

▼B*ALLEGATO*

PARTE A

DEFINIZIONI

Ai fini del presente allegato si intende per:

▼MS

«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, la specie, la zona di cattura, il tipo di imballaggio, l'imballatore, lo speditore o la marcatura);

▼B

«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;

▼MS

«dimensioni o peso comparabili»: la differenza in termini di dimensioni o peso non supera il 50 %.

▼B

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 possono 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 %.

▼M4**B.2.2. Numero di campioni elementari**

Per gli alimenti diversi dagli integratori alimentari, dalle spezie o dalle erbe aromatiche essiccate nonché dai funghi, dalle alghe o dai licheni essiccati, il campione globale deve essere di almeno 1 chilogrammo 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.

Per gli integratori alimentari, le spezie o le erbe aromatiche essiccate nonché i funghi, le alghe o i licheni essiccati, il campione globale deve essere di almeno 100 grammi o 100 millilitri.

Per gli alimenti diversi dagli integratori alimentari il numero minimo di campioni elementari da prelevare dalla partita o dalla sottopartita deve essere conforme alla tabella 3.

▼M4

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. Il numero di campioni elementari prelevati dalla partita o dalla sottopartita per formare il campione globale è pertanto pari a tre.

Per le partite o le sottopartite costituite da confezioni o unità singole, per gli alimenti diversi dagli integratori alimentari, il numero di confezioni o di unità (campioni elementari) da prelevare per formare un campione globale deve essere conforme alla tabella 4a.

I campioni elementari devono avere peso/volume analogo. Per gli alimenti diversi dagli integratori alimentari, dalle spezie o dalle erbe aromatiche essiccate nonché dai funghi, dalle alghe o dai licheni essiccati, ciascun campione elementare deve pesare almeno 100 grammi o avere un volume di 100 millilitri per formare un campione globale di almeno 1 chilogrammo o 1 litro.

Per le spezie o le erbe aromatiche essiccate nonché i funghi, le alghe o i licheni essiccati, ciascun campione elementare deve pesare almeno 35 grammi o avere un volume di 35 millilitri per formare un campione globale di almeno 100 grammi o 100 millilitri.

Per quanto concerne lo stagno inorganico, i tenori massimi si riferiscono al contenuto di ciascuna confezione, ma per motivi pratici è possibile 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, devono essere effettuate ulteriori indagini.

Per gli integratori alimentari il numero minimo e le dimensioni dei campioni elementari devono essere conformi alla tabella 4b.

Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo di cui al punto B.2 senza causare effetti commerciali inaccettabili (ad esempio per motivi di forma d'imballaggio o di danneggiamenti alla partita) oppure è praticamente impossibile applicare le modalità di prelievo di cui al punto B.2 si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia sufficientemente rappresentativo della partita o della sottopartita e che il metodo applicato sia debitamente documentato. Ciò va segnalato nel verbale di cui al punto B.1.8.

Tabella 1

Suddivisione delle partite in sottopartite per i prodotti commercializzati sfusi

Peso della partita (in tonnellate)	Peso o numero delle sottopartite
≥ 1 500	500 tonnellate
> 300 e < 1 500	3 sottopartite
≥ 100 e ≤ 300	100 tonnellate
< 100	—

▼M4*Tabella 2***Suddivisione delle partite in sottopartite per i prodotti non commercializzati sfusi**

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

*Tabella 3***Numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita o da una sottopartita di alimenti diversi dagli integratori alimentari**

Peso o volume della partita/sottopartita (in chilogrammi o litri)	Numero minimo di campioni elementari da prelevare
< 50	3
≥ 50 e ≤ 500	5
> 500	10

*Tabella 4a***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 di alimenti diversi dagli integratori alimentari**

Numero di confezioni o unità della partita/sottopartita	Numero di confezioni o unità da prelevare
≤ 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

*Tabella 4b***Numero minimo e dimensioni dei campioni elementari per gli integratori alimentari**

