**

«HORRAT<sup>(1)</sup>» = valore RSD<sub>r</sub> osservato, diviso per il valore RSD<sub>r</sub> calcolato in base all'equazione di Horwitz<sup>(2)</sup> (modificata) (cfr. il punto C.3.3.1 «Note relative ai criteri di prestazione»), nell'ipotesi di  $r = 0,66 R$ .

<sup>(1)</sup> Horwitz W. e Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095-1109.

<sup>(2)</sup> Thompson, Analyst, 2000, pagg. 125 e 385-386.

**▼ M1**

«HORRAT <sup>(1)</sup><sub>R</sub>» = valore RSD<sub>R</sub> osservato, diviso per il valore RSD<sub>R</sub> calcolato in base all'equazione di Horwitz <sup>(2)</sup> (modificata) (cfr. il punto C.3.3.1 «Note relative ai criteri di prestazione»).

«u» = incertezza di misura standard combinata calcolata utilizzando le incertezze di misura standard individuali associate alle quantità introdotte in un modello di misurazione <sup>(3)</sup>.

**▼ B**

«U» = incertezza di misura estesa, calcolata in base a un fattore di copertura 2, che determina un livello di confidenza del 95 % circa ( $U = 2u$ ).

«Uf» = massima incertezza di misura standard.

**▼ M2****C.3.2. Prescrizioni generali**

I metodi di analisi utilizzati per il controllo alimentare devono essere conformi alle disposizioni dell'allegato III del regolamento (CE) n. 882/2004.

I metodi di analisi per lo stagno totale sono adeguati ai controlli relativi al tenore di stagno inorganico.

Per l'analisi relativa alla presenza di piombo nel vino sono applicabili i metodi e le norme stabilite dall'OIV <sup>(4)</sup> conformemente all'articolo 80, paragrafo 5, del regolamento (UE) n. 1308/2013 <sup>(5)</sup>.

I metodi di analisi per l'arsenico totale sono adeguati al monitoraggio per i controlli relativi al tenore di arsenico inorganico. Se la concentrazione totale di arsenico è al di sotto del tenore massimo consentito, non sono richieste ulteriori analisi e il campione è considerato conforme al tenore massimo di arsenico inorganico. Se la concentrazione di arsenico totale è pari o superiore al tenore massimo consentito, è necessario effettuare ulteriori prove di controllo per determinare se la concentrazione di arsenico inorganico supera il tenore massimo consentito.

**▼ B****C.3.3. Prescrizioni specifiche****▼ M1****C.3.3.1. Criteri di prestazione**

In assenza di metodi specifici stabiliti a livello dell'Unione europea per la determinazione dei contaminanti nei prodotti alimentari, i laboratori sono liberi di applicare qualsiasi metodo di analisi convalidato per la matrice fornita, purché esso rispetti gli specifici criteri di prestazione di cui alle tabelle da 5 a 7.

Si raccomanda di utilizzare metodi debitamente convalidati (vale a dire metodi convalidati mediante prove interlaboratorio per la relativa matrice) se appropriati e disponibili. È possibile utilizzare anche altre metodi convalidati adeguati (ad esempio metodi convalidati a livello interno per la relativa matrice), purché soddisfino i criteri di prestazione di cui alle tabelle da 5 a 7.

<sup>(1)</sup> Horwitz W. e Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095-1109.

<sup>(2)</sup> Thompson, Analyst, 2000, pagg. 125 e 385-386.

<sup>(3)</sup> International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.

<sup>(4)</sup> Organizzazione internazionale della vigna e del vino.

<sup>(5)</sup> Regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 17 dicembre 2013, recante organizzazione comune dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, (CE) n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 del Consiglio (GU L 347 del 20.12.2013, pag. 671).

▼ M1

Se possibile la convalida dei metodi convalidati a livello interno include materiali di riferimento certificati.

▼ M2

- a) Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per il piombo, il cadmio, il mercurio, lo stagno inorganico e l'arsenico inorganico

Tabella 5

Parametro	Criterio			
Applicabilità	Alimenti di cui al regolamento (CE) n. 1881/2006			
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro			
Ripetibilità (RSD <sub>f</sub> )	HORRAT <sub>f</sub> meno di 2			
Riproducibilità (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> meno di 2			
Recupero	Si applicano le disposizioni di cui al punto D.1.2			
LOD	= tre decimi del LOQ			
LOQ	Stagno inorganico	≤ 10 mg/kg		
	Piombo	ML < 0,01 mg/kg	0,01 < ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ due terzi del ML	≤ due quinti del ML
	Cadmio, mercurio, arsenico inorganico	ML è < 0,100 mg/kg		ML è ≥ 0,100 mg/kg
≤ due quinti del ML		≤ un quinto del ML		

▼ M1

- b) Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per il 3-MCPD:

Tabella 6

Parametro	Criterio
Applicabilità	Alimenti di cui al regolamento (CE) n. 1881/2006
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro
Bianchi di campo	Inferiore al LOD
Ripetibilità (RSD <sub>f</sub> )	0,66 volte il RSD <sub>R</sub> come derivato dall'equazione di Horwitz (modificata)
Riproducibilità (RSD <sub>R</sub> )	come derivato dall'equazione di Horwitz (modificata)
Recupero	75-110 %
LOD	≤ 5 µg/kg (sulla base della materia secca)
LOQ	≤ 10 µg/kg (sulla base della materia secca)

- c) Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per gli idrocarburi policiclici aromatici:

Questi criteri si applicano ai quattro idrocarburi policiclici aromatici benzo(a)pirene, benzo(a)antracene, benzo(b)fluorantene e crisene.

