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

►**B**

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

(Testo rilevante ai fini del SEE)

(GU L 77 del 16.3.2001, pag. 14)

Modificata da:

		Gazzetta ufficiale		
		n.	pag.	data
►**M1**	Decisione 2001/873/CE della Commissione del 4 dicembre 2001	L 325	34	8.12.2001

▼B

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

(Testo rilevante ai fini del SEE)

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

vista la direttiva 85/591/CEE del Consiglio, del 20 dicembre 1985, concernente l'introduzione di modalità di prelievo di campioni e di metodi d'analisi comunitari per il controllo di prodotti destinati all'alimentazione umana ([1]), e in particolare l'articolo 1,

considerando quanto segue:

(1) Il regolamento (CEE) n. 315/93 del Consiglio, dell'8 febbraio 1993, che stabilisce procedure comunitarie relative ai contaminanti nei prodotti alimentari ([2]) fissa tenori massimi ammissibili per alcuni contaminanti presenti in prodotti alimentari per tutelare la salute pubblica.

(2) Il regolamento (CE) n. 466/2001 della Commissione, dell'8 marzo 2001, che fissa valori massimi per alcuni contaminanti contenuti nei prodotti alimentari ([3]), stabilisce, fra l'altro, livelli massimi per piombo, cadmio, mercurio e 3-monocloropropano, 1,2-diol (3-MCPD) nei prodotti alimentari e fa riferimento alle misure che fissano i metodi per il prelievo di campioni e i metodi di analisi da utilizzare.

(3) La direttiva 89/397/CEE del Consiglio, del 14 giugno 1989, relativa al controllo ufficiale dei prodotti alimentari ([4]) definisce i principi generali per l'esecuzione del controllo dei prodotti alimentari. La direttiva 93/99/CEE del Consiglio, del 29 ottobre 1993, riguardante misure supplementari in merito al controllo ufficiale dei prodotti alimentari ([5]) introduce un sistema di standard qualitativi per i laboratori incaricati dagli Stati membri di effettuare il controllo ufficiale dei prodotti alimentari.

(4) Il campionamento è estremamente importante per determinare in modo attendibile il tenore dei contaminanti che possono presentarsi in modo eterogeneo nelle partite.

(5) La direttiva 85/591/CEE ha fissato criteri generali per le modalità di prelievo di campioni e i metodi d'analisi, ma in certi casi sono necessari criteri più specifici affinché i laboratori incaricati dei controlli ricorrano a metodi con prestazioni comparabili.

(6) Le disposizioni riguardanti le modalità di prelievo di campioni e i metodi d'analisi vengono stabilite in base alle conoscenze attuali e possono essere adeguate in funzione dell'evoluzione delle conoscenze scientifiche e tecniche.

(7) Le misure previste dalla presente direttiva sono conformi al parere del comitato permanente per i prodotti alimentari,

HA ADOTTATO LA PRESENTE DIRETTIVA:

Articolo 1

Gli Stati membri adottano tutte le misure necessarie affinché i campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di piombo, cadmio, mercurio e

([1]) GU L 372 del 31.12.1985, pag. 50.
([2]) GU L 37 del 13.2.1993, pag. 1.
([3]) Cfr. pagina 1 della presente Gazzetta ufficiale.
([4]) GU L 186 del 30.6.1989, pag. 23.
([5]) GU L 290 del 24.11.1993, pag. 14.

▼B

3-MCPD nei prodotti alimentari vengano prelevati secondo le modalità descritte nell'allegato I della presente direttiva.

Articolo 2

Gli Stati membri adottano tutte le misure necessarie affinché la preparazione dei campioni e i metodi d'analisi per il controllo ufficiale del tenore di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD nei prodotti alimentari siano conformi ai criteri descritti nell'allegato II della presente direttiva.

Articolo 3

Gli Stati membri attuano le disposizioni legislative, regolamentari e amministrative necessarie per conformarsi alla presente direttiva entro il ►**M1** 5 aprile 2002 ◄. Essi ne informano immediatamente la Commissione.

Quando gli Stati membri adottano tali disposizioni, queste contengono un riferimento alla presente direttiva o sono corredate di un siffatto riferimento al momento della pubblicazione ufficiale. Le modalità del riferimento sono decise dagli Stati membri.

Articolo 4

La presente direttiva entra in vigore il ventesimo giorno successivo alla pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale delle Comunità europee*.

