



# RAPPORTI ISTISAN 21|22

ISSN: 1123-3117 (cartaceo) • 2384-8936 (online)

## **Migrazione specifica di nichel, cromo e manganese da materiali e oggetti di acciaio inossidabile a contatto con alimenti: indicazioni pratiche per i laboratori di analisi**

M.R. Milana, R. Feliciani, S. Giamberardini, A. Sepe, G. Padula, V. Mannoni, C. Gesumundo, M. Denaro, C. Arena, F. Vanni, M. de Felice, M. Chiodi, P. Angelini, M. Capasso, A.R. Mosetti, I. Perini, M. Ferrari, S. Coluccia, A. Perico, C. Capannesi, S. Menotta, F. Bonemazzi, A. Giuliani, R. Quondam Luigi, N. Bizzozero, P. Berta, E. Rizzo, G. Notaro, M. Palma, G. Venturelli, C. Devia



AMBIENTE  
E SALUTE



# ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ

## **Migrazione specifica di nichel, cromo e manganese da materiali e oggetti di acciaio inossidabile a contatto con alimenti: indicazioni pratiche per i laboratori di analisi**

Maria Rosaria Milana (a), Roberta Feliciani (a), Silvia Giamberardini (a),  
Alessandra Sepe (a), Giorgio Padula (a), Veruscka Mannoni (a),  
Cinzia Gesumundo (a), Massimo Denaro (a), Fabiana Vanni (a),  
Marco de Felice (a), Monica Chiodi (a), Claudio Arena (a),  
Paola Angelini (a), Monica Capasso (b), Anna Rita Mosetti (b),  
Ilaria Perini (b), Massimo Ferrari (c), Sara Coluccia (d), Andrea Perico (e),  
Cecilia Capannes (e), Simonetta Menotta (f), Francesca Bonemazzi (g),  
Alessandra Giuliani (h), Romina Quondam Luigi (b), Nicoletta Bizzozero (i),  
Patrizia Berta (i), Edmondo Rizzo (i), Giacomo Notaro (l),  
Mariangela Palma (m), Gloria Venturelli (n), Carla Devia (n)

*(a) Dipartimento Ambiente e Salute, Istituto Superiore di Sanità, Roma*

*(b) Direzione Generale per l'Igiene e la Sicurezza degli Alimenti e la Nutrizione,  
Ministero della Salute, Roma*

*(c) Agenzia Regionale Protezione Ambientale provincia autonoma di Trento, Trento*

*(d) Agenzia Regionale Protezione Ambientale del Piemonte, Torino*

*(e) Unità Sanitaria Locale Toscana Centro, Firenze*

*(f) Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Lombardia e dell'Emilia Romagna, Bologna*

*(g) Agenzia Regionale per la Protezione Ambientale del Friuli Venezia Giulia, Pordenone*

*(h) Agenzia Regionale Protezione Ambientale del Lazio, Roma*

*(i) Agenzia di tutela della Salute, Milano1, Milano*

*(l) Agenzia di tutela della Salute Milano, Laboratorio di Prevenzione, Milano*

*(m) Agenzia Regionale Protezione Ambientale della Puglia, Bari*

*(n) Agenzia Regionale Protezione dell'ambiente Ligure, Genova*

ISSN: 1123-3117 (cartaceo) • 2384-8936 (online)

**Rapporti ISTISAN**  
**21/22**

Istituto Superiore di Sanità

**Migrazione specifica di nichel, cromo e manganese da materiali e oggetti di acciaio inossidabile a contatto con alimenti: indicazioni pratiche per i laboratori di analisi.**

Maria Rosaria Milana, Roberta Feliciani, Silvia Giamberardini, Alessandra Sepe, Giorgio Padula, Veruscka Mannoni, Cinzia Gesumundo, Massimo Denaro, Claudio Arena, Fabiana Vanni, Marco de Felice, Monica Chiodi, Paola Angelini, Monica Capasso, Anna Rita Mosetti, Ilaria Perini, Massimo Ferrari, Sara Coluccia, Andrea Perico, Cecilia Capannesi, Simonetta Menotta, Francesca Bonemazzi, Alessandra Giuliani, Romina Quondam Luigi, Nicoletta Bizzozero, Patrizia Berta, Edmondo Rizzo, Giacomo Notaro, Mariangela Palma, Gloria Venturelli, Carla Devia  
2021, ii, 62 p. Rapporti ISTISAN 21/22

I materiali e oggetti di acciaio inossidabile destinati al contatto con alimenti, secondo la legislazione italiana devono rispondere ai requisiti previsti dal DM 21 marzo 1973 e successivi aggiornamenti relativamente ai limiti di migrazione specifica di cromo, nichel e manganese. In tale ambito, un gruppo di lavoro composto dal Laboratorio Nazionale di Riferimento sui Materiali e Oggetti a Contatto con alimenti (LNR-MOCA) e da rappresentanti dei Laboratori Pubblici del Controllo Ufficiale dei Prodotti Alimentari ha sviluppato un documento di orientamento con indicazioni pratiche, evidenziando suggerimenti operativi sugli aspetti di campionamento e di prova per i MOCA di acciaio inossidabile.

