

**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****(Testo rilevante ai fini del SEE)**

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

HA ADOTTATO LA PRESENTE DIRETTIVA:

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

*Articolo 1*

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

Gli Stati membri adottano le misure necessarie per garantire che il campionamento destinato al controllo ufficiale dei livelli di benzo(a)pirene nelle derrate alimentari venga effettuato conformemente ai metodi descritti nell'allegato I della presente direttiva.

*Articolo 2*

considerando quanto segue:

Gli Stati membri adottano le misure necessarie per garantire che la preparazione dei campioni e i metodi d'analisi utilizzati per i controlli ufficiali dei livelli di benzo(a)pirene nei prodotti alimentari sono conformi ai criteri descritti nell'allegato II della presente direttiva.

*Articolo 3*

(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 <sup>(2)</sup>, stabilisce il tenore massimo di benzo(a)pirene e fa riferimento a disposizioni che indicano i metodi di campionamento e di analisi da utilizzare.

Gli Stati membri adottano le disposizioni legislative, regolamentari e amministrative necessarie per conformarsi alla presente direttiva entro 12 mesi dalla sua pubblicazione. Essi comunicano immediatamente alla Commissione i testi di tali disposizioni e una tabella di corrispondenza tra queste ultime e la presente direttiva.

(2) La direttiva 93/99/CEE del Consiglio, del 29 ottobre 1993, riguardante le misure supplementari in merito al controllo ufficiale dei prodotti alimentari <sup>(3)</sup>, introduce un sistema di norme di qualità per i laboratori incaricati dagli Stati membri di effettuare il controllo ufficiale dei prodotti alimentari.

Le disposizioni adottate dagli Stati membri conterranno un riferimento alla presente direttiva o saranno corredate da tale riferimento all'atto della pubblicazione ufficiale. Gli Stati membri stabiliscono come formulare il suddetto riferimento.

*Articolo 4*

(3) Si ritiene opportuno definire criteri generali, cui devono conformarsi i metodi di analisi, onde garantire che i laboratori incaricati del controllo ufficiale usino una metodologia con livelli di prestazioni comparabili. Si ritiene inoltre molto importante che i risultati delle analisi siano riportati e interpretati in modo uniforme onde garantire un'applicazione armonizzata. Queste norme d'interpretazione vanno applicate ai risultati delle analisi relative al campione destinato al controllo ufficiale. Nel caso di analisi a fini di ricorso o arbitraggio, si applica la normativa nazionale.

La presente direttiva entra in vigore il ventesimo giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta ufficiale dell'Unione europea*.

Gli Stati membri sono destinatari della presente direttiva.

(4) Le misure previste nella presente direttiva sono conformi al parere del comitato permanente per la catena alimentare e la salute degli animali,

Fatto a Bruxelles, il 4 febbraio 2005.

*Per la Commissione*  
Markos KYPRIANOU  
*Membro della Commissione*

<sup>(1)</sup> GU L 372 del 31.12.1985, pag. 50. Direttiva modificata dal regolamento (CE) n. 1882/2003 del Parlamento europeo e del Consiglio (GU L 284 del 31.10.2003, pag. 1).

<sup>(2)</sup> GU L 77 del 16.3.2001, pag. 1. Regolamento modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 208/2005 (cfr. pag. 3 della presente Gazzetta ufficiale).

<sup>(3)</sup> GU L 290 del 24.11.1993, pag. 14. Direttiva modificata dal regolamento (CE) n. 1882/2003 del Parlamento europeo e del Consiglio.

## ALLEGATO I

**METODI DI CAMPIONAMENTO PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI BENZO(A)PIRENE NELLE DERRATE ALIMENTARI****1. Finalità e campo di applicazione**

I campioni destinati ai controlli ufficiali del tenore di benzo(a)pirene nei prodotti alimentari vengono prelevati conformemente alla metodologia descritta qui di seguito. I campioni globali così ottenuti sono considerati rappresentativi dei lotti. La conformità al tenore massimo fissato nel regolamento (CE) n. 466/2001 viene stabilita sulla base dei livelli determinati nei campioni di laboratorio.

