

SICUREZZA ALIMENTARE



**ALIMENTI DI
ORIGINE VEGETALE**

LSP



FIRENZE



**ALIMENTI DI
ORIGINE ANIMALE**

IZS



LAZIO E TOSCANA



Istituto Zooprofilattico Sperimentale
delle Regioni Lazio e Toscana

CONTROLLO UFFICIALE DEGLI ALIMENTI

- *CAMPIONAMENTO*
- **ANALISI CHIMICA**
- **VALUTAZIONE ESITI ANALITICI**
(confronto con il limite)
- *PROVVEDIMENTI*

IL PROCESSO ANALITICO

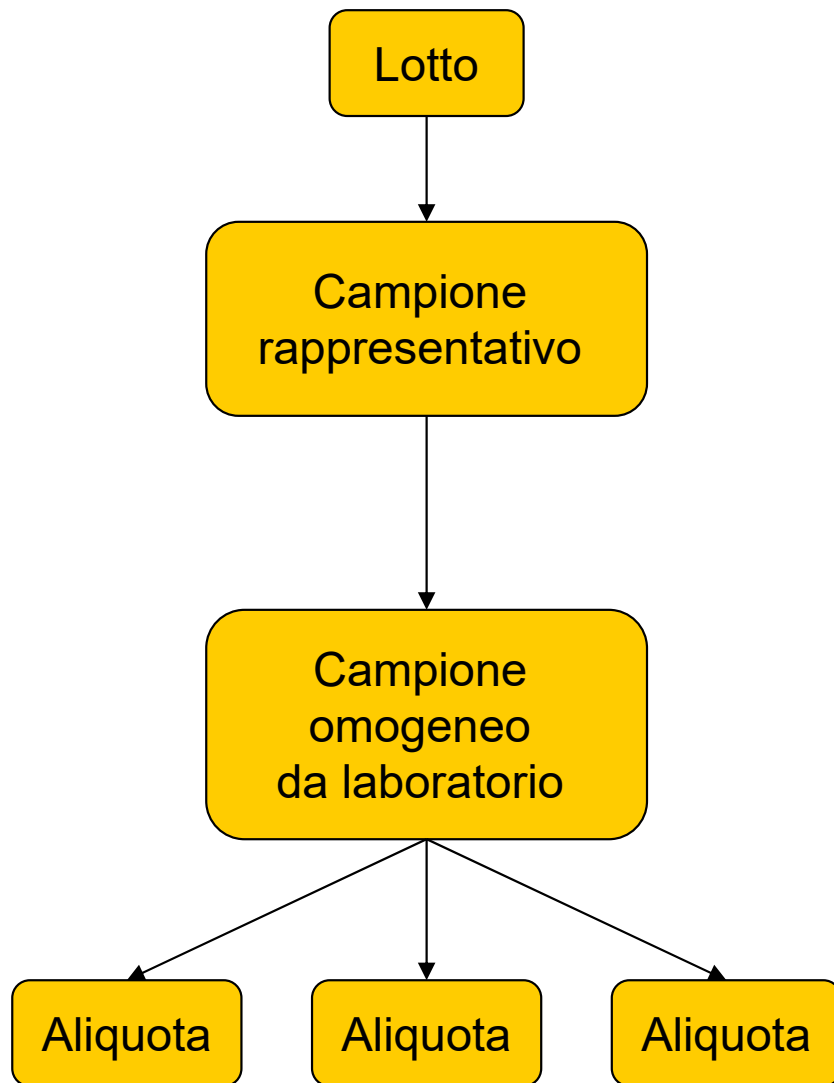
La qualità del risultato di un'analisi dipende dalla accuratezza di **tutte le procedure sperimentali** che a partire dal materiale grezzo da analizzare portano al risultato finale: gli errori compiuti nei vari stadi della procedura determinano l'errore complessivo del risultato.