Gli Stati membri sono destinatari della presente direttiva.

▼B

ALLEGATO I

METODI DI CAMPIONAMENTO PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI PIOMBO, CADMIO, MERCURIO E 3-MCPD IN TALUNI PRODOTTI ALIMENTARI

1. FINALITÀ E CAMPO D'APPLICAZIONE

I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD nei prodotti alimentari sono prelevati secondo le modalità indicate qui di seguito. I campioni globali così ottenuti sono considerati rappresentativi delle partite da cui sono prelevati. La conformità al tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001 è determinata in funzione dei tenori rilevati nei campioni di laboratorio.

2. DEFINIZIONI

Partita:	quantità identificabile di prodotto alimentare, contenuta in un'unica consegna e avente caratteristiche comuni ufficialmente riconosciute, quali l'origine, la varietà, il tipo d'imballaggio, l'imballatore, lo speditore e la marcatura. Nel caso del pesce, è comparabile anche la dimensione del pesce.
Sottopartita:	porzione di una partita designata per essere sottoposta a campionamento secondo le modalità stabilite. Ciascuna sottopartita deve essere fisicamente separata e identificabile.
Campione elementare:	quantitativo di materiale prelevato in un solo punto della partita o sottopartita.
Campione globale:	aggregazione di tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o sottopartita.
Campione di laboratorio:	campione destinato al laboratorio.

3. DISPOSIZIONI GENERALI

3.1. **Personale**

Il prelievo è effettuato da persona qualificata e abilitata, secondo quanto specificato dagli Stati membri.

3.2. **Prodotto da campionare**

Ciascuna partita da analizzare è oggetto di campionatura separata.

3.3. **Precauzioni da prendere**

Durante la campionatura e la preparazione dei campioni di laboratorio è necessario evitare qualsiasi alterazione che possa modificare il tenore di piombo, cadmio, mercurio e 3-MCPD e compromettere l'analisi o la rappresentatività del campione globale.

3.4. **Campioni elementari**

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

3.5. **Preparazione del campione globale**

Il campione globale è costituito da tutti i campioni elementari. È di almeno un kg, a meno che ciò non sia poco pratico, cioè in caso di campionamento di una singola confezione.

3.6. **Suddivisione di campione globale in campioni di laboratorio a fini di attuazione, difesa e riferimento**

I campioni di laboratorio prelevati in esecuzione di provvedimenti amministrativi giudiziari sono ottenuti dal campione globale omogeneizzato a condizione che tale procedura non sia in contrasto con la regolamentazione

▼B

degli Stati membri. Le dimensioni dei campioni di laboratorio devono essere tali da consentire almeno lo svolgimento di analisi duplici.

3.7. **Confezionamento e inoltro di campioni globali e campioni di laboratorio**

Ciascun campione globale e di laboratorio va collocato in un recipiente pulito, di materiale inerte, che lo protegga adeguatamente contro qualsiasi fattore di contaminazione, da perdita di analiti per adsorbimento nella parete interna del recipiente, e dai danni che potrebbero essere causati dal trasporto. Si prendano altresì tutte le precauzioni necessarie ad evitare alterazioni della composizione del campione globale e di laboratorio durante il trasporto o la conservazione.

3.8. **Sigillatura ed etichettatura dei campioni di laboratorio**

Ogni campione ufficiale viene sigillato sul luogo del prelievo e identificato secondo le prescrizioni vigenti nello Stato membro. Per ciascun prelievo di campione, si redige un verbale di campionamento che consenta di identificare con certezza la partita campionata, la data e il luogo di campionamento, nonché qualsiasi informazione supplementare che possa essere utile all'analista.

4. MODALITÀ DI PRELIEVO DI CAMPIONI

Il prelievo dei campioni è effettuato, per quanto possibile, nel punto in cui il prodotto entra nella catena alimentare e diventa identificabile una partita distinta. Il metodo di prelievo applicato deve assicurare che il campione globale sia rappresentativo della partita che deve essere controllata.

4.1. **Numero dei campioni elementari**

Nel caso di prodotti liquidi per i quali è lecito presumere che i contaminanti siano distribuiti in modo omogeneo nelle partite, è sufficiente prelevare un campione elementare per partita che costituisce il campione globale. Deve figurare un riferimento al numero della partita. I prodotti liquidi contenenti proteine vegetali idrolizzate o salsa di soia liquida vengono bene agitate oomogeneizzate prima di prelevare il campione elementare.