**2. Definizioni**

«Partita»: quantità identificabile di una derrata alimentare, oggetto di una consegna e per la quale il funzionario responsabile ha stabilito che presenta caratteristiche comuni, quali l'origine, la varietà, il tipo d'imballaggio, il confezionatore dell'imballaggio, lo speditore o i contrassegni.

«Sottopartita»: parte designata di una partita al fine di applicare il metodo di campionamento sulla parte in questione; ciascuna sottopartita deve essere separata fisicamente e identificabile.

«Campione elementare»: quantitativo di materiale prelevato da un solo punto della partita o della sottopartita.

«Campione globale»: totale di tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o dalla 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 il campionamento e la preparazione dei campioni occorre adottare precauzioni per evitare qualsiasi alterazione che possa modificare il tenore di benzo(a)pirene, 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.

**3.5. Preparazione del campione globale**

Il campione globale è costituito da tutti i campioni elementari. Il campione globale viene omogeneizzato in laboratorio, salvo il caso in cui questo sia in contrasto con l'attuazione del punto 3.6.

**3.6. Repliche dei campioni di laboratorio**

Le repliche dei campioni di laboratorio destinati all'esecuzione dei controlli, ai ricorsi e all'arbitraggio sono prelevati dal campione globale omogeneizzato, salvo il caso in cui tale procedura sia in contrasto con le norme in vigore nello Stato membro.

**3.7. Confezionamento e inoltro dei campioni**

Ciascun campione globale va 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. Si prendono inoltre tutte le necessarie precauzioni per evitare alterazioni della composizione del campione che potrebbero verificarsi durante il trasporto o il deposito.

**3.8. Sigillatura ed etichettatura dei campioni**

Ciascun campione prelevato per uso ufficiale viene sigillato sul luogo del prelievo e identificato secondo le disposizioni vigenti nello Stato membro.

Per ciascun prelievo si redige un verbale di campionamento, che consente di identificare con certezza la partita dal quale è stato prelevato, la data e il luogo di campionamento, nonché qualsiasi altra informazione supplementare che possa essere utile all'analista.

#### 4. Modalità di campionamento

Il metodo di campionamento applicato deve garantire che il campione globale sia rappresentativo della partita che deve essere controllata.

##### 4.1. Numero di campioni elementari

Nel caso degli oli, per i quali è lecito presumere una distribuzione omogenea del benzo(a)pirene nella partita, è sufficiente prelevare un campione elementare per partita per costituire il campione globale. Occorre indicare il riferimento al numero della partita. Per quanto riguarda l'olio d'oliva e l'olio di sansa si rimanda al regolamento (CE) n. 1989/2003 della Commissione<sup>(1)</sup> per ulteriori informazioni sul campionamento.

Per altri prodotti il numero minimo di campioni elementari da prelevare per partita è indicato nella tabella 1. I campioni elementari avranno peso analogo, non inferiore a 100 g ciascuno, formando un campione globale di peso non inferiore ai 300 g (cfr. punto 3.5).

TABELLA 1

#### Numero minimo di campioni elementari da prelevare dalla partita

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

Se la partita è composta da 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 è composta da confezioni singole

Numero di confezioni o unità nella partita o sottopartita	Numero di confezioni o unità da prelevare
da 1 a 25	1 confezione o unità
da 26 a 100	circa il 5 % o almeno 2 confezioni o unità
> 100	circa il 5 %, al massimo 10 confezioni o unità

##### 4.2. Campionamento a livello di vendita al dettaglio

Il campionamento dei prodotti alimentari a livello di vendita al dettaglio deve essere effettuato ove possibile conformemente alle disposizioni indicate prima. Nel caso in cui questo non sia possibile, si possono adottare altre procedure di campionamento efficaci, a condizione che garantiscano una sufficiente rappresentatività della partita oggetto del campionamento.

#### 5. Conformità della partita o sottopartita alle specifiche

Il laboratorio di controllo deve sottoporre il campione di laboratorio destinato a provvedimenti di esecuzione a doppia analisi, nei casi in cui i risultati ottenuti dalla prima analisi siano meno del 20 % inferiori o superiori al livello massimo, e in tali casi calcolare la media dei risultati.