Procedura sperimentale

Possibile origine di errore



Il campionamento



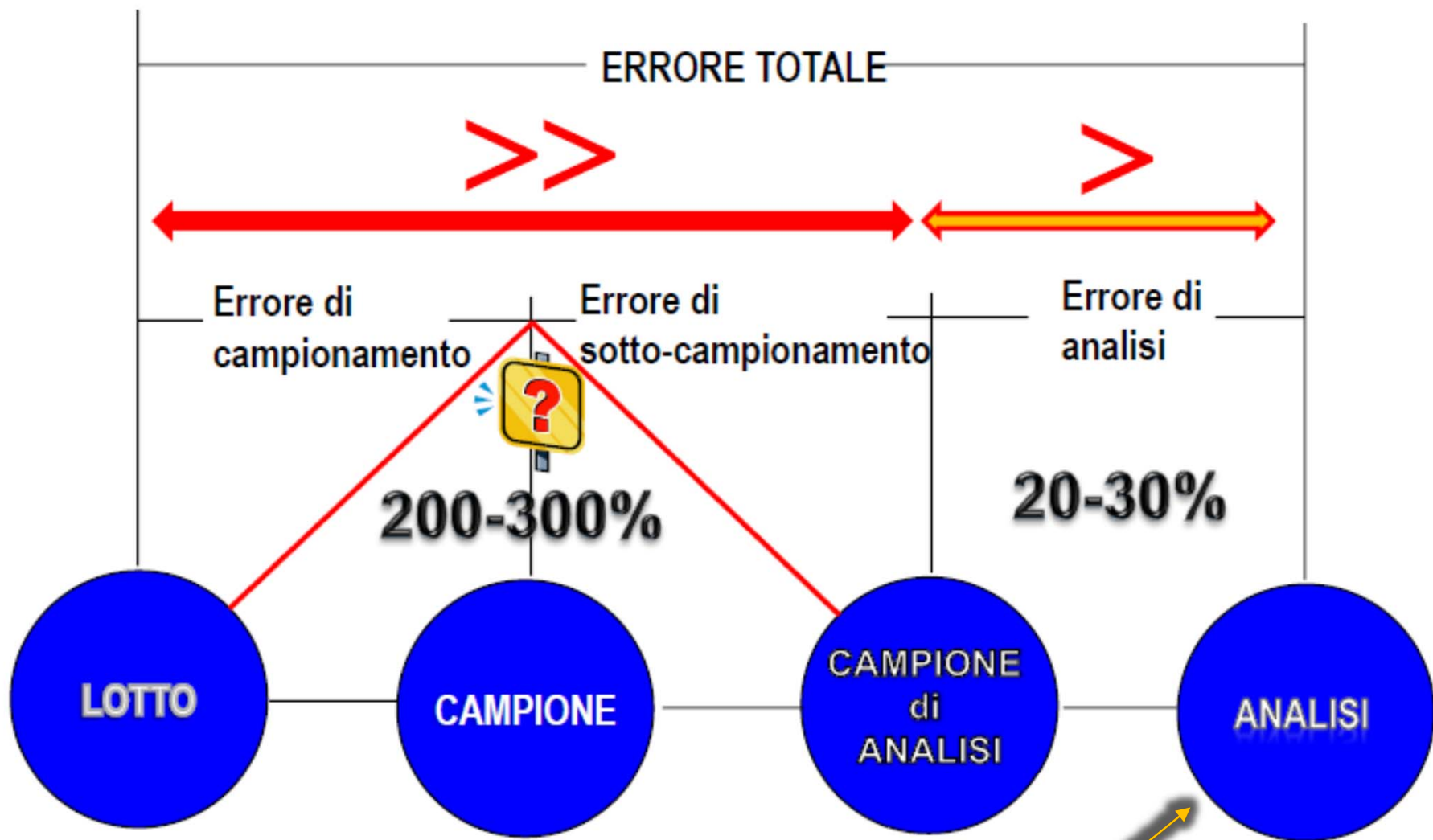
Per poter effettuare un'analisi chimica significativa

bisogna ottenere un **campione rappresentativo** più piccolo, la cui composizione rispecchi quella del lotto di partenza.

Dal campione rappresentativo si deve ottenere un **campione omogeneo**, ovvero che abbia una composizione identica in tutte le sue parti.

Da questo si formano le **aliquote** (una utilizzata dal laboratorio)



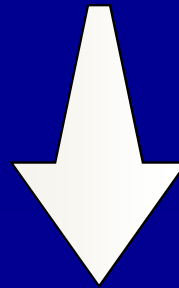


Risultato analitico : $X \pm U$



Un corretto campionamento eseguito sul campo e' essenziale per ottenere risultati affidabili nelle successive fasi analitiche

CAMPIONAMENTO CORRETTO



RISULTATO CORRETTO

Il laboratorio di analisi è tenuto ad accettare soltanto i campioni prelevati e trasportati correttamente ed accompagnati da verbali compilati in modo regolare.

Campione Rappresentativo ed omogeneo

Καλή

το εφ' ομοδυνα

Errore
campionario

$$e = t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot ES = t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{\frac{N-n}{N-1}}$$

ES = errore standard; t = t di student

N è la dimensione della partita,

n è la dimensione del campione (numerosità campionaria) (es. numero dei campion elementari)

L'errore dovuto al campionamento è **tanto più grande**:

- Quanto più elevata è la variabilità della caratteristica studiata (s)
- Quanto minore è dimensione del campione prelevato (n) rispetto ad N.



.. Variabilità... Cosa vado a cercare...

.. Variabilità... Cosa vado a cercare...

$$\text{Errore campionario} \rightarrow e = t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot ES = t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{\frac{N-n}{N-1}}$$

Additivo alimentare

Distribuzione Uniforme analita nel campione..

Qualsiasi sostanza abitualmente non consumata come alimento in sé e non utilizzata come ingrediente caratteristico di alimenti, con o senza valore nutritivo, la cui **aggiunta intenzionale** ad alimenti per uno scopo tecnologico nella fabbricazione, nella trasformazione, nella preparazione, nel trattamento, nell'imballaggio, nel trasporto o nel magazzinaggio degli stessi, abbia o possa presumibilmente avere per effetto che la sostanza o i suoi sottoprodotti diventino, direttamente o indirettamente, componenti di tali alimenti

Residui di medicinali veterinari

Tutte le sostanze farmacologicamente attive, siano esse principi attivi, eccipienti e prodotti della degradazione e i loro metaboliti che **rimangono negli alimenti** ottenuti da animali cui sia stato somministrato il medicinale veterinario in questione



.. Variabilità...

.. Variabilità...

Cosa vado a cercare...

Cosa vado a cercare...

Distribuzione NON Uniforme analita nel campione..

contaminanti

sono sostanze non aggiunte intenzionalmente agli alimenti, la cui presenza può derivare dall'ambiente, dalla coltivazione e/o dal processo produttivo.

contaminanti ambientali

(metalli pesanti, Pesticidi PCB, Diossine Micotossine)

Sono quelle sostanze che si ritrovano negli alimenti ma che non sono state intenzionalmente addizionate.

Si possono ritrovare negli alimenti

- ✓ Come conseguenza dei vari passaggi nella loro produzione, confezionamento, e trasporto
- ✓ A causa dell'inquinamento ambientale.



.. Variabilità...

Errore campionario →
$$e = t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot ES = t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{s}{\sqrt{n}} \cdot \sqrt{\frac{N-n}{N-1}}$$

Dove lo vado a cercare...