Dimensioni della partita (numero di confezioni)	Numero di confezioni (campioni elementari) da campionare	Dimensioni del campione elementare
1-50	1	intero contenuto della confezione
51-250	2	intero contenuto della confezione
251-1 000	4	metà del contenuto di ogni confezione al dettaglio selezionata per il campionamento

▼M4

Dimensioni della partita (numero di confezioni)	Numero di confezioni (campioni elementari) da campionare	Dimensioni del campione elementare
> 1 000	4 + 1 confezioni per ogni 1 000 confezioni al dettaglio, fino ad un massimo di 25 confezioni al dettaglio	≤ 10 confezioni: metà del contenuto di ogni confezione al dettaglio > 10 confezioni: un quantitativo uguale per ogni confezione fino a costituire un campione equivalente al contenuto di 5 confezioni
sconosciute (applicabile solo per il commercio elettronico)	1	intero contenuto della confezione

▼M5**B.2.3. Disposizioni specifiche per il campionamento di partite contenenti pesci interi di dimensioni o peso comparabili**

Il numero di campioni elementari da prelevare dalla partita è indicato nella tabella 3. Il peso del campione globale che raggruppa tutti i campioni elementari deve essere di almeno 1 chilogrammo (cfr. punto B.2.2).

- Se la partita da sottoporre a campionamento è costituita da pesci di piccole dimensioni (singoli pesci di peso < 1 chilogrammo), il pesce intero è prelevato come campione elementare per formare il campione globale. Se il campione globale che ne risulta pesa più di 3 chilogrammi, i campioni elementari possono essere costituiti dalla parte centrale, del peso di almeno 100 grammi, dei pesci che formano il campione globale. La parte intera cui si applica il livello massimo è utilizzata per l'omogeneizzazione del campione.

La parte centrale del pesce è quella in cui si trova il suo baricentro. In genere si situa in corrispondenza della pinna dorsale (se il pesce ne è provvisto) o a uguale distanza dall'apertura branchiale e dall'ano.

- Se la partita da sottoporre a campionamento è costituita da pesci di maggiori dimensioni (singoli pesci di peso ≥ 1 chilogrammo), il campione elementare consiste nella parte centrale del pesce. Il peso di ciascun campione elementare è di almeno 100 grammi.

Nel caso di pesci di dimensioni intermedie (da ≥ 1 a <6 chilogrammi), il campione elementare è costituito da una trancia prelevata nella parte centrale del pesce dalla colonna vertebrale al ventre.

Nel caso di pesci di dimensioni molto grandi (di peso ≥ 6 chilogrammi), il campione elementare è prelevato dal muscolo dorsolaterale destro (vista frontale) nella parte centrale del pesce. Qualora il prelievo di questa porzione dalla parte centrale del pesce comporti un considerevole danno economico, può essere considerato sufficiente prelevare tre campioni elementari di almeno 350 grammi ciascuno, indipendentemente dalle dimensioni della partita; in alternativa possono essere considerati sufficienti tre campioni elementari di almeno 350 grammi ciascuno, prelevati da una parte equivalente (175 grammi) del muscolo vicino alla coda e del muscolo vicino alla testa di ciascun pesce, indipendentemente dalle dimensioni della partita.

▼M5**B.2.4. Disposizioni specifiche per il campionamento di partite contenenti pesci interi di dimensioni e/o peso differenti**

Si applicano le disposizioni del punto B.2.3 per quanto riguarda la costituzione del campione.

Nel caso in cui predomini una classe/categoria di dimensioni o peso (80 % circa o più della partita) il campione è prelevato dai pesci appartenenti alla classe/categoria predominante. Tale campione è considerato rappresentativo dell'intera partita.