▼ M1

Tabella 7

Parametro	Criterio
Applicabilità	Alimenti di cui al regolamento (CE) n. 1881/2006
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro, verifica della rilevazione positiva
Ripetibilità (RSD <sub>f</sub> )	HORRAT <sub>f</sub> meno di 2
Riproducibilità (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> meno di 2
Recupero	50-120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg per ognuna delle quattro sostanze
LOQ	≤ 0,90 µg/kg per ognuna delle quattro sostanze

d) Note relative ai criteri di prestazione:

L'equazione di Horwitz <sup>(1)</sup> (per concentrazioni  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) l'equazione di Horwitz modificata <sup>(2)</sup> (per concentrazioni  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) sono equazioni generali di precisione che si sono dimostrate indipendenti dagli analiti e dalla matrice e dipendenti unicamente dalla concentrazione per la maggior parte dei metodi d'analisi consueti.

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

$$RSD_R = 22 \%$$

in cui:

— RSD<sub>R</sub> è la deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C è il tasso di concentrazione (ovvero 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). L'equazione di Horwitz modificata si applica alle concentrazioni  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

Equazione di Horwitz modificata per le concentrazioni  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ :

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

in cui:

— RSD<sub>R</sub> è la deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C è il tasso di concentrazione (ovvero 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). L'equazione di Horwitz modificata si applica alle concentrazioni  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

<sup>(1)</sup> W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,1980, 63, 1344.

<sup>(2)</sup> M. Thompson, Analyst, 2000, pagg. 125 e 385-386.

**▼ M1**

## C.3.3.2. Criterio dell'idoneità allo scopo

Per i metodi convalidati a livello interno come alternativa è possibile utilizzare un criterio di idoneità allo scopo <sup>(1)</sup> per valutare l'adeguatezza per i controlli ufficiali. I metodi idonei ai fini del controllo ufficiale devono produrre risultati con un'incertezza di misura standard combinata (u) inferiore alla massima incertezza di misura standard calcolata mediante la seguente formula:

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

in cui:

- $U_f$  è la massima incertezza di misura standard ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- LOD è il limite di rilevazione del metodo ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ). LOD deve essere conforme ai criteri di prestazione di cui al punto C.3.3.1 per la concentrazione d'interesse,
- C rappresenta la concentrazione di interesse ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ),
- $\alpha$  è un fattore numerico che dipende dal valore di C. I valori da utilizzare sono riportati nella tabella 8.

Tabella 8

**Valori numerici da attribuire alla costante  $\alpha$  nella formula di cui sopra, in funzione della concentrazione di interesse**

C ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\alpha$
$\leq 50$	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
$> 10\ 000$	0,1

Si richiama l'attenzione dell'analista sulla relazione dal titolo «Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation» <sup>(2)</sup>.

**▼ B**

## PARTE D

**PRESENTAZIONE E INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI**

## D.1. PRESENTAZIONE

D.1.1. **Espressione dei risultati**

I risultati devono essere espressi nelle stesse unità e con lo stesso numero di cifre significative previsti per i tenori massimi di cui al regolamento (CE) n. 1881/2006.

D.1.2. **Calcoli del recupero**

Se il metodo analitico prevede una fase di estrazione, occorre correggere il risultato analitico per il fattore di recupero. In questo caso deve essere segnalato il tasso di recupero.

<sup>(1)</sup> M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, pagg. 10 e 471-478.

<sup>(2)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

**▼ M1**

Se il metodo analitico non prevede una fase di estrazione (ad esempio, nel caso dei metalli), il risultato può essere presentato non corretto per il recupero purché si dimostri, preferibilmente mediante adeguati materiali di riferimento certificati, il raggiungimento della concentrazione certificata tenendo conto dell'incertezza di misura (ovvero accuratezza di misura elevata) e quindi che tale metodo non è parziale. Va indicato il fatto che il risultato è presentato non corretto per il recupero.

**▼ B****D.1.3. Incertezza di misura**

Il risultato analitico va presentato nella forma « $x \pm U$ », dove  $x$  è il risultato dell'analisi e  $U$  l'incertezza di misura estesa, calcolata in base a un fattore di copertura 2, che determina un livello di confidenza del 95 % circa ( $U = 2u$ ).

**▼ M1**

Si richiama l'attenzione dell'analista sulla relazione dal titolo «Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation»<sup>(1)</sup>.

**▼ B****D.2. INTERPRETAZIONE DEI RISULTATI****D.2.1. Accettazione di una partita/sottopartita**

La partita o la sottopartita è accettata se il risultato dell'analisi sul campione di laboratorio non supera il relativo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 1881/2006, tenuto conto dell'incertezza di misura estesa e della correzione del risultato per il recupero qualora il metodo analitico utilizzato abbia comportato una fase di estrazione.

**D.2.2. Rifiuto di una partita/sottopartita**

La partita o la sottopartita è rifiutata se il risultato dell'analisi sul campione di laboratorio supera oltre ogni ragionevole dubbio il relativo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 1881/2006, tenuto conto dell'incertezza di misura estesa e della correzione del risultato per il recupero nel caso in cui il metodo analitico utilizzato abbia comportato una fase di estrazione.

**D.2.3. Applicabilità**

Le presenti norme di interpretazione si applicano ai risultati analitici ottenuti dal campione prelevato a fini di applicazione della normativa.

<sup>(1)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)