*Parole chiave:* Acciaio inossidabile; Contatto; Alimenti; Cessione; Analisi

Istituto Superiore di Sanità

**Specific migration of nickel, chromium and manganese from food contact materials made of stainless steel: operative indications for laboratories.**

Maria Rosaria Milana, Roberta Feliciani, Silvia Giamberardini, Alessandra Sepe, Giorgio Padula, Veruscka Mannoni, Cinzia Gesumundo, Massimo Denaro, Claudio Arena, Fabiana Vanni, Marco de Felice, Monica Chiodi Paola Angelini, Monica Capasso, Anna Rita Mosetti, Ilaria Perini, Massimo Ferrari, Sara Coluccia, Andrea Perico, Cecilia Capannesi, Simonetta Menotta, Francesca Bonemazzi, Alessandra Giuliani, Romina Quondam Luigi, Nicoletta Bizzozero, Patrizia Berta, Edmondo Rizzo, Giacomo Notaro, Mariangela Palma, Gloria Venturelli, Carla Devia  
2021, ii, 62 p. Rapporti ISTISAN 21/22 (in Italian)

According to the Italian legislation, Food Contact Materials and articles (FCM) made of stainless steel must comply to the requirements of the Ministerial Decree 21 March 1973 and amendments on specific migration limits for Chromium, Nickel and Manganese. In this frame, a working group among the National Reference Laboratory on Food Contact Materials (NRL-FCM) and Representatives of Public Official Control Laboratories for Food Products developed a document that highlights operative suggestions on sampling and testing for stainless steel FCM.

*Key words:* Stainless steel; Contact; Food; Leaching; Analysis

Si ringrazia la Dott.ssa Sandra Salinetti (Servizio Comunicazione Scientifica) per la sua preziosissima e puntuale collaborazione nella revisione editoriale del documento.

Per informazioni su questo documento scrivere a: [mariarosaria.milana@iss.it](mailto:mariarosaria.milana@iss.it), [giorgio.padula@iss.it](mailto:giorgio.padula@iss.it)

Il rapporto è accessibile online dal sito di questo Istituto: [www.iss.it](http://www.iss.it)

Citare questo documento come segue:

Milana MR, Feliciani R, Giamberardini S, Sepe A, Padula G, Mannoni V, Gesumundo C, Denaro M, Arena C, Vanni F, de Felice M, Chiodi M, Angelini P, Capasso M, Mosetti AR, Perini I, Ferrari M, Coluccia S, Perico A, Capannesi C, Menotta S, Bonemazzi F, Giuliani A, Quondam Luigi R, Bizzozero N, Berta P, Rizzo E, Notaro G, Palma M, Venturelli G, Devia C. *Migrazione specifica di nichel, cromo e manganese da materiali e oggetti di acciaio inossidabile a contatto con alimenti: indicazioni pratiche per i laboratori di analisi*. Roma: Istituto Superiore di Sanità; 2021. (Rapporti ISTISAN 21/22).

---

Legale rappresentante dell'Istituto Superiore di Sanità: *Silvio Brusaferrò*

Registro della Stampa - Tribunale di Roma n. 114 (cartaceo) e n. 115 (online) del 16 maggio 2014

Direttore responsabile della serie: *Paola De Castro*

Redazione: *Sandra Salinetti*

La responsabilità dei dati scientifici e tecnici è dei singoli autori, che dichiarano di non avere conflitti di interesse.



# INDICE

<b>Introduzione</b> .....	1
<b>1. Scopo e campo di applicazione</b> .....	3
<b>2. Riferimenti legislativi sui MOCA di acciaio inossidabile</b> .....	4
2.1. Legislazione europea.....	4
2.2. Legislazione italiana.....	4
<b>3. Aspetti legislativi sui MOCA di acciaio inossidabile</b> .....	5
3.1. Legislazione generale nazionale ed europea.....	5
3.2. Legislazione italiana specifica.....	5
<b>4. Definizioni utilizzate</b> .....	8
4.1. Partita.....	8
4.2. Sottopartita.....	8
4.3. Lotto.....	8
4.4. Campione.....	8
4.5. Aliquota.....	9
4.6. Laboratorio.....	9
4.7. Campione di laboratorio.....	9
4.8. Set.....	9
4.9. Confezioni contenenti più oggetti identici.....	9
4.10. Confezioni contenenti più oggetti diversi.....	9
4.11. Oggetto.....	9
4.12. Articolo.....	10
4.13. Pezzo.....	10
<b>5. Modalità di campionamento</b> .....	11
5.1. Precauzioni per gli operatori del campionamento.....	11
5.2. Esame documentale preliminare.....	11
5.3. Campionamento di lotti.....	12
5.4. Numero di aliquote.....	13
5.5. Numero di articoli per ogni aliquota.....	13
5.5.1. Quantità di materiali/oggetti di acciaio inossidabile per le analisi di laboratorio: numerosità di pezzi per ogni aliquota.....	13
5.6. Confezionamento del campione per la trasmissione.....	14
5.7. Sigillo, etichettatura, verbalizzazione del campionamento.....	14
5.7.1. Sigillo ed etichettatura.....	15
5.7.2. Verbalizzazione.....	15
5.8. Tipi di campionamento.....	17
5.8.1. Campionamento di set.....	17
5.8.2. Campionamento di sottopartite di articoli individuali.....	17
5.8.3. Campionamento di confezioni contenenti più oggetti identici.....	17
5.8.4. Campionamento di confezioni contenenti più oggetti diversi.....	17
5.8.5. Casi particolari di campionamento.....	17
<b>6. Prove di laboratorio</b> .....	18
6.1. Numero dei pezzi da sottoporre a test.....	18
6.2. Individuazione del tipo di acciaio.....	18
6.3. Preparazione dei campioni.....	18
6.3.1. Parti da sottoporre al test.....	18
6.4. Prova di migrazione.....	19

