

DIRETTIVA 2005/38/CE DELLA COMMISSIONE**del 6 giugno 2005****relativa ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale del tenore di tossine di *Fusarium* nei prodotti alimentari****(Testo rilevante ai fini del SEE)**

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

(4) È necessario fissare i criteri generali ai quali si devono conformare i metodi di analisi, affinché i laboratori incaricati dei controlli operino in condizioni comparabili.

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

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

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

HA ADOTTATO LA PRESENTE DIRETTIVA:

Articolo 1

considerando quanto segue:

Gli Stati membri prendono tutte le disposizioni necessarie affinché i campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di tossine di *Fusarium* (desossinivalenol, zearalenone, fumonisine B₁ e B₂ e tossine T-2 e HT-2) nei prodotti alimentari vengano prelevati secondo le modalità descritte nell'allegato I della presente direttiva.

(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 ⁽²⁾ fissa limiti massimi per talune tossine di *Fusarium* in taluni prodotti alimentari.

Articolo 2

Gli Stati membri prendono tutte le disposizioni necessarie affinché la preparazione del campione e il metodo di analisi per il controllo ufficiale del tenore di tossine di *Fusarium* (desossinivalenol, zearalenone, fumonisine B₁ e B₂ e tossine T-2 e HT-2) nei prodotti alimentari siano conformi ai criteri descritti nell'allegato II della presente direttiva.

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

Articolo 3

1. Gli Stati membri mettono in vigore entro il 1° luglio 2006 le disposizioni legislative, regolamentari e amministrative necessarie per conformarsi alla presente direttiva. Essi comunicano immediatamente alla Commissione il testo di tali disposizioni nonché una tavola di concordanza tra queste ultime e la presente direttiva.

(3) Il campionamento è estremamente importante per determinare in modo preciso il tenore di tossine di *Fusarium*, sostanze che si presentano in modo molto eterogeneo in una partita.

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

⁽¹⁾ 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).

⁽²⁾ GU L 77 del 16.3.2001, pag. 1. Regolamento modificato da ultimo dal regolamento (CE) n. 856/2005 (cfr. pag. 3 della presente Gazzetta ufficiale).

⁽³⁾ GU L 186 del 30.6.1989, pag. 23.

⁽⁴⁾ GU L 290 del 24.11.1993, pag. 14. Direttiva modificata dal regolamento (CE) n. 1882/2003.

2. Gli Stati membri comunicano alla Commissione il testo delle disposizioni essenziali di diritto interno adottate nella materia disciplinata dalla presente direttiva.

Articolo 4

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

Articolo 5

Gli Stati membri sono destinatari della presente direttiva.

Fatto a Bruxelles, il 6 giugno 2005.

Per la Commissione
Markos KYPRIANOU
Membro della Commissione

ALLEGATO I

MODALITÀ DI PRELIEVO DEI CAMPIONI PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI TOSSINE DI FUSARIUM IN TALUNI PRODOTTI ALIMENTARI**1. Oggetto e campo di applicazione**

I campioni destinati al controllo ufficiale del tenore di tossine di *Fusarium* nei prodotti alimentari vengono prelevati con le modalità indicate qui di seguito. I campioni globali così ottenuti sono considerati rappresentativi delle partite. La conformità al tenore massimo fissato nell'allegato I del regolamento (CE) n. 466/2001 viene determinata in funzione dei tenori riscontrati nei campioni di laboratorio.

2. Definizioni

Ai fini del presente allegato si applicano le seguenti definizioni.

- 2.1. **Partita:** quantitativo identificabile di prodotto alimentare, consegnato in una sola volta, per il quale è accertata, dall'addetto al controllo ufficiale, la presenza di caratteristiche comuni quali l'origine, la varietà, il tipo d'imballaggio, l'imballatore, lo speditore o la marcatura.
- 2.2. **Sottopartita:** porzione di una partita designata per essere sottoposta a campionamento. 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.

3. Disposizioni generali3.1. *Personale*

Il prelievo deve essere effettuato da personale qualificato, secondo le norme vigenti nello Stato membro.

3.2. *Prodotto da campionare*

Ciascuna partita da controllare è oggetto di campionamento separato. Conformemente alle disposizioni di cui al punto 4.3, le grandi partite devono essere suddivise in sottopartite, che devono essere oggetto di campionamento separato.