Nel caso in cui non predomini una particolare classe/categoria di dimensioni o peso, si deve garantire che i pesci selezionati per costituire il campione siano rappresentativi della partita. Il documento orientativo sul campionamento di pesci interi di dimensioni e/o peso differenti (*Guidance document on sampling of whole fishes of different size and/or weight*)⁽¹⁾ fornisce orientamenti specifici per questo tipo di situazioni.

B.2.5. Disposizioni specifiche per il campionamento di animali terrestri

Nel caso di carni e frattaglie di suini, bovini ovini, caprini ed equini deve essere prelevato un campione di 1 chilogrammo da almeno un animale. Se necessario per ottenere un campione di 1 chilogrammo, possono essere prelevate uguali quantità di campione da più di un animale.

Nel caso di carni di pollame, devono essere prelevate uguali quantità di campione da almeno tre animali al fine di ottenere un campione globale di 1 chilogrammo. Nel caso di frattaglie di pollame, devono essere prelevate uguali quantità di campione da almeno tre animali al fine di ottenere un campione globale di 300 grammi.

Nel caso di carni e frattaglie di selvaggina da allevamento e animali terrestri selvatici deve essere prelevato un campione di 300 grammi da almeno un animale. Se necessario per ottenere un campione di 300 grammi, possono essere prelevate uguali quantità di campione da più di un animale.

▼M1**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 ————— ◀.

⁽¹⁾ <https://ec.europa.eu/food/safety/chemical-safety/contaminants/sampling-and-analysis>.

▼B

I laboratori devono partecipare a programmi di verifica della competenza conformi all'International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (¹) 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 (²).

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

C.2. PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

▼MS

C.2.1. Precauzioni e osservazioni generali

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

La parte intera cui si applica il livello massimo deve essere utilizzata per l'omogeneizzazione del campione.

Per la preparazione del campione di laboratorio dei prodotti diversi dai pesci deve essere utilizzato tutto il materiale oggetto di campionamento ricevuto dal laboratorio.

Nel caso dei pesci, tutto il materiale oggetto di campionamento ricevuto dal laboratorio deve essere omogeneizzato. Una parte o quantità rappresentativa del campione globale omogeneizzato deve essere utilizzata per la preparazione del campione di laboratorio.

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

▼B

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.

(¹) «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.

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

▼M2

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»⁽¹⁾, 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 forniscono 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.

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 $r = 2,8 \times s_r$.

⁽¹⁾ 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

« 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 [$(s_r/\bar{x}) \times 100$].

«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_R » = deviazione standard, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.

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

▼M3

«LOD» = limite di rilevazione: la minima concentrazione misurata da cui è possibile dedurre con ragionevole certezza statistica la presenza dell'analita.

«LOQ» = limite di quantificazione: il minimo tenore di analita misurabile con ragionevole certezza statistica.

▼M1

«HORRAT (¹)ₜ» = valore RSD_r osservato, diviso per il valore RSD_r calcolato in base all'equazione di Horwitz (²) (modificata) (cfr. il punto C.3.3.1 «Note relative ai criteri di prestazione»), nell'ipotesi di $r = 0,66 R$.

«HORRAT (³)ₜ» = valore RSD_R osservato, diviso per il valore RSD_R calcolato in base all'equazione di Horwitz (⁴) (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 (⁵).

(¹) 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.

(²) Thompson, Analyst, 2000, pagg. 125 e 385-386.

(³) 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.

(⁴) Thompson, Analyst, 2000, pagg. 125 e 385-386.

(⁵) International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.

▼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⁽¹⁾ conformemente all'articolo 80, paragrafo 5, del regolamento (UE) n. 1308/2013⁽²⁾.

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.

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

⁽¹⁾ Organizzazione internazionale della vigna e del vino.

⁽²⁾ 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).

