

## DECRETO 4 marzo 2005

**Recepimento della direttiva 2004/16/CE della Commissione del 12 febbraio 2004, che fissa le modalita' di prelievo dei campioni e i metodi di analisi per il controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari confezionati in contenitori di metallo.**

**Gazzetta Ufficiale n. 118 del 23-5-2005**

IL MINISTRO DELLA SALUTE

Vista la direttiva 2004/16/CE della Commissione del 12 febbraio 2004 che fissa le modalita' di prelievo dei campioni e i metodi di analisi per il controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari in scatola;

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. 242/2004 della Commissione del 12 febbraio 2004 recante modifica del regolamento CE n. 466/2001 per quanto riguarda la presenza di stagno inorganico nelle derrate alimentari;

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;

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 29 novembre 2004;

Decreta:

### **Art. 1.**

1. Il controllo ufficiale dei tenori di stagno nei prodotti alimentari confezionati in contenitori di metallo deve essere effettuato secondo i metodi di campionamento e di analisi riportati negli allegati al presente decreto, parte integrante dello stesso.

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

Roma, 4 marzo 2005

Il Ministro: Sirchia

Registrato alla Corte dei conti il 6 maggio 2005

Ufficio di controllo preventivo sui Ministeri dei servizi alla persona e dei beni culturali, registro n. 2, foglio n. 263

### **Allegato 1**

#### **METODI DI PRELIEVO DEI CAMPIONI PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI STAGNO NEI PRODOTTI ALIMENTARI IN CONTENITORI DI METALLO.**

1. Oggetto e campo di applicazione.

I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari confezionati in contenitori di metallo devono essere prelevati secondo le modalita' di seguito elencate. I campioni globali cosi' ottenuti saranno ritenuti rappresentativi della partita. La conformita' con i livelli massimi fissati dal regolamento (CE) n. 242/2004 della Commissione viene stabilita in base al tenore riscontrato nei campioni di laboratorio.

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 e il marchio.

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 stagno 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.

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

##### 4.1. Numero di campioni elementari.

Il numero minimo di campioni elementari da prelevare dalla partita è indicato nella tabella I.

Tabella 1

Numero di confezioni (campioni elementari) da prelevare

Numero di confezioni della partita	Numero di confezioni
1 - 25	almeno 1 confezione
26 - 100	almeno 2 confezioni
maggiore di 100	5 confezioni

Se il risultato della prova è inferiore ma vicino al livello massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 242/2004, può essere necessario effettuare ulteriori indagini, tenuto che i tenori si riferiscono al contenuto della singola confezione, ma le analisi sono state effettuate sul campione globale.

##### 4.2. Campionamento a livello del commercio al dettaglio.

Il campionamento dei prodotti alimentari a livello del commercio al dettaglio va effettuato rispettando le disposizioni di cui sopra. Se ciò non fosse possibile, si può ricorrere ad altre procedure di campionamento altrettanto efficaci - purché sia garantita la rappresentatività della partita campionata.

#### 5. Conformità della partita.

Il laboratorio deputato al controllo ufficiale deve effettuare almeno due analisi indipendenti e calcolare la media dei risultati.

La partita è conforme se la media dei risultati, corretti per il fattore di recupero, non supera il tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 242/2004 tenuto conto dell'incertezza di misura.

La partita non è conforme se la media corretta per il recupero supera il tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 242/2004 oltre ogni ragionevole dubbio tenuto conto dell'incertezza di misura.

## **Allegato 2**

### **PREPARAZIONE DEL CAMPIONE E CRITERI RELATIVI AI METODI DI ANALISI IMPIEGATI NEL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI STAGNO NEI PRODOTTI ALIMENTARI CONFEZIONATI IN CONTENITORI DI METALLO.**

#### 1. Precauzioni.

È innanzitutto necessario ottenere un campione di laboratorio (aliquota) rappresentativo ed omogeneo.

L'analista deve assicurarsi che i campioni non si contaminino durante la loro preparazione. Se possibile, è preferibile che le apparecchiature che entrano in contatto con il campione siano fatte

di materiali inerti, per esempio di plastica come polipropilene, PTFE, ecc., e che siano pulite con acido per rendere minimi i rischi di contaminazione. Possono essere usate lame in acciaio inossidabile di alta qualita'.

Esistono numerose procedure specifiche che possono essere utilizzate per la determinazione dello stagno nei prodotti alimentari di cui al regolamento n. 242/2004. Quelle descritte nella norma EN 13804, «Foodstuffs - Determination of Trace Elements - Performance Criteria and General Considerations», CEN, Rue de Stassart 36, 13 - 1050 Brussels, sono soddisfacenti, ma altre possono essere altrettanto valide.

## 2. Trattamento del campione globale.

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

Solo campioni omogeneizzati molto finemente danno risultati riproducibili.