3.3. *Precauzioni da prendere*

Durante il campionamento e la preparazione dei campioni è necessario evitare qualsiasi condizione che possa modificare il tenore di tossina di *Fusarium* e compromettere le analisi o la rappresentatività del campione globale.

3.4. *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 norma deve essere segnalata nel verbale.

3.5. *Preparazione del campione globale*

Il campione globale viene ottenuto mescolando i campioni elementari.

3.6. *Campioni replicati*

I campioni replicati ai fini dell'esecuzione di provvedimenti amministrativi o giudiziari, a fini commerciali o per procedure arbitrali sono prelevati dal campione globale omogeneizzato, a condizione che tale procedura sia conforme alla legislazione vigente nello Stato membro.

3.7. *Confezionamento e invio dei campioni*

Ogni campione è 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. Sono prese tutte le precauzioni necessarie ad evitare alterazioni della composizione del campione durante il trasporto o la conservazione.

3.8. Sigillatura ed etichettatura dei campioni

Ogni campione ufficiale viene sigillato sul luogo del prelievo e identificato secondo le prescrizioni vigenti nello Stato membro.

Per ciascun prelievo di campione è redatto un verbale di campionamento che consenta di identificare con certezza la partita campionata, la data e il luogo del campionamento, nonché qualsiasi informazione supplementare che possa essere utile all'analista.

4. Disposizioni specifiche

4.1. Diversi tipi di partite

I prodotti possono essere commercializzati sfusi, in contenitori, in imballaggi singoli (sacchi, confezioni al dettaglio), ecc. La procedura di campionamento può essere applicata alle varie forme nelle quali i prodotti vengono immessi in commercio.

Fatte salve le disposizioni specifiche di cui ai punti 4.3, 4.4 e 4.5 del presente allegato, come guida per il campionamento delle partite commercializzate in sacchi o in confezioni singole può essere usata la formula seguente:

$$\text{frequenza di campionamento } n = \frac{\text{peso della partita} \times \text{peso del campione elementare}}{\text{peso del campione globale} \times \text{peso di una confezione singola}}$$

— peso: espresso in kg;

— frequenza di campionamento: ogni n confezioni singole è prelevato un campione elementare (i numeri decimali sono approssimati all'unità più vicina).

4.2. Peso del campione elementare

Il peso del campione elementare è di circa 100 grammi, a meno che esso non sia definito diversamente nel presente allegato. Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dalla dimensione della confezione stessa.

4.3. Metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati (riepilogo)

Tabella 1

Suddivisione delle partite in sottopartite in funzione del prodotto e del peso della partita

Prodotto	Peso della partita (t)	Peso o numero delle sottopartite	Numero di campioni elementari	Peso del campione globale (kg)
Cereali e prodotti derivati	$\geq 1\ 500$	500 tonnellate	100	10
	> 300 e $< 1\ 500$	3 sottopartite	100	10
	≥ 50 e ≤ 300	100 tonnellate	100	10
	< 50	—	3-100 (*)	1-10

(*) In funzione del peso della partita — cfr. tabella 2.

4.4. Metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati (partite ≥ 50 tonnellate)

— Sempreché le sottopartite possano essere separate fisicamente, ciascuna partita deve essere suddivisa in sottopartite conformemente alla tabella 1. Dato che il peso delle partite non è sempre un multiplo esatto di quello delle sottopartite, quest'ultimo può superare il peso indicato al massimo del 20 %.

— Ciascuna sottopartita deve essere oggetto di campionamento separato.

— Numero di campioni elementari: 100. Peso del campione globale = 10 kg.

— Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare danni economici considerevoli (ad esempio a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può ricorrere a un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

4.5. *Metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati (partite < 50 tonnellate)*

Per le partite di cereali e prodotti derivati inferiori a 50 t si applica un piano di campionamento proporzionato al peso della partita e comprendente da 10 a 100 campioni elementari, riuniti in un campione globale di 1-10 kg. Per partite molto piccole ($\leq 0,5$ t) può essere prelevato un numero inferiore di campioni elementari ma anche in questo caso il campione globale che riunisce tutti i campioni elementari ha un peso di almeno 1 kg.

Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare è possibile basarsi sulle cifre della tabella 2.

Tabella 2

Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita di cereali

Peso della partita (t)	Numero di campioni elementari
$\leq 0,05$	3
$> 0,05-\leq 0,5$	5
$> 0,5-\leq 1$	10
$> 1-\leq 3$	20
$> 3-\leq 10$	40
$> 10-\leq 20$	60
$> 20-\leq 50$	100

4.6. *Modalità di prelievo per i prodotti alimentari destinati ai lattanti e alla prima infanzia*

- Si applica il metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati di cui al punto 4.5 del presente allegato. Il numero di campioni elementari da prelevare dipende quindi dal peso della partita ed è compreso tra un minimo di 10 e un massimo di 100, conformemente alla tabella 2 di cui al punto 4.5. Per partite molto piccole ($\leq 0,5$ tonnellate) può essere prelevato un numero inferiore di campioni elementari ma anche in questo caso il campione globale che riunisce tutti i campioni elementari ha un peso di almeno 1 kg.
- Il peso del campione elementare è di circa 100 grammi. Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dal peso della confezione stessa; per partite molto piccole ($\leq 0,5$ tonnellate) il peso del campione elementare dev'essere tale che il peso del campione globale ottenuto riunendo i campioni elementari sia pari ad almeno 1 kg.
- Peso del campione totale (sufficientemente mescolato) = 1-10 kg.

4.7. *Campionamento nella fase della distribuzione al dettaglio*

Il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni di cui ai punti 4.4 e 4.5. Ove ciò non sia possibile si possono adottare altre procedure di prelievo efficaci, purché garantiscano una sufficiente rappresentatività della partita oggetto di campionamento.

5. **Accettazione di una partita o sottopartita**

- Il campione globale è accettato se il limite massimo non è superato, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.
- Il campione globale è rifiutato se il limite massimo è superato oltre ogni ragionevole dubbio, tenendo conto dell'incertezza della misura e della correzione per recupero.

ALLEGATO II

PREPARAZIONE DEI CAMPIONI E CRITERI AI QUALI DEVONO CONFORMARSI I METODI D'ANALISI PER IL CONTROLLO UFFICIALE DEL TENORE DI TOSSINE DI FUSARIUM IN TALUNI PRODOTTI ALIMENTARI**1. Precauzioni**

Data la distribuzione non omogenea delle tossine di *Fusarium*, i campioni devono essere preparati (e soprattutto omogeneizzati) con la massima cura.

Il campione da analizzare viene preparato utilizzando la totalità del prodotto giunto in laboratorio.

2. Trattamento del campione ricevuto in laboratorio

Ciascun campione di laboratorio viene macinato finemente e accuratamente mescolato, utilizzando un metodo che garantisca una omogeneizzazione completa.

Se il tenore massimo si riferisce alla materia secca, il contenuto di materia secca è determinato in base ad una parte del campione omogeneizzato, utilizzando una procedura che si sia dimostrata in grado di determinare con precisione il contenuto di materia secca.

3. Suddivisione dei campioni ai fini dell'esecuzione di provvedimenti amministrativi e giudiziari

I campioni replicati ai fini dell'esecuzione di provvedimenti amministrativi o giudiziari, a fini commerciali o per procedure arbitrali sono prelevati dal materiale omogeneizzato, a condizione che tale procedura sia conforme alle norme in materia di campionamento vigenti nello Stato membro.

4. Metodo d'analisi che i laboratori devono utilizzare e modalità di controllo del laboratorio stesso**4.1. Definizioni**

Alcune delle definizioni più comuni che i laboratori devono applicare sono riportate qui di seguito.

I parametri di precisione più comunemente citati sono la ripetibilità e la riproducibilità.

r = Ripetibilità: valore al di sotto del quale ci si aspetta che cada, entro un certo limite di probabilità (in linea di massima 95 %) la differenza assoluta tra i risultati di due prove singole ottenuti in condizioni di ripetibilità (ovvero stesso campione, stesso operatore, stessa apparecchiatura, stesso laboratorio e intervallo breve); per cui $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Deviazione standard, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità.

