

RISOLUZIONE N. RIS-1/93-IV/05

SCOPERTA DEGLI IDROCARBURI POLICICLICI AROMATICI NEGLI OLI DI OLIVA E NEGLI OLI DI SANSO DI OLIVA COMMESTIBILI

IL CONSIGLIO OLEICOLO INTERNAZIONALE

Vista la raccomandazione formulata dal Comitato di chimica oleicola ed elaborazione delle norme nel corso della sua 6^a riunione, nel quadro della 85^a sessione del Consiglio, e in attesa della valutazione tossicologica degli idrocarburi policiclici aromatici da parte di diverse istanze internazionali;

Considerando la necessità di una misura che permetta di ripristinare la fiducia dei consumatori nei confronti dell'olio di sanso di oliva e dell'olio di oliva;

Considerando la necessità di offrire agli operatori uno strumento che permetta il controllo della qualità degli oli di sanso di oliva oggetto del commercio internazionale, in attesa della messa a punto di un metodo standardizzato per la scoperta degli idrocarburi policiclici applicabile agli oli di oliva e di sanso;

Viste le disposizioni adottate da alcuni paesi in materia di limiti per gli idrocarburi policiclici aromatici e di criteri analitici ;

Considerando la raccomandazione formulata dai chimici che collaborano con il Consiglio;

ADOTTA LA SEGUENTE RISOLUZIONE

Si raccomanda ai membri di applicare per gli oli di oliva e gli oli di sanso di oliva commestibili:

- il limite massimo di 2 µg/kg per il tenore di benzo (a) pirene determinato secondo il metodo ISO 15302 “Animal and vegetable fats and oils – Determination of benzo(a)pyrene – Reverse-phase high performance liquid chromatography method”;

Il metodo tipo da utilizzare, adeguatamente validato, deve rispondere ai seguenti criteri:

Tipo 1

- Sistema di purificazione mediante eluizione dei campioni sciolti in un solvente appropriato, attraverso una fase solida.
- Concentrazione dell'estratto per l'analisi.
- Analisi dell'estratto mediante cromatografia liquida ad alta risoluzione (HPLC) in fase inversa, mediante rilevatore a fluorescenza, possibilmente regolabile per quanto riguarda le lunghezze delle onde di eccitazione e di emissione.
- Conferma, se del caso, mediante un metodo alternativo adeguatamente validato.^(*)

Tipo 2

- Saponificazione dell'olio ed estrazione dell'eventuale residuo mediante esano o altro solvente adeguato.
- Concentrazione dell'estratto e nuova soluzione in acetonitrile .
- Analisi dell'estratto mediante cromatografia liquida ad alta risoluzione (HPLC) in fase inversa, mediante rilevatore a fluorescenza, possibilmente regolabile per quanto riguarda le lunghezze delle onde di eccitazione e di emissione.
- Conferma, se del caso, mediante un metodo alternativo adeguatamente validato.^(*)

Madrid (Spagna), addì 18 novembre 2005

^(*) In base ai parametri indicati nel documento allegato “Method of analysis to be used by the laboratory and laboratory control requirements”.

METODO D'ANALISI UTILIZZATO DAL LABORATORIO E REQUISITI DEL LABORATORIO IN MATERIA DI CONTROLLO

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 $[(s_r/x) \times 100]$.
- $R =$ 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 $[(s_r/x) \times 100]$, in cui 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.

2. Requisiti specifici

Nel caso in cui a livello COI 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
Limite d'individuazione	Non oltre 0,3 $\mu\text{g}/\text{kg}$
Limite di quantificazione	Non oltre 0,9 $\mu\text{g}/\text{kg}$
Precisione	Valori $HORRAT_r$ o $HORRAT_R$ inferiori a 1,5 nella prova di convalida collettiva
Recupero	50%-120%
Specificità	Nessuna interferenza proveniente dalla matrice o spettrale, verifica dell'individuazione positiva

2.1. 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.

3. 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.

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. Norme di qualità applicabili ai laboratori

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).