

**DECRETO MINISTERO DELLA  
SALUTE 17 novembre 2004  
Recepimento della direttiva  
2003/78/CE della Commissione  
dell'11 agosto 2003, relativa ai  
metodi di campionamento e di  
analisi per il controllo ufficiale dei  
tenori di patulina nei prodotti  
alimentari.**

in G.U. n. 9 del 13-1-2005

**sommario**

Art. 1.....	1
<b>Allegato I METODI DI CAMPIONAMENTO PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEI TENORI DI PATULINA IN TALUNI PRODOTTI ALIMENTARI. .... 1</b>	
1. Oggetto e campo d'applicazione. ....	2
2. Definizioni.....	2
2.1 Partita: .....	2
2.2 Sottopartita: .....	2
2.3 Campione elementare: .....	2
2.4 Campione globale:.....	2
2.5 Campione di laboratorio: .....	2
2.6 Aliquota: .....	2
3. Disposizioni generali. ....	2
3.1. Personale. ....	2
3.2. Prodotto da campionare. ....	2
3.3. Precauzioni da prendere.....	2
3.4. Preparazione dei campioni elementari. ....	2
3.5. Preparazione del campione globale. ....	2
3.6. Preparazione del campione di laboratorio. ....	2
3.7. Preparazione delle aliquote.....	2
3.8. Sigillatura ed etichettatura delle aliquote. ....	2
4. Modalità di prelievo di campioni.....	2
4.1. Numero dei campioni elementari.....	2
5. Conformità della partita o sottopartita alle norme.....	3
<b>Allegato II PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E CRITERI RELATIVI AI METODI DI ANALISI IMPIEGATI NEL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI PATULINA IN ALCUNI PRODOTTI ALIMENTARI..... 3</b>	
1. Precauzioni. ....	3
2. Trattamento del campione globale.....	3
3. Suddivisione del campione globale in aliquote. ....	3
4. Metodo di analisi che dovrà essere utilizzato dal laboratorio e modalità di controllo del laboratorio stesso.....	3
4.1. Definizioni.....	3
4.2 Requisiti generali.....	4

4.3 Requisiti specifici. ....	4
4.4. Calcolo del fattore di recupero. ....	4
4.5. Qualità dei laboratori. ....	4

IL MINISTRO DELLA SALUTE

Vista la direttiva 2003/78/CE della Commissione dell'11 agosto 2003 che stabilisce i metodi di campionamento e d'analisi per il controllo ufficiale dei tenori di patulina nei prodotti alimentari;

Visto il regolamento (CE) n. 466/2001 della Commissione dell'8 marzo 2001 che definisce i tenori massimi di taluni contaminanti presenti nelle derrate alimentari;

Visto il regolamento (CE) n. 1425/2003 della Commissione dell'11 agosto 2003 recante modifica del regolamento (CE) n. 466/2001 per quanto riguarda la patulina;

Visto il regolamento (CE) n. 455/2004 della Commissione dell'11 marzo 2004 che modifica il regolamento (CE) n. 466/2001 per quanto riguarda la patulina;

Visto l'art. 21 della legge 30 aprile 1962, n. 283;

Visto il decreto del Presidente della Repubblica 26 marzo 1980, n. 327 ed in particolare l'art. 9;

Ritenuto di dover recepire nell'ordinamento nazionale le disposizioni che formano oggetto della direttiva sopraccitata;

Visto il parere della Commissione per la determinazione dei metodi ufficiali di analisi di cui all'art. 21, della legge 30 aprile 1962, n. 283, espresso nella seduta del 7 settembre 2004;

Decreta:

**Art. 1.**

Il controllo ufficiale dei tenori massimi ammissibili di patulina nei prodotti alimentari deve essere effettuato secondo i metodi di campionamento e di analisi riportati negli allegati al presente decreto, parte integrante dello stesso.

Il presente decreto sarà trasmesso alla Corte dei conti per la registrazione e sarà pubblicato nella Gazzetta Ufficiale della Repubblica italiana.

Roma, 17 novembre 2004

Il Ministro: Sirchia

Registrato alla Corte dei conti il 17 dicembre 2004

Ufficio di controllo preventivo sui Ministeri dei servizi alla persona e dei beni culturali, registro n. 6, foglio n. 354

***Allegato I METODI DI  
CAMPIONAMENTO PER IL  
CONTROLLO UFFICIALE DEI  
TENORI DI PATULINA IN  
TALUNI PRODOTTI  
ALIMENTARI.***

## **1. Oggetto e campo d'applicazione.**

I campioni destinati al controllo ufficiale dei tenori di patulina nei prodotti alimentari devono essere prelevati secondo le modalità di seguito indicate. I campioni globali così ottenuti sono considerati rappresentativi delle partite o sottopartite da cui sono stati prelevati. La conformità delle partite, per quanto si riferisce al tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 1425/2003 e successive modifiche è determinata in funzione dei tenori riscontrati nelle aliquote analizzate.