Distribuzione NON Uniforme analita nel campione..

Matrici Omogenee

Per caratteristiche intrinseche o dovute a processi tecnologici di lavorazione dell'alimento, procedere prelevando le quantità indicate nelle tabelle dei Regolamenti e ripartendole **nelle aliquote previste**

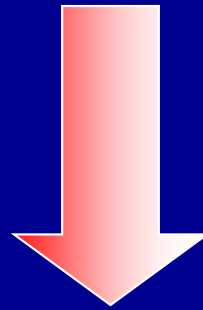
Matrici NON Omogenee

Materie prime.

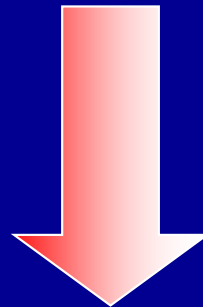
Regole di campionamento stringenti



**VALUTAZIONE CONFORMITA' DEL
CAMPIONE**



RAPPORTO DI PROVA



COMUNICAZIONE ESITI

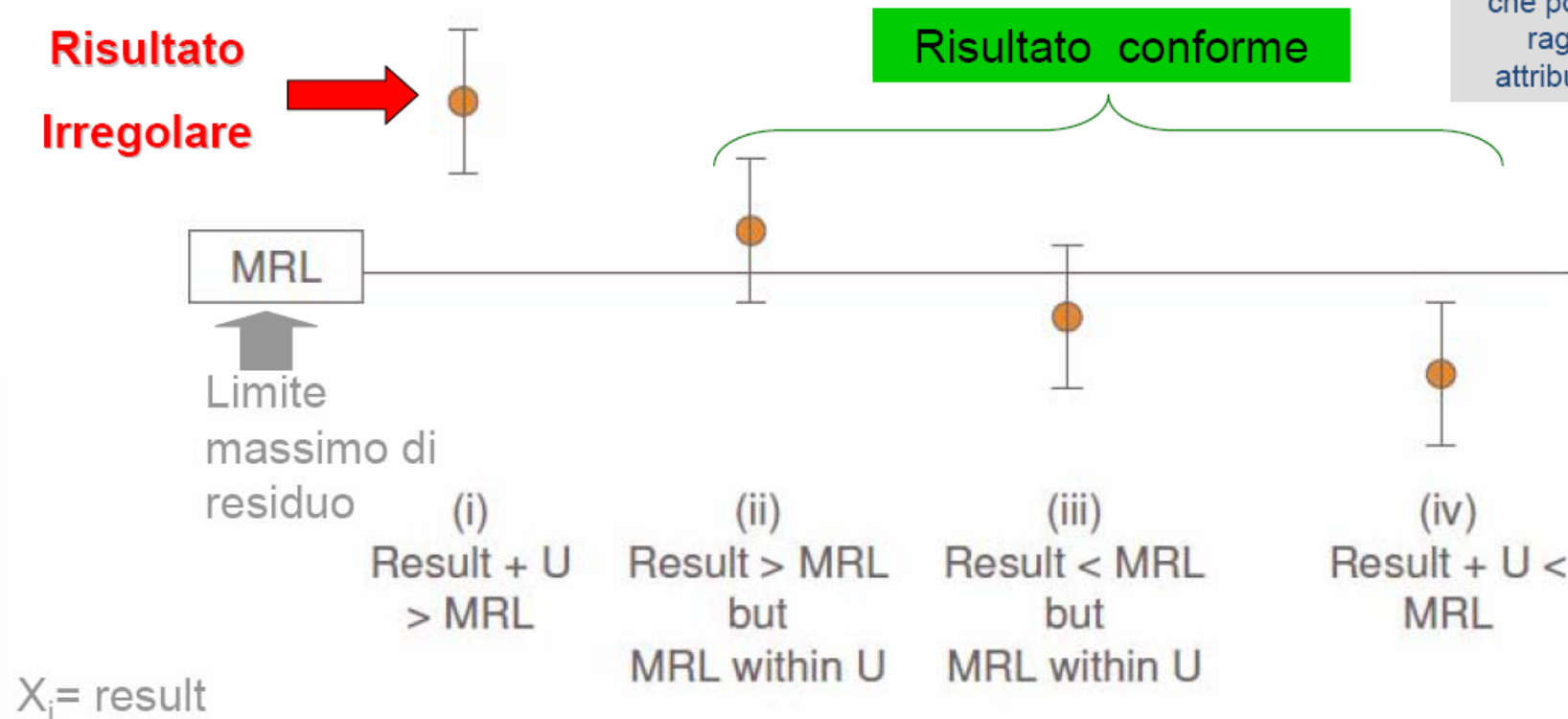


UNIONE EUROPEA

Conformità: Regole decisionali

Sanco 12495/2011

Definizione di Incertezza estesa (U_e):
dispersione dei valori
che potrebbero essere
ragionevolmente
attribuiti al misurando



Sanco 12495/2011 punto 93 - campione irregolare: $X_i - U_e > \text{LMR}$

Fonte: EU Analytical Quality Control Guidelines - Food Science Group Central Science Laboratory, York, UK - SELAMAT Workshop 5-7th July 2006 Bangkok