6.4.1. Calcolo della superficie di contatto .....	19
6.4.1.1. Provini .....	19
6.4.1.2. Oggetti riempibili .....	19
6.4.1.3. Oggetti di forma irregolare .....	20
6.5. Scelta delle condizioni di prova .....	21
6.5.1. Tipo di contatto.....	21
6.5.2. Tempi e temperature di contatto .....	21
6.5.3. Uso breve o prolungato.....	22
6.5.4. Simulante.....	22
6.5.5. Rapporto superficie/volume di contatto.....	23
6.5.6. Casi particolari per rapporto S/V .....	23
6.6. Esposizione al simulante: modalità.....	23
6.6.1. Oggetti riempibili – recipienti .....	23
6.6.2. Provini ed oggetti non riempibili .....	24
6.7. Preparazione dei campioni e della vetreria .....	24
6.7.1. Trattamento dei campioni per l’analisi: pulizia e lavaggio.....	24
6.7.2. Decontaminazione della vetreria .....	25
6.8. Test di migrazione.....	25
6.8.1. Test per immersione .....	25
6.8.2 Test per riempimento.....	27
6.8.2.1 Test per 10 giorni a 40°C.....	27
6.8.3. Recupero del simulante dopo il contatto.....	28
<b>7. Metodi di analisi strumentale per la determinazione</b>	
<b>di cromo, nichel, manganese .....</b>	<b>29</b>
7.1. Principi generali e criteri da rispettare .....	29
7.2. Trattamento del dato proveniente dall’analisi strumentale .....	29
7.3. Modalità di espressione dei risultati.....	31
7.4 Stima dell’incertezza di misura.....	31
<b>8. Giudizio di conformità.....</b>	<b>32</b>
8.1. Comparazione con i limiti (singoli risultati) .....	32
8.2. Valutazione risultati multipli (prove ripetute, set di oggetti) .....	32
<b>9. Rapporto di prova .....</b>	<b>34</b>
<b>Bibliografia.....</b>	<b>35</b>
<b>Legislazione di riferimento .....</b>	<b>36</b>
<b>Appendice A</b>	
Schemi operativi per i laboratori.....	39
<b>Appendice B</b>	
Note del Ministero della Salute.....	51

## INTRODUZIONE

I Materiali e gli Oggetti destinati a venire a Contatto con gli Alimenti (MOCA) sono stati inseriti nella filiera della sicurezza alimentare. Essi sono soggetti al Regolamento (CE) 178/2002, alle norme generali, e alle procedure di controllo ufficiale dei prodotti alimentari stabilite dal Regolamento (UE) 2017/625 del Parlamento europeo e del Consiglio del 15 marzo 2017 relativo ai controlli e alle altre attività ufficiali effettuati per garantire l'applicazione della legislazione sugli alimenti e sui mangimi, nonché delle norme sul benessere degli animali, sulla sanità delle piante e sui prodotti fitosanitari.

Gli Stati Membri devono verificare che i MOCA rispondano ai requisiti di sicurezza alimentare effettuando opportuni controlli alle frontiere e sul territorio nazionale.

A livello europeo esiste, per i MOCA, il Regolamento Quadro (CE) 1935/2004 applicabile a tutti i materiali e il Regolamento (CE) 2023/2006 sulle Buone Pratiche di Fabbricazione.

In ambito nazionale, invece, per gli Stati Membri esiste la possibilità di mantenere o adottare norme proprie per materiali non armonizzati. In tale contesto, i MOCA di acciaio inossidabile (inox) rappresentano un caso emblematico di applicazione di leggi nazionali in assenza di accordi europei.

Poiché per i MOCA di acciaio inossidabile esistono approcci legislativi diversi fra Stati Membri, si sono verificate differenze evidenti nel sistema d'allerta per alimenti e mangimi (*Rapid Alert System for Food and Feed*, RASFF). Gli Stati Membri hanno spesso agito in modo non uniforme, infatti, proprio in conseguenza dei diversi approcci nazionali.

È pertanto emersa la necessità di armonizzare, sul territorio nazionale, l'orientamento dei laboratori, sia del Servizio Sanitario Nazionale (SSN), sia di altre strutture pubbliche, che effettuano analisi di MOCA per il Controllo Ufficiale dei Prodotti Alimentari.