Per gli altri prodotti, il numero minimo di campioni elementari da prelevare per partita è indicato alla tabella 1. I campioni elementari sono di peso analogo. Qualsiasi deroga a tale norma è segnalata nel verbale di cui al punto 3.8.

Tabella 1: Numero minimo di campioni elementari prelevati da una partita

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

Se la partita consiste in confezioni singole, il numero di confezioni che va prelevato per formare un campione globale è indicato nella tabella 2;

Tabella 2: Numero di confezioni (campioni elementari) da prelevare per formare un campione globale se la partita consiste in confezioni singole

Numero di confezioni o unità della partita	Numero minimo di confezioni o unità da prelevare
da 1 a 25	1 confezione o unità
da 26 a 100	Circa il 5 %, almeno due confezioni o unità
> 100	Circa il 5 %, fino ad un massimo di 10 confezioni o unità

5. CONFORMITÀ DELLA PARTITA O SOTTOPARTITA ALLE SPECIFICHE

Il laboratorio di controllo deve esaminare il campione di laboratorio destinato ad un'applicazione in almeno due analisi indipendenti e calcolare la

▼B

media dei risultati. La partita è ritenuta conforme alle norme se la media rispetta il rispettivo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001. Viene respinta se supera il rispettivo tenore massimo.

▼B

ALLEGATO II

PREPARAZIONE DI CAMPIONNI E CRITERI PER I METODI DI ANALISI UTILIZZATI NEL CONTROLO UFFICIALE DEL TENORE DI PIOMBO, CADMIO, MERCURIO E 3-MCPD IN TALUNI PRODOTTI ALIMENTARI

1. INTRODUZIONE

La condizione fondamentale è ottenere un campione di laboratorio rappresentativo ed omogeneo senza introdurre contaminazioni.

2. PROCEDURE SPECIFICHE DI PREPARAZIONE DEI TEST PER PIOMBO, CADMIO E MERCURIO

Esistono numerose procedure specifiche di preparazione dei campioni che sono soddisfacenti e possono essere utilizzate per i prodotti considerati. Quelle descritte nella bozza di norma del CEN «Prodotti alimentari — Determinazione dei microelementi — Criteri di rendimento e considerazioni generali» sono state giudicate soddisfacenti ([a]), ma altre possono essere altrettanto valide.

Per ogni procedura utilizzata vanno considerati i punti seguenti:

— molluschi bivalve, crostacei e piccoli pesci: se consumati interi, le viscere sono comprese nel materiale che va analizzato,

— ortaggi: va esaminata solo la parte commestibile, tenendo presenti i requisiti del regolamento (CE) n. 466/2001.

3. METODO D'ANALISI CHE I LABORATORI DEVONO UTILIZZARE E NORME SUI CONTROLLI DI LABORATORIO

3.1. **Definizioni**

Alcune delle definizioni più comunemente usate che il laboratorio dovrà utilizzare sono indicate qui di seguito:

r =	ripetibilità, valore al di sotto del quale è lecito presumere che la differenza assoluta fra due risultati di singoli test ottenuti in condizioni di ripetibilità (cioè, stesso campione, stesso operatore, stesso apparecchio, stesso laboratorio, breve intervallo di tempo) rientri in una specifica probabilità (è tipico il 95 %) e quindi $r = 2{,}8 \times s_r$.
s_r =	deviazione standard, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità.
RSD_r =	Deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità $[(s_r \bar{x}) \times 100]$, in cui $\bar{x}$ è la media dei risultati di tutti i laboratori e campioni.
R =	riproducibilità, valore al di sotto del quale è lecito presumere che la differenza assoluta fra i risultati di singoli test ottenuti in condizioni di riproducibilità (cioè, su materiali identici ottenuti da operatori in diversi laboratori, mediante metodo di prova standardizzato) rientri in una specifica probabilità (è tipico il 95 %); $R = 2{,}8 \times s_R$.
s_R =	deviazione standard, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.
RSD_R =	deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità $[(s_R x) \times 100]$.
$HORRAT_r$ =	la RSD_r osservata divisa per il valore stimato RSD_r dell'equazione di Horwitz assumendo $r = 0{,}66R$.
$HORRAT_R$ =	il valore RSD_R osservato diviso per il valore RSD_R calcolato dall'equazione di Horwitz ([b]).