2 TIPOLOGIE DI CONTROLLI ANALITICI

CONTROLLI UFFICIALI

- piani comunitari**
- piani nazionali**
- piani regionali**

MONITORAGGI

CONTROLLI UFFICIALI

- **programmazione verticale nazionale**

Contaminanti Agricoli e tossine vegetali

Contaminanti ambientali e industriali

Prodotti fitosanitari

Additivi

- **programmazione verticale regionale**

Sale iodato

Acque minerali

- **Programmazione trasversale**

MOCA

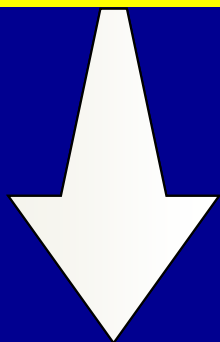
MODALITÀ DI CAMPIONAMENTO

ricerca costituenti

additivi

MOCA

acque minerali



DLgs 27/2021

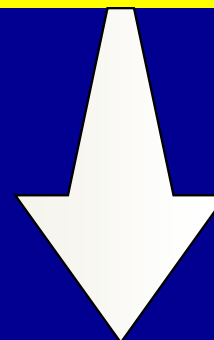
ricerca contaminanti

pesticidi

elementi

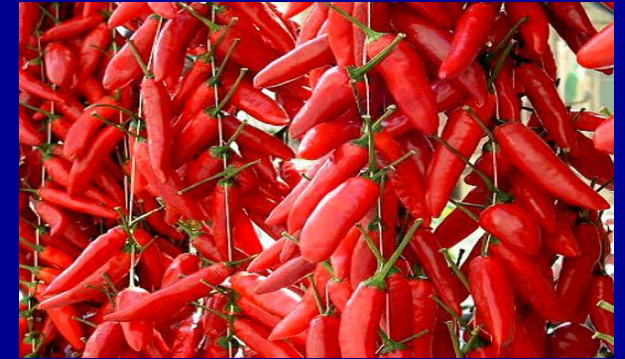
nitrati

micotossine



**normativa
specifica**

NORMATIVA CAMPIONAMENTO E ANALISI 1



MICOTOSSINE

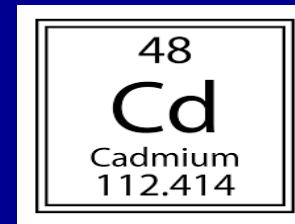
Regolamento (CE) n. 401/2006 della Commissione del 23 febbraio 2006 relativo ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari

Regolamento (CE) n. 178/2010 della Commissione del 2 marzo 2010 che modifica il regolamento (CE) n. 401/2006 per quanto concerne le arachidi, gli altri semi oleosi, la frutta a guscio, le mandorle di albicocche, la liquirizia e l'olio vegetale

Regolamento (UE) n. 519/2014 della Commissione del 16 maggio 2014 che modifica il regolamento (CE) n. 401/2006 per quanto riguarda i metodi di campionamento per le grandi partite, per le spezie e gli integratori alimentari, i criteri di rendimento per le tossine T-2 e HT-2 e per la citrinina, nonché i metodi di analisi di screening

NORMATIVA CAMPIONAMENTO E ANALISI 2

ELEMENTI



Regolamento (CE) n. 333/2007 della Commissione del 28 marzo 2007 relativo ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di piombo, cadmio, mercurio, stagno inorganico, 3-MCPD e benzo(a)pirene nei prodotti alimentari

Regolamento (UE) n. 836/2011 della Commissione del 19 agosto 2011 che stabilisce i metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei livelli di piombo, cadmio, mercurio, stagno inorganico, 3-MCPD, benzo(a)pirene nei prodotti alimentari e di diossine, PCB diossina-simili e PCB non diossina-simili in alcuni prodotti alimentari e che abroga il regolamento (CE) n. 1883/2006

REGOLAMENTO (CE) n. 333/2007 e s.m.i**B 2 Piano di campionamento****B.2.2. Numero di campioni elementari**

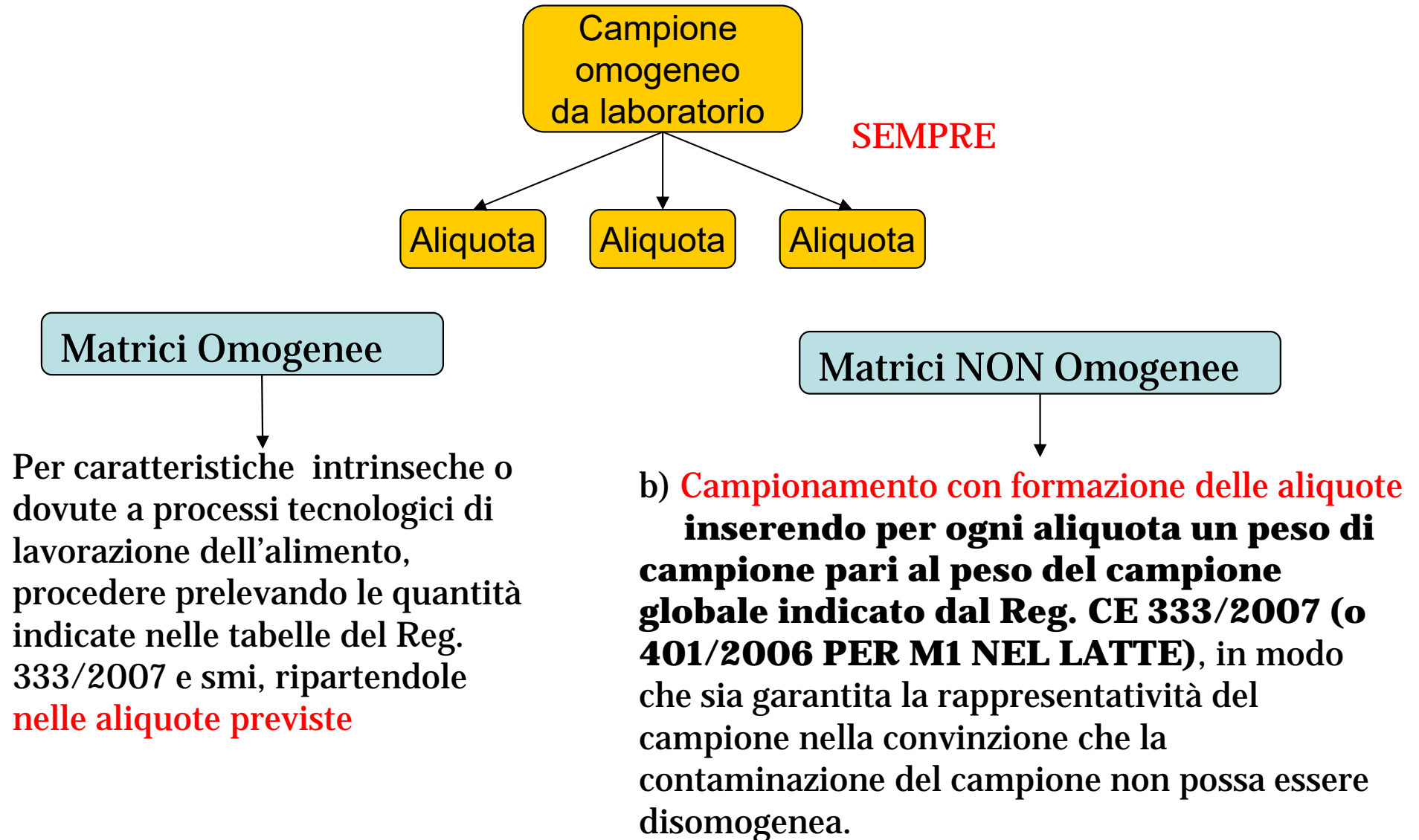
I campione globale deve essere di almeno 1 Kg o 1 L
salvo i casi in cui ciò non risulti possibile, ad esempio nel caso in cui il
campione sia composto da una confezione o un'unità.