Il Laboratorio Nazionale di Riferimento sui MOCA (LNR MOCA) presso l'Istituto Superiore di Sanità (Dipartimento Ambiente e Salute) ha perciò organizzato un gruppo di lavoro in cui i referenti dei Laboratori Pubblici del Controllo Ufficiale dei Prodotti Alimentari collaborassero alla stesura di un documento operativo che potesse costituire un riferimento condiviso, sia per l'applicazione della norma italiana (limiti e condizioni di prova), sia per lo svolgimento delle prove e per l'elaborazione dei risultati.

Al gruppo di lavoro hanno partecipato i seguenti Enti e Laboratori tra cui:

- LNR MOCA - Istituto Superiore di Sanità, Roma;
- DGISAN UFFICIO 6 (Direzione Generale per l'Igiene e la Sicurezza degli Alimenti e la Nutrizione) - Ministero della Salute, Roma;
- ARPA FVG (Agenzia Regionale per la Protezione Ambientale del Friuli Venezia Giulia), Pordenone;
- ARPA Lazio (Agenzia Regionale Protezione Ambientale del Lazio), Roma;
- ARPA Piemonte (Agenzia Regionale Protezione Ambientale del Piemonte), Torino;
- ARPA Puglia (Agenzia Regionale Protezione Ambientale della Puglia,) Bari;
- APPA Trento (Agenzia Regionale Protezione Ambientale provincia autonoma di Trento), Trento;
- ARPA Umbria (Agenzia Regionale Protezione Ambientale dell'Umbria), Terni;
- ARPAL (Agenzia Regionale Protezione dell'ambiente Ligure), Genova;
- Azienda USL (Unità Sanitaria Locale) Toscana Centro, Firenze;
- ATS (Agenzia di tutela della Salute) Milano 1, Milano;
- ATS Milano Laboratorio di Prevenzione, Milano;

- IZSLER (Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Lombardia e dell'Emilia Romagna), Bologna;
- IZS (Istituto Zooprofilattico sperimentale del Piemonte Liguria e Valle d'Aosta), Cuneo;

Il documento viene pubblicato a beneficio di tutti gli stakeholder al fine di garantire un alto livello di trasparenza e di collaborazione. Esso viene emanato in via sperimentale e sarà prontamente revisionato qualora si evidenzino situazioni o pervengano segnalazioni che richiedano modifiche o aggiornamenti.

Vengono fornite indicazioni sulle operazioni di campionamento, sulle analisi nell'ambito delle attività relative al controllo MOCA (DM 21 marzo 1973 e s.m.i.), ma questo documento non sostituisce eventuali regole di applicazione emanate dalle Autorità Competenti, né risulta esaustivo di ogni possibile situazione.

Il documento è corredato da 2 Appendici:

- Appendice A. Schemi operativi per i laboratori;
- Appendice B. Note del Ministero della Salute.

## 1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

Le indicazioni operative si applicano ai MOCA di acciaio inossidabile, mettendo in evidenza alcuni suggerimenti operativi sugli aspetti di campionamento e di prova, al fine di verificare la conformità a quanto disposto dal DM 21 marzo 1973 e s.m.i., relativamente ai limiti di migrazione specifica di cromo (Cr), nichel (Ni) e manganese (Mn)<sup>1</sup>.

Il DM 21 marzo 1973 e s.m.i. indica le condizioni di contatto, il metodo di determinazione, e i limiti di migrazione, in ogni caso, e sulla base di queste premesse si ritiene opportuno fornire ulteriori dettagli riguardanti gli aspetti operativi e l'interpretazione dei risultati analitici.

Questo documento presenta utili indicazioni agli operatori dei Laboratori Pubblici nel corso delle operazioni di Controllo Ufficiale dei Prodotti Alimentari secondo le regole applicabili, ma non rappresenta necessariamente il mezzo con il quale gli Operatori Economici (OE) possono dimostrare la conformità, come invece è richiesto dagli articoli 6 e 7 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i.

Le verifiche di conformità sui campioni di MOCA di acciaio inossidabile sono eseguite sui prodotti finiti e pronti per l'uso prima che siano venuti a contatto con alimenti. Sono quindi esclusi dal documento i semilavorati, ad eccezione dei provini, delle materie prime, e dei contenitori confezionati già contenenti alimenti.

---

<sup>1</sup> Al momento l'ultimo aggiornamento pubblicato è il DM del 9 maggio 2019, n. 72. Regolamento recante l'aggiornamento al decreto del Ministro della sanità 21 marzo 1973, recante: "Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili destinati a venire a contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale" limitatamente agli acciai inossidabili, rettificato con Comunicato relativo al decreto del Ministro della salute 9 maggio 2019, n. 72 su *Gazzetta Ufficiale* n. 267 del 14.11.2019.

## **2. RIFERIMENTI LEGISLATIVI SUI MOCA DI ACCIAIO INOSSIDABILE**

La legislazione applicabile ai MOCA di acciaio inossidabile si distingue in normativa generale (europea e italiana) che si applica a tutti i MOCA e una specifica norma nazionale relativa solo all'acciaio inossidabile.