## **2. Definizioni.**

### **2.1 Partita:**

quantitativo di prodotto alimentare identificabile, consegnato in un'unica volta, per il quale è stata accertata, dall'addetto al controllo ufficiale, la presenza di caratteristiche comuni, quali l'origine, la varietà, il tipo di imballaggio, il confezionatore, lo spedizioniere o la marcatura.

### **2.2 Sottopartita:**

porzione di una partita designata per l'applicazione delle modalità di prelievo. Ciascuna sottopartita deve essere fisicamente separata e identificabile.

### **2.3 Campione elementare:**

quantitativo di materiale prelevato in un solo punto della partita o della sottopartita.

### **2.4 Campione globale:**

campione ottenuto riunendo tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o dalla sottopartita.

### **2.5 Campione di laboratorio:**

campione destinato al laboratorio, ricavato dal campione globale, da suddividere in cinque aliquote da destinare alle analisi.

### **2.6 Aliquota:**

porzione ottenuta dal campione di laboratorio e corrispondente ad un quinto del campione di laboratorio.

## **3. Disposizioni generali.**

### **3.1. Personale.**

Il prelievo dei campioni deve essere effettuato da personale qualificato che deve operare secondo le modalità del presente allegato.

### **3.2. Prodotto da campionare.**

Ciascuna partita da controllare è oggetto di campionamento separato.

### **3.3. Precauzioni da prendere.**

Durante il campionamento e la preparazione dei campioni di laboratorio è necessario evitare qualsiasi condizione che possa modificare il tenore di patulina e compromettere l'analisi o la rappresentatività del campione globale.

### **3.4. Preparazione dei campioni elementari.**

I campioni elementari devono essere prelevati, per quanto possibile, in vari punti distribuiti casualmente nella 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 deve avere il peso di almeno un chilo, a meno che ciò non sia possibile, come nel caso di campionamento di prodotti alimentari in confezioni singole. In quest'ultimo caso si applicano le disposizioni della tabella 2.

### **3.6. Preparazione del campione di laboratorio.**

Il campione di laboratorio deve essere suddiviso in aliquote uguali conformemente alle disposizioni di cui ai punti 3.7 e 3.8 del presente allegato.

### **3.7. Preparazione delle aliquote.**

Le dimensioni di ciascuna aliquota devono essere tali da consentire almeno lo svolgimento di analisi in duplicato.

Ogni aliquota deve essere collocata in un recipiente pulito, di materiale inerte, che la protegga adeguatamente contro qualsiasi fattore di contaminazione, da perdita di analiti per assorbimento nella parete interna del recipiente e dai danni che potrebbero essere causati dal trasporto o dalla conservazione.

### **3.8. Sigillatura ed etichettatura delle aliquote.**

Ogni aliquota viene sigillata sul luogo del prelievo e identificata secondo le modalità del decreto del Presidente della Repubblica n. 327/1980. 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 metodo di prelievo applicato deve assicurare che il campione globale sia rappresentativo della partita che deve essere controllata.

### **4.1. Numero dei campioni elementari.**

Il peso del campione globale deve essere almeno di 1 kg (cfr. punto 3.5). Il numero minimo di campioni elementari da prelevare da una partita è indicato nella tabella 1. Nel caso di prodotti liquidi la partita possibilmente deve essere mescolata in modo accurato, con mezzi manuali o meccanici, immediatamente prima del prelievo. In tal caso si può presumere che la patulina sia distribuita omogeneamente all'interno della partita. Pertanto è sufficiente prelevare tre campioni elementari per formare il campione globale. I campioni elementari devono avere un peso analogo. Il peso di un campione elementare deve essere almeno 100 grammi e dipende dalle dimensioni dei componenti della partita.

Qualsiasi deroga a tale norma va segnalata nel verbale di cui al punto 3.8.

**Tabella 1**

Numero minimo di campioni elementari da prelevare 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 è costituita 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 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 a un massimo di 10 confezioni o unità

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

Se il risultato della prima analisi è meno del 20% superiore o inferiore al tenore massimo, il laboratorio di controllo effettua una ripetizione dell'analisi e calcola la media dei risultati.