VALE ANCHE PER IL Reg 401/006 (M1 Latte)



ALIMENTI DI ORIGINE ANIMALE



NORMATIVA CAMPIONAMENTO E ANALISI 3



NITRATI



Regolamento (CE) n. 1882/2006 della Commissione del 19 dicembre 2006 che stabilisce metodi di **campionamento** ed analisi per il controllo ufficiale del tenore di **NITRATI** in alcuni prodotti alimentari

Regolamento (UE) n. 705/2015 della Commissione del 30 aprile 2015 che stabilisce i metodi di campionamento e i criteri di rendimento per i metodi di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di **ACIDO ERUCICO** negli alimenti e che abroga la direttiva 80/891/CEE della Commissione

AGENDA

Omogenizzazioni chimica

SI PRENOTA LA DATA PER LE SEGUENTI OPERAZIONI

- Apertura del campione globale
- Omogenizzazione
- Formazione delle aliquote

MASSIMO 3 CONVOCAZIONI AL GIORNO

La comunicazione della data deve essere

- verbalizzata (campioni alla produzione)*
- comunicata (a mezzo PEC) all'avente diritto (campioni alla distribuzione)*

ECCEZIONI

CONTAMINAZIONI OMOGENEE PER LORO NATURA

Tossine del Fusarium (Zearalenone – Deossinivalenolo)

Elementi (Pb – Cd – Ni)

Citrinina in integratori

Ocratossina A in vino

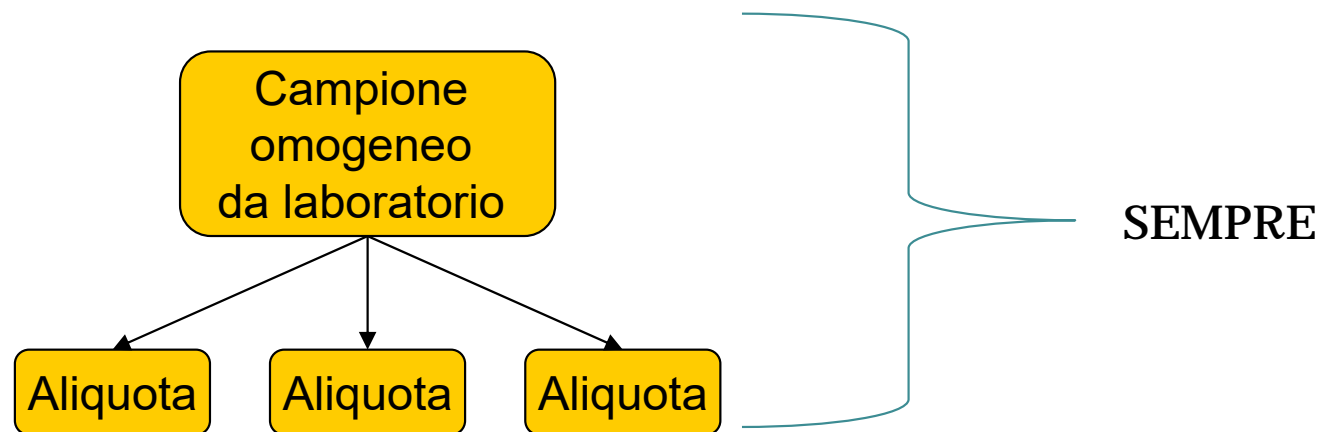
CAMPIONI OMOGENEI PER PROCESSO PRODUTTIVO

Farine, biscotti omogenei, olio, vino, succhi di frutta

ma non

Granaglie, olive, uva, frutta

In questi casi si può procedere direttamente in fase di campionamento a formare le aliquote suddividendo il campione globale (peso da tabelle Reg 401) nel numero di aliquote previste dal D.Lgs 27/2021



ECCEZIONE

ISTAMINA



RESIDUI PRODOTTI FITOSANITARI





DM 23/07/2003

Attuazione della direttiva 2002/63/CE 11 luglio 2002 relativa ai metodi di campionamento ai fini del controllo ufficiale dei residui di antiparassitari nei prodotti alimentari di origine vegetale e animale.