### **2.1. Legislazione europea**

La legislazione europea applicabile ai MOCA di acciaio inossidabile è esclusivamente di tipo generale:

- Regolamento (CE) 178/2002;
- Regolamento (CE) 1935/2004;
- Regolamento (UE) 2017/625;
- Regolamento (CE) 2023/2006.

### **2.2. Legislazione italiana**

La legislazione italiana applicabile ai MOCA di acciaio inossidabile contiene sia norme di carattere generale sia regolamentazione specifica:

- DM 21 marzo 1973 e s.m.i.;
- DPR 777/1982;
- DL.vo 108/1992;
- DM 140/2013;
- DM 195/2015;
- DL.vo 29/2017;
- DM 72/2019;
- Comunicato relativo al decreto del Ministro della Salute 9 maggio 2019, n. 72 concernente il “Regolamento recante l’aggiornamento al decreto del Ministro della sanità 21 marzo 1973, recante: “Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili, destinati a venire in contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d’uso personale”, limitatamente agli acciai inossidabili”.

### **3. ASPETTI LEGISLATIVI SUI MOCA DI ACCIAIO INOSSIDABILE**

#### **3.1. Legislazione generale nazionale ed europea**

I MOCA sono disciplinati a livello europeo dal Regolamento (CE) 1935/2004, che stabilisce i requisiti generali, e dal Regolamento (CE) 2023/2006 relativo alle norme di buona fabbricazione (*Good Manufacturing Practice*, GMP).

In base all'art. 6 del Regolamento (CE) 1935/2004, in mancanza di misure specifiche, di cui all'art. 5, gli Stati Membri possono mantenere o adottare disposizioni nazionali a condizione che siano conformi alle norme del trattato.

#### **3.2. Legislazione italiana specifica**

Sul territorio nazionale i MOCA di acciaio inossidabile sono disciplinati dalle disposizioni generali del DPR 777/1982 così come le successive modifiche, le disposizioni specifiche riportate nel DM 21 marzo 1973 e s.m.i. (cfr. il capo VI: artt. 36 e 37, e Allegato II, sezione 6 "Acciai inossidabili", come modificato da ultimo DM 72/2019).

In particolare, il DM 21 marzo 1973 e s.m.i. per l'acciaio inossidabile prevedono disposizioni nella parte generale (artt. 1-8), nelle parti specifiche (artt. 36-37) e negli Allegati correlati.

Le parti del decreto applicabili all'acciaio inossidabile sono:

- artt. 1-3: definizioni e campo di applicazione;
- art. 4: inclusione in liste positive;
- art. 5: rispondenza a limiti di migrazione;
- artt. 6-8: responsabilità delle imprese, idoneità tecnologica all'uso, dichiarazioni di conformità, etichettatura, corretta informazione delle imprese utilizzatrici e del consumatore;
- art. 36: tipi di acciaio inossidabile ammessi all'impiego;
- art. 37: prove di migrazione;
- Allegato I: protocollo per l'inserimento di nuovi componenti;
- Allegato II: liste positive;
- Allegato III-IV: classificazione convenzionale, criteri e metodi di controllo.

In sintesi, gli oggetti di acciaio inossidabile prodotti in Italia e/o provenienti da Paesi terzi devono essere conformi alle disposizioni generali degli artt. 1-8 e degli artt. 36-37 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i. ovvero ai seguenti quattro punti:

1. essere preparati esclusivamente con tipologia di acciaio inossidabile stabilito nella lista dell'Allegato II, alla sezione 6;

allo stesso tempo

2. rispettare le previsioni relative ai limiti di migrazione globale (art. 5 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i.). La determinazione della migrazione globale, che deve essere  $\leq 8 \text{ mg/dm}^2$  o  $50 \text{ mg/kg}$  di alimento, non è oggetto del presente documento;
3. rispettare i limiti di migrazione specifica di 0,1 ppm fissati a tutela della salute per il Cr (trivalente), il Ni, il Mn (art. 37 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i.).

4. risultare tecnologicamente idonei per le condizioni d'uso verosimilmente prevedibili (art. 7 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i.).

Nella lista degli acciai inossidabili che possono essere utilizzati a contatto con gli alimenti,<sup>2</sup> gli acciai inossidabili autorizzati vengono inseriti con le specifiche denominazioni secondo la nomenclatura internazionale riconosciuta, corrispondente a standard internazionali. Ciascun tipo di acciaio viene, infatti, indicato con la sigla che ne caratterizza la composizione chimica secondo la norma dell'Ente Italiano di Certificazione (UNI) UNI EN 10088-1:2014 (1) e/o la classificazione della *American Iron and Steel Institute* (manuale AISI agosto 1985) (2), e/o le specifiche tecniche della *American Society for Testing and Materials* (ASTM) (elenco disponibile all'indirizzo: <https://www.astm.org/products-services/astm-bos-1.html>), e/o le designazioni dello *Unified Numbering System for Metals and Alloys* (UNS).