La partita è conforme se il risultato della prima analisi è di oltre il 20% inferiore al tenore massimo o, qualora si effettui una ripetizione di analisi, se la media è conforme al tenore massimo stabilito dal regolamento 1425/2003 e successive modifiche, tenendo conto dell'incertezza delle misurazioni e delle correzioni di recupero.

La partita non è conforme al tenore massimo stabilito dal regolamento 1425/2003 e successive modifiche, se la media corretta per il recupero supera il tenore massimo oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza delle misurazioni.

## Allegato II PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E CRITERI

## RELATIVI AI METODI DI ANALISI IMPIEGATI NEL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI PATULINA IN ALCUNI PRODOTTI ALIMENTARI.

### 1. Precauzioni.

Poiché la distribuzione della patulina in alcuni prodotti alimentari potrebbe non essere omogenea, i campioni devono essere preparati e soprattutto omogeneizzati con la massima cura.

### 2. Trattamento del campione globale.

Il campione globale viene macinato finemente e accuratamente e mescolato, utilizzando un metodo che garantisca una omogeneizzazione completa.

### 3. Suddivisione del campione globale in aliquote.

Si applicano le modalità previste dal decreto del Presidente della Repubblica 27 marzo 1980, n. 327.

## 4. Metodo di analisi che dovrà essere utilizzato dal laboratorio e modalità di controllo del laboratorio stesso.

### 4.1. Definizioni.

Alcune delle definizioni più comunemente usate che il laboratorio dovrà utilizzare sono riportate qui di seguito.

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

$S(\text{base})_r$  = Deviazione standard, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità.

$RSD(\text{base})_r$  = Deviazione standard relativa, calcolata sulla base di risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità  $[(S(\text{base})_r / \bar{x}) \cdot 100]$  in cui  $\bar{x}$  rappresenta la media dei risultati relativi a tutti i laboratori e a tutti i campioni.

$R$  = Riproducibilità, valore al di sotto del quale ci si aspetta che la differenza assoluta tra i risultati di prove singole ottenuti in condizioni di riproducibilità (ossia su materiale identico ottenuto dagli operatori in diversi laboratori che usano il metodo di prova normalizzato) rientri nell'ambito di una certa probabilità (normalmente del 95%); in altre parole  $R = 2,8 \cdot S(\text{base})_R$ .

$S(\text{base})_R$  = Deviazione standard, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.

RSD(base)R = Deviazione standard relativa, calcolata sulla base di risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità  $[(S(\text{base})R / x) \cdot 100]$ .

#### 4.2 Requisiti generali.

I metodi di analisi utilizzati per il controllo dei prodotti alimentari devono essere conformi alle disposizioni di cui ai punti 1 e 2 dell'allegato della direttiva 85/591/CEE del Consiglio, del 20 dicembre 1985, concernente l'istituzione di modalità di prelievo dei campioni e di metodi d'analisi comunitari per il controllo dei prodotti destinati all'alimentazione umana.

#### 4.3 Requisiti specifici.

Se a livello comunitario non è prescritto alcun metodo specifico per la determinazione del tenore di patulina nei prodotti alimentari, i laboratori sono liberi di applicare il metodo che preferiscono a condizione che esso rispetti i seguenti criteri:

Tenore (micro) g/kg		Patulina	
	RSD (base)r %	RSD (base)R %	Recupero %
< 20	<= 30	<= 40	da 50 a 120
20 – 50	<= 20	<= 30	da 75 a 105
> 50	<= 15	<= 25	da 75 a 105

I limiti di rilevazione dei metodi impiegati non sono indicati, dato che i valori di precisione sono espressi per le concentrazioni che presentano interesse.

I valori di precisione sono calcolati partendo dall'equazione di Horwitz:

$RSD(\text{base})R = 2(\text{elevato})(1-0,5\log C)$  dove:

RSDR' è la derivazione standard relativa, calcolata sulla base di risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità  $[(S(\text{base})r / x) \cdot 100]$ .

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

Si tratta di un'equazione generale di precisione che si è dimostrata indipendente dagli analiti e dalla matrice e dipendente unicamente dalla concentrazione per la maggior parte dei metodi d'analisi consueti.

#### 4.4. Calcolo del fattore di recupero.

Il risultato analitico viene riportato, in forma corretta o meno per il fattore di recupero. Devono essere indicati il modo in cui è stato espresso il risultato analitico e il fattore di recupero.

#### 4.5. Qualità dei laboratori.

I laboratori devono conformarsi alle disposizioni del decreto legislativo del 26 maggio 1997, n. 156 riguardante misure supplementari in merito al controllo ufficiale dei prodotti alimentari.

## note

*Id.1.070*