(GU n. 221 del 23-9-2003)

Per gli alimenti vegetali su deve fare riferimento alla tabella 4 che è composta da 2 parti:

4.1 materie prime

4.2 prodotti trasformati



AGENDA

Fitosanitari ortofrutta

**SI PRENOTA LA DATA PER LA CONSEGNA
DEI CAMPIONI PER LA RICERCA
DEI RESIDUI DI PRODOTTI FITOSANITARI**

2 Campioni ORTOFRUTTA

2 Campioni CEREALI

5 Campioni VINO e OLIO

Tabella 4

Prodotti vegetali: descrizione dei campioni elementari ed entità minima dei campioni di laboratorio

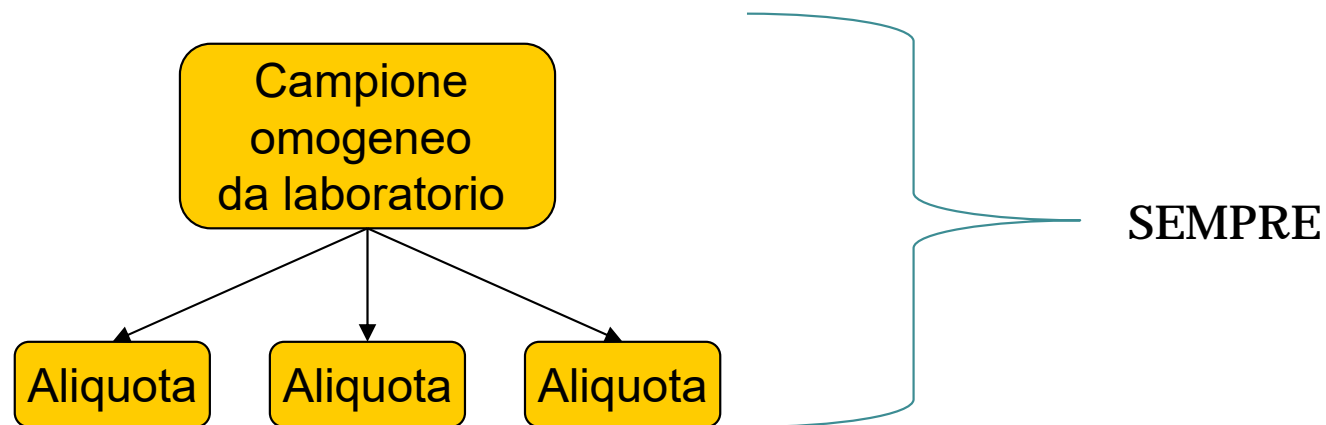
Prodotti alimentari primari di origine vegetale			
<ul style="list-style-type: none">Tutti i frutti freschi <p>Tutti gli ortaggi freschi, comprese le patate e le barbabietole da zucchero, tranne le erbe aromatiche</p>			
Prodotti freschi di piccole dimensioni generalmente <25 g l'unità	Bacche, piselli, olive, piccola frutta ...	Unità intere o imballaggi, oppure unità prelevate mediante campionatore	1 kg
Prodotti freschi di medie dimensioni generalmente 25-250 g l'unità	Mele, arance, pesche ...	Unità intere	1 kg (almeno 10 unità)
Prodotti freschi di grandi dimensioni, generalmente >250 g l'unità	Cavoli, cetrioli, uva (grappoli), sedani, pompelmi ...	Unità intere	2 kg (almeno 5 unità)

Tabella 4

Prodotti vegetali: descrizione dei campioni elementari ed entità minima dei campioni di laboratorio

Legumi da granella	Fagioli e piselli essiccati ...		1 kg
Cereali	Grano, riso ...		
Erbe fresche	Prezzemolo Altre, fresche	Unità intere	0,5 kg 0,2 kg
Prodotti solidi	Pane, farina, frutta secca ...	Unità imballate o unità prelevate mediante campionatore	0,5 kg
Prodotti liquidi	Oli, vino, succhi ...	Unità imballate o unità prelevate mediante campionatore	0,5 l o 0,5 kg

ALIMENTI DI ORIGINE ANIMALE



IZSLT D.O CHIMICA
Non si fanno prenotazioni



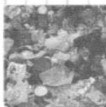
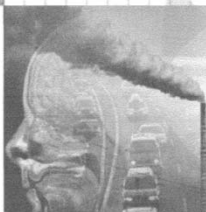


Rapporti ISTISAN

13/19



Indicazioni per il prelevamento
di prodotti di origine vegetale
per il controllo ufficiale
dei residui di fitofarmaci
ai sensi del DM 23 luglio 2003



ISSN 1123-3117

R. Aloï, D. Attard Barbini,
F. Fiume, M. Lorenzin, A. Longo,
G. Mariotti, M. Morelli

www.iss.it

Tabella A1. Prodotti freschi: campioni elementari ed entità minima delle aliquote da prelevare
(Cat* :categoria secondo la "Tabella 4" del DM 23 luglio 2003)