Viceversa, gli acciai privi di una designazione nell'ambito delle suddette norme tecniche internazionali vengono identificati in modo univoco con l'indicazione dell'analisi di colata completa, come previsto dalla stessa norma EN 10088-1:2014.

L'inserimento di nuovi acciai inossidabili nella lista positiva, come per gli altri materiali del DM 21 marzo 1973 e s.m.i., è subordinato alla presentazione da parte del richiedente di un dossier comprendente le informazioni necessarie per la valutazione, cioè: i dati di tipo chimico, chimico-fisico, tecnologico, compositivo, nonché i dati di migrazione in simulanti alimentari.

Il protocollo di valutazione con funzione di guida<sup>3</sup> costituisce l'Allegato I del decreto stesso.

In base al principio del mutuo riconoscimento gli acciai inossidabili legalmente prodotti e/o commercializzati in un altro Stato dell'Unione Europea, quelli legalmente prodotti negli originari Paesi contraenti l'accordo sullo Spazio Economico Europeo, nonché in Turchia, possono essere commercializzati in Italia se garantiscono un livello di sicurezza sanitaria equivalente a quello disposto dall'art. 37 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i.

Per quanto riguarda l'approfondimento relativo agli aspetti giuridici del mutuo riconoscimento si veda in Appendice B1 la nota circolare DGSAN-6/ 22887-P-26/06/2012 I.4.c.c.8.10/2 del Ministero della Salute del 26 giugno 2012.

I casi possibili:

- Gli acciai inossidabili prodotti in Italia e/o in Paesi terzi devono essere conformi ai punti 1-4 sopra citati.
- Gli acciai inossidabili prodotti e/o commercializzati in un altro Stato dell'Unione europea, negli originari Paesi contraenti dell'accordo sullo Spazio Economico Europeo, nonché in Turchia devono essere conformi ai punti 2, 3 e 4 sopra citati, ovvero è possibile utilizzare acciai inossidabili non riportati sulla lista a condizione che siano rispettati i limiti di migrazione.

Nell'Allegato IV del DM 21 marzo 1973 e s.m.i. sono presenti i metodi analitici, in particolare, le norme di base per la verifica della migrazione nei simulanti di prodotti alimentari (Allegato IV, sezione 1). La determinazione della migrazione specifica del Cr, del Ni, del Mn è nella sezione 2 punti 3, 5, 10 dell'Allegato IV.

---

<sup>2</sup> Nota del Ministero della Salute DGSAN-6/22887-P-26/06/2012 I.4.c.c.8.10/2: "Materiali ed oggetti destinati a venire a contatto con i prodotti alimentari. Indicazioni sugli oggetti in acciaio inossidabile legalmente prodotti e/o commercializzati in un altro Stato dell'Unione Europea e quelli legalmente prodotti nei Paesi contraenti dell'accordo sullo spazio economico europeo nonché in Turchia". Allegato II sezione 6 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i., sostituito dall'ultimo DM 72/2019.

<sup>3</sup> Aggiornamento del DM 21 marzo 1973 e s.m.i., Allegato I sostituito con il DM 3 giugno 1994, n. 511.

La rispondenza alle disposizioni europee e nazionali sopra richiamate deve essere assicurata nella dichiarazione di conformità di tali materiali e oggetti.

Inoltre, il rispetto delle disposizioni di riferimento vigenti deve essere verificato nell'ambito delle attività di controllo ufficiale dei mangimi, dei prodotti alimentari e dei MOCA.

Nel Regolamento (CE) 1935/2004 della Commissione del 30 aprile 2004, l'art. 24 (Misure d'ispezione e di controllo) prevede che gli Stati membri svolgano controlli ufficiali ai fini dell'osservanza del Regolamento stesso, conformemente alle pertinenti disposizioni della normativa europea relativa ai controlli ufficiali dei mangimi, dei prodotti alimentari di cui al Regolamento (UE) 2017/625, relativo ai controlli ufficiali e alle altre attività ufficiali.

L'attività di controllo documentale è propedeutica al campionamento per il controllo analitico e consiste nel controllo dei documenti commerciali, della dichiarazione di conformità e nel caso della documentazione tecnica a supporto. La dichiarazione di conformità per i MOCA deve essere sempre disponibile nelle fasi di produzione, importazione, commercio all'ingrosso, e per gli utilizzatori con esclusione della vendita al dettaglio.

Per i contenuti della dichiarazione di conformità si faccia riferimento alla Nota Ministeriale n. 32249 dell'11 ottobre 2011, in Appendice B3 al presente documento.

Le sanzioni riguardanti i materiali destinati a venire a contatto con gli alimenti sono attualmente stabilite dal DL.vo 29/2017.

## **4. DEFINIZIONI UTILIZZATE**

Nel capitolo si farà uso, ovunque appropriato, di quanto già presente nella “Linea guida sul campionamento per il controllo ufficiale dei materiali e oggetti a contatto con gli alimenti presso i PCF” (3) sviluppata dal LNR MOCA, su mandato del Ministero della Salute per gli uffici di sanità marittima, aerea e di frontiera (USMAF), diffusa a luglio 2021.