RSD_r = Deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di ripetibilità $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

R = Riproducibilità, valore al di sotto del quale ci si aspetta che cada, entro un certo limite di probabilità (in linea di massima 95 %) la differenza assoluta tra i risultati di prove singole ottenuti in condizioni di riproducibilità (ovvero ottenuti per un campione identico da operatori in diversi laboratori utilizzando un metodo di prova standardizzato); per cui $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = Deviazione standard, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità.

RSD_R = Deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

4.2. Prescrizioni generali

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

4.3. *Prescrizioni specifiche*

4.3.1. Criteri che i metodi di analisi devono soddisfare

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

a) Criteri applicabili per il desossinivalenol

Tenore µg/kg	Desossinivalenol		
	RSD _r %	RSD _R %	Recupero %
> 100-≤ 500	≤ 20	≤ 40	60-110
> 500	≤ 20	≤ 40	70-120

b) Criteri applicabili per lo Zearalenone

Tenore µg/kg	Zearalenone		
	RSD _r %	RSD _R %	Recupero %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60-120
> 50	≤ 25	≤ 40	70-120

c) Criteri applicabili per le Fumonisine B₁ e B₂

Tenore µg/kg	Fumonisine B ₁ o B ₂		
	RSD _r %	RSD _R %	Recupero %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60-120
> 500	≤ 20	≤ 30	70-110

d) Criteri applicabili per le tossine T-2 e HT-2

Tenore µg/kg	Tossina T-2		
	RSD _r %	RSD _R %	Recupero %
50-250	≤ 40	≤ 60	60-130
> 250	≤ 30	≤ 50	60-130

Tenore µg/kg	Tossina HT-2		
	RSD _r %	RSD _R %	Recupero %
100-200	≤ 40	≤ 60	60-130
> 200	≤ 30	≤ 50	60-130

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:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5\log C)}$$

dove:

RSD_R è la deviazione standard relativa, calcolata in base a risultati ottenuti in condizioni di riproducibilità $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$;

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

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

4.3.2. Criterio dell'idoneità allo scopo

Qualora il numero di metodi di analisi pienamente convalidati sia limitato, può essere applicato in alternativa, per valutare l'accettabilità dei metodi di analisi, un criterio di idoneità allo scopo che definisca un solo parametro, una funzione di idoneità. Una funzione di idoneità è una funzione di incertezza che specifica i livelli massimi di incertezza considerati idonei allo scopo.

Dato il numero limitato dei metodi di analisi pienamente convalidati da prove interlaboratorio, in particolare per la determinazione delle tossine T-2 e HT-2, per valutare l'adeguatezza (l'idoneità allo scopo) del metodo di analisi che il laboratorio deve adottare può anche essere applicato il criterio della funzione di incertezza, che specifica l'incertezza massima accettabile. Il laboratorio può utilizzare un metodo che produce risultati nell'ambito di un'incertezza massima standard, che può essere calcolata con la seguente formula:

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

dove:

- Uf è l'incertezza massima standard ($\mu\text{g/kg}$);
- LOD è il limite di rilevazione del metodo ($\mu\text{g/kg}$);
- α è una costante, un fattore numerico da utilizzare in funzione del valore di C. I valori da utilizzare sono riportati nella tabella 3;
- C è la concentrazione d'interesse ($\mu\text{g/kg}$).

Se un metodo d'analisi dà risultati d'incertezza inferiori all'incertezza massima standard, esso sarà valido quanto un altro metodo che soddisfi i criteri di cui al punto 4.3.1.

Tabella 3

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

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

4.4. *Calcolo del tasso di recupero ed espressione dei risultati*

Il risultato analitico può essere riportato o meno in forma corretta per il fattore di recupero. Devono essere indicati il modo in cui è stato espresso il risultato analitico e il fattore di recupero. Il risultato analitico corretto per il fattore di recupero è utilizzato per verificare la conformità (cfr. allegato I, punto 5).

Il risultato analitico deve essere riportato come $x \pm U$, dove x è il risultato analitico e U l'incertezza di misura.

U è l'incertezza estesa, calcolata utilizzando un fattore di copertura 2 corrispondente ad un livello di fiducia del 95 % circa.

4.5. *Qualità dei laboratori*

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