La partita è ritenuta conforme, qualora il risultato della prima analisi o, laddove si sia rivelata necessaria una doppia analisi, qualora la media non superi il rispettivo tenore massimo [stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001], tenendo conto degli opportuni margini di errore.

La partita non risulta conforme al tenore massimo [stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001], qualora il risultato della prima analisi o, laddove si sia rivelata necessaria una doppia analisi, qualora la media superi il tenore massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenuto conto degli opportuni margini di errore.

<sup>(1)</sup> GU L 295 del 13.11.2003, pag. 57.

## ALLEGATO II

**PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E CRITERI PER I METODI DI ANALISI UTILIZZATI NEL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI BENZO(A)PIRENE NELLE DERRATE ALIMENTARI**

**1. Precauzioni e considerazioni di natura generale relativamente alla presenza di benzo(a)pirene nei campioni di prodotti alimentari**

Il requisito fondamentale consiste nell'ottenere un campione di laboratorio rappresentativo ed omogeneo senza introdurre contaminazioni secondarie.

L'analista dovrebbe garantire che i campioni non siano contaminati durante la preparazione del campione stesso. I contenitori devono essere risciacquati con acetone purissimo o esano (p.A., qualità HPLC o equivalente) prima dell'uso, onde minimizzare il rischio di contaminazione. Nella misura del possibile gli apparecchi che entrano in contatto con il campione devono essere formati da materiali inerti, ad esempio alluminio, vetro o acciaio inossidabile lucidato. È opportuno evitare le materie plastiche quali polipropilene, PTFE, ecc., poiché l'analita può essere assorbito da questi materiali.

Tutto il materiale di campionamento ricevuto dal laboratorio deve essere utilizzato per la preparazione di materiale da analizzare. Soltanto i campioni ben omogeneizzati permettono di ottenere risultati riproducibili.

Per la preparazione dei campioni possono essere utilizzate numerose procedure specifiche soddisfacenti.

**2. Trattamento del campione ricevuto nel laboratorio**

Il campione globale completo viene macinato finemente (se del caso) e attentamente miscelato con un metodo che garantisce una completa omogeneizzazione.

**3. Suddivisione dei campioni destinati all'esecuzione dei provvedimenti e a scopi di difesa**

Le repliche di campioni destinati all'esecuzione dei controlli, ai ricorsi e all'arbitraggio sono prelevati dal campione omogeneizzato, salvo il caso in cui tale procedura sia contraria alle norme sul campionamento in vigore nello Stato membro.

**4. Metodo d'analisi utilizzato dal laboratorio e requisiti del laboratorio in materia di controllo**

**4.1. Definizioni**

Qui di seguito indichiamo alcune delle definizioni utilizzate più comunemente che il laboratorio dovrà usare.

$r =$  Ripetibilità: valore al di sotto del quale la differenza assoluta fra i risultati di due test individuali, ottenuti in condizioni di ripetibilità (vale a dire, lo stesso campione, lo stesso operatore, lo stesso apparecchio, lo stesso laboratorio e un breve intervallo di tempo), dovrebbe collocarsi entro una percentuale specifica di probabilità (di solito 95%), pertanto  $r = 2.8 \times s_r$ .

$s_r =$  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 è possibile che la differenza assoluta fra i risultati di test individuali, ottenuti in condizioni di riproducibilità (vale a dire, per un prodotto identico, ottenuto da operatori in laboratori diversi utilizzando il metodo standard di test), si collochi entro una certa percentuale di probabilità (solitamente il 95%);  $R = 2.8 \times s_R$ .

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

$RSD_R =$  Deviazione standard relativa, calcolata a partire da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ , in  $\bar{x}$  rappresenta la media dei risultati per tutti i laboratori e campioni.

$HORRAT_r =$   $RSD_r$  osservata, divisa per il valore di  $RSD_r$  stimato a partire dall'equazione di Horwitz (1), supponendo  $r = 0.66R$ .