Codice Reg. (UE) 212/2013	Gruppi di prodotti	Esempi di singoli prodotti	Esempi di varietà apparentate	Classificazione prodotto	Composizione dei campioni	Quantità minima di ciascuna aliquota	Cat*
0100000 1. FRUTTA FRESCA O CONGELATA; FRUTTA A GUSCIO							
0110000 i) Agrumi							
0110010		Pompelmi	Shaddocks, pomeli, sweeties, tangelo, ugli, altri ibridi	25-250 g	Unità intere	1 kg (almeno 10 unità)	1.2
0110020		Arance	Bergamotto, arance amare, chinotto, altri ibridi	25-250 g	Unità intere	1 kg (almeno 10 unità)	1.2
0110030		Limoni	Cedro, limone, mano di Buddha (<i>Citrus medica</i> var. <i>sarcodactylus</i>)	25-250 g	Unità intere	1 kg (almeno 10 unità)	1.2
0110040		Limette		25-250 g	Unità intere	1 kg (almeno 10 unità)	1.2
0110050		Mandarini	Clementine, tangerini, mineola, altri ibridi; tanger (<i>Citrus reticulata</i> x <i>sinesis</i>)	25-250 g	Unità intere	1 kg (almeno 10 unità)	1.2
0110990		Altri					
0120000 ii) Frutta a guscio (con o senza guscio)							
0120010		Mandorle		Frutti a guscio		1 kg	2
0120020		Noci del Brasile		Frutti a guscio		1 kg	2
0120030		Noci di anacardi		Frutti a guscio		1 kg	2
0120040		Castagne e marroni		Frutti a guscio		1 kg	2
0120050		Noci di cocco		Frutti a guscio	Unità intere	2 kg (almeno 5 unità)	2
0120060		Nocciole	Nocciola di Dalmazia	Frutti a guscio		1 kg	2
0120070		Noci del Queensland		Frutti a guscio		1 kg	2
0120080		Noci di Pecan		Frutti a guscio		1 kg	2
0120090		Pinoli		Frutti a guscio		1 kg	2
0120100		Pistacchi		Frutti a guscio		1 kg	2
0120110		Noci comuni		Frutti a guscio		1 kg	2
0120990		Altri					

segue

Criticità: annullamento campioni

Peperoni, pesche, pomodori....
marcescenti o completamente disfatti
(posti in buste antimanomissione
senza contenitore per alimenti)



Prodotti non ancora
destinati al consumo umano



CRITICITÀ

Non rispetto della doppia condizione (n° unità & peso)



CAMPIONI PRELEVATI IRREGOLARMENTE

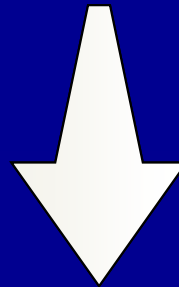
analisi di revisione - anni 2005-2010

Prodotti freschi di piccole dimensioni Peso unitario: <25 g	10 (16,1%)
Prodotti freschi di medie dimensioni Peso unitario: 25-250 g	37 (59,7%)
Prodotti freschi di grandi dimensioni Peso unitario: >250 g	10 (16,1%)
Cereali, legumi da granella	1 (1,6 %)
Erbe fresche o secche	3 (4,8 %)
Prodotti liquidi	1 (1,6 %)
TOTALE CAMPIONAMENTI IRREGOLARI	62

MRL SI RIFERISCONO ALLE MATERIE PRIME

<http://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/public/?event=homepage&language=IT>

Materie prime di
origine vegetale



Prodotti trasformati

**BISOGNA CONOSCERE IL FATTORE DI
TRASFORMAZIONE**



REGOLAMENTO (UE) 2023/915

Articolo 3

Alimenti essiccati, diluiti, trasformati e composti

.....Qualora l'autorità competente effettui un controllo ufficiale, ***l'operatore del settore alimentare fornisce e giustifica*** i fattori specifici di concentrazione, diluizione o trasformazione relativi alle operazioni di essiccazione, diluizione o trasformazione in questione, o i fattori specifici di concentrazione, diluizione o trasformazione per gli alimenti essiccati, diluiti, trasformati o composti in questione, come pure la proporzione degli ingredienti impiegati per le operazioni di miscelazione in questione.

Qualora ***l'operatore del settore alimentare non fornisca*** il fattore di concentrazione, diluizione o trasformazione necessario o qualora l'autorità competente ritenga tale fattore inidoneo alla luce della giustificazione, ***è l'autorità competente stessa a definire il fattore in base alle informazioni disponibili, perseguendo nel contempo l'obiettivo della massima tutela della salute pubblica***





CRITICITA'

- Rispetto del dettato normativo europeo e nazionale
- PNR residui, Reg. (UE) 2017/625, Dlvo 27/2021, DPR 327/1980
- Aliquote [validità giuridica (manomissione) e analitica (catena del freddo)]
- Gestione campioni all'interno della rete (trasferimento aliquote)
- Coerenza tra verbali di campionamento e aliquote prelevate
- Verticale, Esempi: metalli - reg. (CE) 333/2006 e smi; additivi reg. (CE) 1333/2008 e s.m.i.
- Dimensioni esemplari da sottoporre ad analisi
- Costituzione del campione globale
- ***Valutazione impatto degli scostamenti dalla norma sull'esito analitico fuori specifica***



MOCA

Criticità

Materiale non testabile (vassoio di cartone c/s rivestimento)

Verifica appartenenza dell'acciaio
nella lista positiva (art. 36 DM 21/3/73)



Materiale senza marchio "Alimenti"



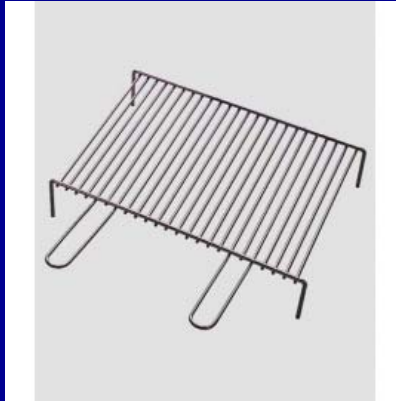
Semilavorati



Materiale destinato al contatto con alimenti a secco o grassi (simulante olio)