▼M6

- 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 _r)	HORRAT _r meno di 2			
Riproducibilità (RSD _R)	HORRAT _R meno di 2			
Recupero	Si applicano le disposizioni di cui al punto D.1.2			
LOD	= tre decimi del LOQ			
LOQ	Stagno inorganico	$\leq 10 \text{ mg/kg}$		
	Piombo	$ML \leq 0,02 \text{ mg/kg}$	$0,02 < ML < 0,1 \text{ mg/kg}$	$ML \geq 0,1 \text{ mg/kg}$
		$\leq ML$	$\leq \text{due terzi del } ML$	$\leq \text{un quinto del } ML$
	Cadmio, mercurio	$ML \leq 0,02 \text{ mg/kg}$	$0,02 < ML < 0,1 \text{ mg/kg}$	$ML \geq 0,1 \text{ mg/kg}$
		$\leq \text{due quinti del } ML$	$\leq \text{due quinti del } ML$	$\leq \text{un quinto del } ML$
	Arsenico inorganico e arsenico totale	$ML \leq 0,03 \text{ mg/kg}$	$0,03 < ML < 0,1 \text{ mg/kg}$	$ML \geq 0,1 \text{ mg/kg}$
		$\leq ML$	$\leq \text{due terzi del } ML$	$\leq \text{due terzi del } ML$

▼M3

- b) Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per 3-monocloro-1,2-propandiolo (3-MCPD), 3-MCPD esteri degli acidi grassi e glicidil esteri degli acidi grassi:

— Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per il 3-MCPD negli alimenti di cui al punto 4.1 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006

Tabella 6a

Parametro	Criterio
Applicabilità	Alimenti di cui al punto 4.1 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro
Bianchi di campo	Inferiore al LOD
Ripetibilità (RSD _r)	0,66 volte l'RSD _R come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Riproducibilità (RSD _R)	Come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Recupero	75-110 %
Limite di rilevazione (LOD)	$\leq 5 \text{ } \mu\text{g/kg}$ (sulla base della materia secca)
Limite di quantificazione (LOQ)	$\leq 10 \text{ } \mu\text{g/kg}$ (sulla base della materia secca)

▼M3

- Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per il 3-MCPD negli alimenti di cui al punto 4.3 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006

Tabella 6b

Parametro	Criterio
Applicabilità	Alimenti di cui al punto 4.3 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro
Bianchi di campo	Inferiore al LOD
Ripetibilità (RSD _r)	0,66 volte l'RSD _R come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Riproducibilità (RSD _R)	Come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Recupero	75-110 %
Limite di rilevazione (LOD)	≤ 7 µg/kg
Limite di quantificazione (LOQ)	≤ 14 µg/kg

- Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per i 3-MCPD esteri degli acidi grassi, espressi come 3-MCPD, negli alimenti di cui al punto 4.3 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006

Tabella 6c

Parametro	Criterio
Applicabilità	Alimenti di cui al punto 4.3 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro
Ripetibilità (RSD _r)	0,66 volte l'RSD _R come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Riproducibilità (RSD _R)	Come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Recupero	70-125 %
Limite di rilevazione (LOD)	Tre decimi del LOQ
Limite di quantificazione (LOQ) per gli alimenti di cui ai punti 4.3.1 e 4.3.2	≤ 100 µg/kg negli oli e nei grassi
Limite di quantificazione (LOQ) per gli alimenti di cui ai punti 4.3.3 e 4.3.4 con un tenore di grassi < 40 %	≤ due quinti del ML
Limite di quantificazione (LOQ) per gli alimenti di cui al punto 4.3.4 con un tenore di grassi ≥ 40 %	≤ 15 µg/kg grassi

- Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per i glicidil esteri degli acidi grassi, espressi come glicidolo, negli alimenti di cui al punto 4.2 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006