Si ritiene che ai fini dell’armonizzazione delle operazioni, molte delle parti (es. definizioni, indicazioni sul campionamento) siano applicabili anche agli scopi del presente documento, tenendo conto che devono essere considerate non solo le operazioni di campionamento a livello di frontiera, ma anche le operazioni nel territorio nazionale.

### **4.1. Partita**

Una quantità di oggetti oppure di articoli (MOCA) coperti dagli stessi documenti, condotta dallo stesso mezzo di trasporto e proveniente dallo stesso Paese terzo. Una partita può essere composta da una o più sottopartite.

### **4.2. Sottopartita**

Una determinata porzione della partita che deve essere sottoposta al campionamento per l’analisi. Una sottopartita consiste in una quantità di un materiale o di un dato articolo o di un dato set di articoli con un corrispondente riferimento, o un numero o codice e una descrizione nel documento d’accompagnamento. La sottopartita può essere identificata da caratteristiche comuni: marchi, codici, origine, varietà, tipo di confezione e documenti. In caso di sottopartite di grandi dimensioni si possono identificare ulteriori sotto frazioni destinate al campionamento.

### **4.3. Lotto**

Una quantità definita di materiale di partenza, materiale di imballaggio, oppure un prodotto ottenuto in un unico processo, oppure in una serie di processi, in tal modo è possibile prevedere che sia omogeneo. Nel caso di produzione in continuo, il lotto deve corrispondere a una determinata frazione del prodotto caratterizzato dalla sua omogeneità. Un lotto può essere identificato da un numero di lotto.

### **4.4. Campione**

L’insieme degli oggetti/articoli (MOCA) prelevati per il controllo. Generalmente suddiviso in aliquote confezionate singolarmente.

## **4.5. Aliquota**

Parte del campione prelevato ai fini del controllo. Ogni aliquota è confezionata e identificata separatamente. L'identificazione delle aliquote è effettuata e verbalizzata a cura dell'addetto al controllo ufficiale. Ogni aliquota contiene "n" articoli/oggetti.

## **4.6. Laboratorio**

Laboratorio dell'SSN o altri Laboratori Pubblici che nell'ambito del Controllo Ufficiale dei prodotti alimentari di cui al Regolamento (UE) 2017/625 che effettuano analisi di prima e/o seconda istanza.

## **4.7. Campione di laboratorio**

Aliquota del campione destinata alle analisi di laboratorio.

## **4.8. Set**

Un insieme di oggetti diversi contenuti nella stessa confezione di vendita (es. set di utensili da cucina, set di posate, set per la pappa, ecc.).

## **4.9. Confezioni contenenti più oggetti identici**

Un insieme di oggetti identici contenuti nella stessa confezione di vendita (es. confezione di 6 coltelli in packaging cartone/plastica, confezione di 2 bicchieri in blister di cartoncino, ecc.).

## **4.10. Confezioni contenenti più oggetti diversi**

Un insieme di oggetti diversi contenuti nella stessa confezione di vendita: definizione equivalente alla definizione di set.

## **4.11. Oggetto**

Il singolo MOCA cui si riferisce il campionamento. Può riferirsi sia ad un materiale (es. bobina per la preparazione di scatole) che ad un oggetto propriamente detto: cucchiaino, bicchiere.

## **4.12. Articolo**

Il singolo elemento individuale del campione. Possono essere denominati “articoli” sia oggetti singoli, che confezioni formate da più oggetti (es. set).

## **4.13. Pezzo**

Definizione utile per indicare il numero di articoli o oggetti in un'aliquota. Per esempio, se l'articolo /oggetto è un cucchiaino, l'aliquota dovrebbe contenere X pezzi dell'articolo/oggetto.

## 5. MODALITÀ DI CAMPIONAMENTO

In questa sezione vengono trattati aspetti generali delle diverse fasi e operazioni di campionamento applicabili a tutti i MOCA. Anche se, si è cercato di rispettare la cronologia delle operazioni nelle fasi del campionamento, la sequenza delle fasi (identificazione dei lotti, degli articoli, la verbalizzazione ecc.) può essere adattata alla situazione senza pregiudizio per la corretta esecuzione del campionamento.

Il campionamento può essere effettuato in tutte le differenti fasi di immissione sul mercato: al sito di produzione, al punto di distribuzione/importazione, o in fase di commercio al dettaglio.

Sarebbe preferibile effettuare il campionamento nei grandi punti di distribuzione, o all'importazione, oppure dal produttore stesso. Ciò consentirebbe un intervento più efficace, come peraltro sottolineato nella Nota del Ministero della Sanità del 27 marzo 2001, riportata in Appendice B2. Inoltre, si disporrebbe del numero di pezzi sufficiente per le aliquote (vedi § 5.4 e 5.5), di pezzi identici, probabilmente dello stesso lotto.

I MOCA possono essere immessi in commercio in lotti di articoli individuali o a volte in set confezionati di diversi articoli.

