

## **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<sup>a</sup> riunione, nel quadro della 85<sup>a</sup> 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.<sup>(\*)</sup>

#### 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.<sup>(\*)</sup>

Madrid (Spagna), addì 18 novembre 2005

<sup>(\*)</sup> 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

<b>Parametro</b>	<b>Valore/Osservazione</b>
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).