## 3. Suddivisione del campione globale in aliquote.

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

## 4. Metodo delle analisi di laboratorio e requisiti di controllo del laboratorio.

### 4.1. Definizioni.

Alcune delle definizioni piu' comunemente usate che il laboratorio dovra' utilizzare sono indicate qui di seguito:

$r$ = Ripetibilita', valore al di sotto del quale e' lecito presumere che la differenza assoluta fra risultati di singole prove ottenuti in condizioni di ripetibilita' (cioe', stesso campione, stesso operatore, stesso apparecchio, stesso laboratorio, breve intervallo di tempo), rientri in una specifica probabilita' (generalmente il 95%), e quindi  $r = 2,8r \times Sr$

$Sr$ = deviazione standard, calcolata dai risultati ottenuti in condizioni di ripetibilita'.

$RSDr$ = deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di ripetibilita'  $[(Sr/X) \times 100]$ , in cui  $X$  e' la media dei risultati ottenuti.

$R$ = riproducibilita', valore al di sotto del quale e' lecito presumere che la differenza assoluta fra i risultati delle singole prove, ottenute in condizioni di riproducibilita' (cioe', su materiali identici ottenuti da operatori in diversi laboratori, mediante metodo di prova standardizzato) rientri in una specifica probabilita' (generalmente il 95%);  $R = 2,8 \times Sr$ .

$SR$ = deviazione standard, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita'.

$RDSR$ = deviazione standard relativa, calcolata da risultati ottenuti in condizioni di riproducibilita'  $[(SR/X) \times 100]$ .

$HORRATr$ = il valore  $RSDr$  determinato diviso per il valore  $RSDr$  calcolato dall'equazione di Horwitz assumendo  $r = 0,66R$ .

$HORRATR$ = il valore di  $RSDR$  determinato diviso per il valore  $RSDR$  calcolato dall'equazione di Horwitz.

$U$ = l'incertezza ampliata che, applicando un fattore di confidenza di 2, da' un livello di sicurezza del 95% circa.

### 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 modalita' 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 e' prescritto alcun metodo specifico per la determinazione del tenore di stagno nei prodotti alimentari confezionati, i laboratori possono scegliere qualsiasi metodo a condizione che esso rispetti i parametri della tabella 1. L'ideale sarebbe che la convalida comprenda un materiale di riferimento certificato.

Tabella 1

Parametri di riferimento (dei metodi di analisi per lo stagno)

Parametro	Valore/commento
Applicabilita'	Prodotti alimentari di cui al regolamento (CE) n. 242/2004
Limite di rilevazione	Non piu' di 5 mg/kg
Limite di quantificazione	Non piu' di 10 mg/kg
Precisione	Valori di Horrat(base r), o di HORRAT(base R) inferiori a 1,5 nella prova di validazione
Recupero	80%-105% (studi collaborativi)
Specificita'	Senza interferenze di matrice o spettro

#### 4.3.1. Criteri di prestazione.

Per valutare l'idoneita' del metodo d'analisi il laboratorio puo' calcolare l'incertezza massima standard con la seguente formula:

----> [Vedere Formula a pag. 18 della G.U.](#) <----

Uf= incertezza massima standard

LOD= limite di rilevazione del metodo

C= concentrazione che presenta un interesse

Il metodo di analisi puo' essere utilizzato se l'incertezza stimata e' inferiore o uguale all'incertezza massima standard.

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

Il risultato analitico sul rapporto di prova puo' essere riportato, in forma corretta o meno per il fattore di recupero. Devono essere, comunque, indicati il modo in cui e' stato espresso il risultato analitico e il fattore di recupero.

Le prove di recupero possono essere effettuate seguendo le «ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery

Information in Analytical Measurement».

Il risultato dell'analisi va riportato come  $x \pm U$ , in cui  $x$  è il risultato analitico e  $U$  è l'incertezza di misura.

#### 4.5. Norme di qualità del laboratorio.

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.

#### 4.6. Altre considerazioni per l'analisi test di competenza.

Partecipazione ad adeguati programmi di prova della competenza, conformi all'«International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories», sviluppato nell'ambito di IUPAC/ISO/AOAC.

Taluni programmi comprendono specificatamente la determinazione del tenore di stagno nei prodotti alimentari e si raccomanda di partecipare ad essi piuttosto che a programmi generali volti a determinare il tenore dei metalli nei prodotti alimentari.

#### Controlli di qualità interni.

I laboratori devono dimostrare di aver istituito procedimenti interni di controllo della qualità come, ad esempio, le «ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories».

#### Preparazione del campione.

Si porrà la massima cura nel far sì che tutto lo stagno del campione rientri nella soluzione per l'analisi, garantendo, in particolare, che il procedimento di dissoluzione del campione sia tale che nessuna specie idrolizzata  $\text{Sn}^{+4}$  sia precipitata (come l'ossido di stagno  $\text{SnO}_2$ ,  $\text{Sn}(\text{OH})_4$ ,  $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Conservare i campioni preparati in 5 mol/l HCl. Poiché il  $\text{SnCl}_4$  è assai volatile; le soluzioni così ottenute non devono essere portate ad ebollizione.