MATERIALI NON ANALIZZABILI



CAPIVANTAS

ETOSSINE VEGETAL

ca_tv_2023_2027.xlsx

Contaminanti ambientali e industriali

[ca_ci_2023_2027.xlsx](#)

CALENDARIZZAZIONE CAMPIONI ANALIZZATI DA LSP FIRENZE

	mag gio	giug no	lugl io	ago sto	sett emb re	otto bre	nove mbre
Acido Eurcico	X			X		X	
Deossivalenolo (senza metaboliti) e Zearalenone				X		X	
Metaboliti Deossivalenolo							X
Citrinina		X			X		
IPA (Oli e grassi vegetali)			X			X	
Additivi (purezza)				X		X	
Melammina		X			X		
Poliammide	X				X		
Patulina	X					X	
Acrilammide (senza furani) Alimenti per l'infanzia a base di cereali (biscotti, pastine ecc) Chips vegetali - frutta a guscio tostata		X					X
Caffeina			X		X		
Coloranti				X		X	
Conservanti ed Edulcoranti (con o senza analisi per Metalli)				X		X	

CALENDARIZZAZIONE CAMPIONI PER ANALISI IN SUBAPPALTO PRESSO ALTRI LABORATORI

Per le analisi da affidare in subappalto si propone di effettuare i campionamenti in modo da poter inviare i campioni allo stesso laboratorio con al massimo di due invii in modo da favorire l'esecuzione delle analisi e contenere le spese di spedizione.

SI RICHIEDE PERTANTO DI COMPLETARE I CAMPIONAMENTI NEL MESE INDICATO

		Luglio	Settembre
Arsenico (inorganico)	Cereali e prodotti a base di cereali -Bevande (e creme) a base di frutta/verdura e prodotti affini	X	
Arsenico (totale)	Alimenti per neonati e prima infanzia (esclusi gli omogeneizzati/liofilizzati a base di alimenti di origine animale) - Sale	X	
Stagno (inorganico)	Acqua bevande a base di acqua e relativi ingredienti - bevande alcoliche in lattine	X	
Acido cianidrico e glicosidi cianogenici	Mandorle e semi di albicocca (anche loro derivati) per il consumo finale		X
Mercurio	Alimenti per diete particolari (Integratori alimentari contenenti prodotti botanici e loro preparati e integratori alimentari contenenti ingredienti minerali) (2*) - Sale <i>2* Nella presente categoria sono inclusi gli Integratori alimentari contenenti prodotti botanici e loro preparati e integratori alimentari contenenti ingredienti minerali</i>	X	X

CALENDARIZZAZIONE CAMPIONI PER ANALISI IN SUBAPPALTO PRESSO ALTRI LABORATORI

Per le analisi da affidare in subappalto si propone di effettuare i campionamenti in modo da poter inviare i campioni allo stesso laboratorio con al massimo di due invii in modo da favorire l'esecuzione delle analisi e contenere le spese di spedizione.

SI RICHIEDE PERTANTO DI COMPLETARE I CAMPIONAMENTI NEL MESE INDICATO

		luglio	settembre
IPA	Alimenti per diete particolari (Integratori alimentari contenenti prodotti botanici e loro preparati e integratori alimentari contenenti ingredienti minerali) (2*) <i>2* Nella presente categoria sono inclusi gli Integratori alimentari contenenti prodotti botanici e loro preparati e integratori alimentari contenenti ingredienti minerali</i>	X	X
	Confetteria e prodotti derivati da semi di cacao e fibra di cacao. Cacao in polvere e cacao zuccherato in polvere e cioccolato.	X	X
	Spezie e erbe aromatiche	X	X
	Preparati per infusione (No caffè) Preparati per infusione (Cat. 6,1,16 reg UE 1881/2006)	X	X
Perclorato	Ortaggi e derivati - Frutta e prodotti a base di frutta - Tè e preparati per infusione	X	X
Alcaloidi del Tropano	Chicchi di miglio, sorgo, granturco e grano saraceno non trasformati		X

CALENDARIZZAZIONE CAMPIONI PER ANALISI IN SUBAPPALTO PRESSO ALTRI LABORATORI

Per le analisi da affidare in subappalto si propone di effettuare i campionamenti in modo da poter inviare i campioni allo stesso laboratorio con al massimo di due invii in modo da favorire l'esecuzione delle analisi e contenere le spese di spedizione.

SI RICHIEDE PERTANTO DI COMPLETARE I CAMPIONAMENTI NEL MESE INDICATO

		luglio	settembre
Iodio	Alghe marine		X
Somma di 3-MCPD e 3-MCPD esteri degli acidi grassi, espressi come 3-MCPD	Ingredienti purificati isolati (inclusi minerali o sintetici) (Solo olii e grassi di origine vegetale ad eccezione degli oli di oliva vergini) - Alimenti per neonati e prima infanzia (esclusi gli omogeneizzati/liofilizzati a base di alimenti di origine animale)	X	
Glicidil esteri degli acidi grassi espressi come glicidolo	Ingredienti purificati isolati (inclusi minerali o sintetici) (Solo olii e grassi di origine vegetale ad eccezione degli oli di oliva vergini)	X	
Diossine e PCB	Ingredienti purificati isolati (inclusi minerali o sintetici) (Solo olii e grassi di origine vegetale ad eccezione degli oli di oliva vergini) Erbe aromatiche essiccate - argille vendute come integratori alimentari	X	