▼B

3.2. **Requisiti generali**

I metodi d'analisi utilizzati per controlli alimentari devono, per quanto possibile, essere conformi alle disposizioni dei paragrafi 1 e 2 dell'allegato della direttiva 85/591/CEE.

Per l'analisi del piombo nel vino, il regolamento (CEE) n. 2676/90 della Commissione [1] che determina i metodi comunitari da utilizzare nel settore del vino stabilisce, nel capitolo 35 dell'allegato, il metodo da utilizzare.

3.3. **Requisiti specifici**

3.3.1. *Analisi di piombo, cadmio e mercurio*

Non è prescritto alcun metodo specifico per la determinazione del tenore di piombo, cadmio e mercurio. I laboratori utilizzano un metodo validato che rispetti i criteri di rendimento indicati nella tabella 3. Se possibile, la validazione comprende un materiale di riferimento certificato nella prova collettiva dei materiali.

Tabella 3: Criteri di rendimento dei metodi d'analisi di piombo, cadmio e mercurio

Parametro	Valore/commento
Applicabilità	Prodotti alimentari specificati nel regolamento della (CE) n. 466/2001
Limite di rilevazione	Non superiore a un decimo del valore fissato nel regolamento (CE) n. 466/2001, a meno che il valore per il piombo sia inferiore a 0,1 mg/kg. In quest'ultimo caso, non superiore a un quinto del valore di specificazione
Limite di quantificazione	Non superiore a un quinto del valore fissato nel regolamento (CE) n. 466/2001, a meno che il valore per il piombo sia inferiore a 0,1 mg/kg. In quest'ultimo caso, non superiore due quinti del valore di specificazione
Precisione	Valori $HORRAT_r$ o $HORRAT_R$ inferiori a 1,5 nella prova collettiva di convalida
Recupero	80 %-120 % (come indicato nella prova collettiva)
Specificità	Senza interferenze matriciali o spettrali

3.3.2. *Analisi di 3-MCPD*

Non sono prescritti metodi specifici per la determinazione del tenore di 3-MCPD. I laboratori utilizzano un metodo validato che soddisfa i criteri di rendimento indicati nella tabella 4. Se possibile, la validazione comprende un materiale di riferimento certificato nelle prove collettive dei materiali. È stato validato mediante prova collettiva un metodo specifico che risulta soddisfare i requisiti della tabella 4 (c).

Tabella 4: Criteri di rendimento dei metodi d'analisi del 3-MCPD

Criterio	Valore raccomandato	Concentrazione
Campioni non contaminati	Inferiore al limite di rilevazione	—
Recupero	75-110 %	Tutte
Limite di quantificazione	10 (o meno) µg/kg su una base di sostanza asciutta	—
Deviazione standard del segnale dei campioni non contaminati	Inferiore a 4 µg/kg	—

[1] GU L 272 del 3.10.1990, pag. 1.

▼B

Criterio	Valore raccomandato	Concentrazione
Stime di precisione interne — deviazione standard delle misurazioni ripetute con diverse concentrazioni	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 g/kg 30 g/kg 40 g/kg 50 g/kg 100 g/kg

3.4. **Stima dell'accuratezza analitica e dei calcoli di recupero**

Se possibile, l'accuratezza dell'analisi è stimata includendo nella stessa adeguati materiali di riferimento certificati.

Vanno tenute presenti le «Linee guida armonizzate per l'uso delle informazioni di recupero nella misurazione analitica» ([d]) elaborate sotto l'egida di UPAC/ISO/AOAC.

Il risultato analitico viene indicato in forma corretta o meno. Sono indicati la metodologia e il livello di presentazione.

3.5. **Livelli di qualità dei laboratori**

I laboratori devono essere soddisfare i requisiti della direttiva 93/99/CEE.

3.6. **Espressione dei risultati**

I risultati sono espressi nelle stesse unità dei livelli massimi stabiliti dal regolamento (CE) n. 466/2001.

RIFERIMENTI

([a]) Draft Standard prEN 13804, «Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.

([b]) W Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», Anal. Chem., 1982, n. 54, 67A - 76A

([c]) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, submitted to CEN TC 275 and AOAC International (also available as «Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods»).

([d]) ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, n. 71, 337-348.