$HORRAT_R =$  Valore osservato di  $RSD_R$  diviso per il valore calcolato di  $RSD_R$  a partire dall'equazione di Horwitz.

$U =$  Incertezza ampliata, utilizzando un coefficiente di copertura di 2 che determina un livello di affidabilità del 95% circa.

4.2. *Requisiti generali*

I metodi di analisi utilizzati per il controllo degli alimenti devono essere conformi alle disposizioni dei punti 1 e 2 dell'allegato della direttiva 85/591/CEE del Consiglio.

4.3. *Requisiti specifici*

Nel caso in cui a livello comunitario non siano indicati metodi specifici per la determinazione del tenore di benzo(a)pirene nei prodotti alimentari, i laboratori possono scegliere qualsiasi metodo convalidato, purché sia conforme ai criteri che figurano nella tabella. Sarebbe opportuno che la convalida comprendesse il materiale di riferimento certificato.

TABELLA

**Criteri relativi alle prestazioni per i metodi di analisi del benzo(a)pirene**

Parametro	Valore/Osservazione
Applicabilità	Alimenti specificati nel regolamento (CE) n. .../2005
Limite d'individuazione	Non oltre 0,3 µg/kg
Limite di quantificazione	Non oltre 0,9 µg/kg
Precisione	Valori HORRAT <sub>T</sub> o HORRAT <sub>R</sub> inferiori a 1,5 nella prova di convalida collettiva
Recupero	50 %-120 %
Specificità	Nessuna interferenza proveniente dalla matrice o spettrale, verifica dell'individuazione positiva

4.3.1. *Criteri relativi alle prestazioni — Approccio della funzione d'incertezza*

Per valutare l'adeguatezza del metodo di analisi che il laboratorio deve utilizzare è tuttavia possibile un'impostazione basata sull'incertezza. Il laboratorio può usare un metodo che produca risultati che comportano un'incertezza massima normalizzata. L'incertezza massima normalizzata può essere calcolata utilizzando la seguente formula:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0.2C)^2]}$$

dove:

$U_f$  rappresenta l'incertezza massima normalizzata,

$LOD$  è il limite d'individuazione del metodo,

$C$  è la concentrazione d'interesse.

Se un metodo d'analisi fornisce risultati che presentano livelli d'incertezza inferiori all'incertezza massima normalizzata, questo metodo sarà altrettanto valido di quello che è conforme alle caratteristiche indicate nella tabella.

4.4. *Calcolo del tasso di recupero e registrazione dei risultati*

Il risultato delle analisi va riportato, corretto o meno, ai fini di un recupero. Le modalità di registrazione e il tasso di recupero devono essere indicati. I risultati d'analisi corretti a titolo di recupero sono utilizzati per verificare la conformità (cfr. allegato I, punto 5).

L'analista deve tener conto della relazione della Commissione europea sul rapporto fra i risultati d'analisi, la misura dell'incertezza, i fattori di recupero e le disposizioni della legislazione comunitaria relativa alle derrate alimentari (2).

Il risultato d'analisi deve essere riportato come  $x \pm U$ , dove  $x$  rappresenta il risultato d'analisi e  $U$  l'incertezza della misurazione.

4.5. *Norme di qualità applicabili ai laboratori*

I laboratori devono conformarsi alle disposizioni della direttiva 93/99/CEE.

4.6. *Altre considerazioni relative alle analisi***Controllo della competenza**

Partecipazione a programmi di controllo della competenza conformi all'«International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories» (3) elaborati a cura dell'IUPAC/ISO/AOAC.

**Controllo interno della qualità**

I laboratori devono poter dimostrare l'applicazione di procedure di controllo interno della qualità. Esempi delle procedure sono riportati in «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» (4).

## RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

1. W. Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», *Anal. Chem.*, 1982, **54**, 67A-76A.
  2. «European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation», 2004  
([http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index\\_en.htm](http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm)).
  3. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Edited by M Thompson and R Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1993, **65**, 2123-2144 (Also published in *J. AOAC International*, 1993, **76**, 926).
  4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Edited by M Thompson and R Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, **67**, 649-666.
-