▼M3

Tabella 6d

Parametro	Criterio
Applicabilità	Alimenti di cui al punto 4.2 dell'allegato del regolamento (CE) n. 1881/2006
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro
Ripetibilità (RSD_r)	0,66 volte l' RSD_R come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Riproducibilità (RSD_R)	Come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Recupero	70-125 %
Limite di rilevazione (LOD)	Tre decimi del LOQ
Limite di quantificazione (LOQ) per gli alimenti di cui ai punti 4.2.1 e 4.2.2	$\leq 100 \mu\text{g/kg}$ negli oli e nei grassi
Limite di quantificazione (LOQ) per gli alimenti di cui al punto 4.2.3 con un tenore di grassi $< 65\%$ e al punto 4.2.4 con un tenore di grassi $< 8\%$	\leq due quinti del ML
Limite di quantificazione (LOQ) per gli alimenti di cui al punto 4.2.3 con un tenore di grassi $\geq 65\%$ e al punto 4.2.4 con un tenore di grassi $\geq 8\%$	$\leq 31 \mu\text{g/kg}$ grassi

▼M1

- 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.

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_r)	$HORRAT_r$ meno di 2
Riproducibilità (RSD_R)	$HORRAT_R$ meno di 2
Recupero	50-120 %
LOD	$\leq 0,30 \mu\text{g/kg}$ per ognuna delle quattro sostanze
LOQ	$\leq 0,90 \mu\text{g/kg}$ per ognuna delle quattro sostanze

▼M3

- d) Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per l'acrilammide:

Tabella 8

Parametro	Criterio
Applicabilità	Tutti gli alimenti
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro
Bianchi di campo	Inferiore al limite di rilevazione (LOD)
Ripetibilità (RSD_r)	0,66 volte il RSD_R come derivato dall'equazione di Horwitz (modificata)
Riproducibilità (RSD_R)	Come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Recupero	75-110 %
Limite di rilevazione (LOD)	Tre decimi del LOQ
Limite di quantificazione (LOQ)	Per alimenti con livello di riferimento $< 125 \mu\text{g/kg}$: \leq due quinti del livello di riferimento (tuttavia non è necessario che sia inferiore a 20 $\mu\text{g/kg}$) Per alimenti con livello di riferimento $\geq 125 \mu\text{g/kg}$: $\leq 50 \mu\text{g/kg}$

- e) Criteri di prestazione relativi ai metodi di analisi per il perclorato:

Tabella 9

Parametro	Criterio
Applicabilità	Tutti gli alimenti
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro
Ripetibilità (RSD_r)	0,66 volte l' RSD_R come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Riproducibilità (RSD_R)	Come derivata dall'equazione di Horwitz (modificata)
Recupero	70-110 %
Limite di rilevazione (LOD)	Tre decimi del LOQ
Limite di quantificazione (LOQ)	\leq due quinti del ML

- f) Note relative ai criteri di prestazione:

L'equazione di Horwitz ⁽¹⁾ (per concentrazioni $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) e l'equazione di Horwitz modificata ⁽²⁾ (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 $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

⁽¹⁾ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem., 63, 1980, pagg. 1344-1354.

⁽²⁾ M. Thompson, Analyst, 125, 2000, pagg. 385-386.

▼M3

in cui:

- RSD_R è la deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità $[(s_R/x) \times 100]$
- C è il tasso di concentrazione (ovvero $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1000 \text{ mg}/\text{kg}$). L'equazione di Horwitz modificata si applica alle concentrazioni $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

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

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

in cui:

- RSD_R è la deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità $[(s_R/x) \times 100]$
- C è il tasso di concentrazione (ovvero $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1000 \text{ mg}/\text{kg}$). L'equazione di Horwitz si applica alle concentrazioni $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

▼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 ⁽¹⁾ 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_f) inferiore alla massima incertezza di misura standard calcolata mediante la seguente formula:

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

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 ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- α è un fattore numerico che dipende dal valore di C . I valori da utilizzare sono riportati nella ▶M3 tabella 10 ◀.

▼M3

Tabella 10

▼M1

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

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

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

▼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» (¹).

▼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.

▼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» (²).

▼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.

(¹) http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

(²) http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

▼B

D.2.3. Applicabilità

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