### 5.1. Precauzioni per gli operatori del campionamento

In corso di campionamento si raccomanda di usare le precauzioni necessarie per assicurare la sicurezza di chi effettua il campionamento.

### 5.2. Esame documentale preliminare

Prima di effettuare un campionamento sarebbe opportuno procedere ad un controllo preventivo della documentazione relativa ai MOCA.

Si precisa che nel caso di MOCA di acciaio inossidabile:

- la dichiarazione di conformità è obbligatoria per i materiali e gli oggetti nelle fasi di produzione, importazione, commercio all'ingrosso e per gli utilizzatori. Tale dichiarazione deve necessariamente accompagnare gli articoli e deve essere messa a disposizione del personale ispettivo;
- nella fase di commercializzazione al dettaglio, non essendo obbligatoria anche per i MOCA di acciaio inossidabile da parte dell' esercente l'acquisizione della dichiarazione di conformità, sarà necessario il controllo dell'etichettatura figurante sul prodotto;
- è opportuno verificare sempre la presenza della documentazione o degli elementi di tracciabilità come richiesto dall'art. 17 del Regolamento (CE) 1935/2004.

Sarebbe infine utile, se non indispensabile e dirimente, acquisire copia della documentazione considerata e trasmetterla al Laboratorio.

Nel caso di MOCA di acciaio inossidabile prelevati presso la commercializzazione al dettaglio è necessario allegare, o riportare sul verbale di prelievo le diciture figuranti in etichetta, qualora non fosse presente la dichiarazione di conformità.

Nel caso in cui, la documentazione non sia subito disponibile al momento del prelievo (fatta salva l'adozione degli eventuali provvedimenti di competenza), la stessa dovrebbe essere richiesta e velocemente trasmessa – una volta acquisita – al Laboratorio.

In ogni caso, per ottimizzare le attività del Laboratorio, si devono avere a disposizione le seguenti informazioni:

1. identità del materiale (se possibile i codici riportati sulle tabelle di legge, es. AISI, UNS, composizione di colata, ecc.) per verificare l'effettivo uso di un acciaio inossidabile presente della lista positiva;
2. destinazione di uso, a meno che non risulti ovvio dalla forma inequivocabile del MOCA (es. coltelli, padella per friggere, ecc.), tipo di alimento, temperatura, uso ripetuto o prolungato;
3. eventuali restrizioni d'uso.

Ogni eventuale rilievo di irregolarità relativa alla documentazione è di competenza dell'Ente che effettua il prelievo. In riferimento all'identità del materiale (punto 1), si evidenzia che la conformità del campione in esame dipende dall'identità del materiale e dei suoi componenti rispetto alle restrizioni specifiche, e solo successivamente dall'esito delle analisi, esclusa l'eccezione indicata nella nota ministeriale riportata in appendice B1.

Solo le leghe di acciaio inossidabile, riportate nelle liste positive in Allegato II - Sezione VI del DM 21 marzo 1973 e s.m.i., sono ammesse per il contatto con gli alimenti.

È utile sottolineare che la verifica dell'identità del materiale può essere eseguita nella fase iniziale anche con esame documentale.

Alcune delle situazioni più frequenti sono le seguenti:

- se in base all'esame della documentazione del campione si verifica la non rispondenza dei requisiti di composizione non è necessario procedere alle analisi. Indipendentemente dall'esito, il campione risulterebbe comunque non conforme;
- se all'esame documentale si evidenzia che il materiale è tra quelli autorizzati al contatto con gli alimenti l'esito analitico della migrazione può confermare o meno la conformità dell'oggetto in esame;
- se il materiale è dichiarato acciaio inossidabile, ma non si hanno ulteriori indicazioni, l'eventuale conformità rispetto ai risultati del test di migrazione non assicurerà completamente la conformità del campione, né è sicura l'applicabilità delle prove;
- se non si hanno indicazioni sull'identità del materiale l'eventuale conformità rispetto ai risultati del test di migrazione non assicurerà completamente la conformità del campione, né è sicura l'applicabilità delle prove.

Alla luce di quanto sopra, e in assenza della documentazione citata a causa della carenza di elementi di riferimento, il laboratorio pur accettando il campione potrebbe non essere in grado di garantire la corretta esecuzione delle determinazioni analitiche, o di valutare la conformità del materiale.

### **5.3. Campionamento di lotti**

Ogni lotto dovrebbe essere campionato separatamente, poiché una partita può essere formata anche da più lotti. Nell'ambito delle attività di campionamento può essere individuata una sottopartita formata da prodotti di uno stesso lotto.

## 5.4. Numero di aliquote

Il campione deve essere suddiviso in un numero di aliquote sufficiente a garantire il rispetto delle disposizioni legislative pertinenti.

Nell'ambito del controllo ufficiale eseguito sul territorio da Enti territoriali come le Aziende Sanitarie Locali (ASL) oppure del Nucleo Antisofisticazione e Sanità dei carabinieri (NAS), il campionamento dovrà avvenire secondo le modalità indicate dagli art. 15 e segg. del DPR 327/1980, regolamento di esecuzione della Legge 283/1962, e successive modificazioni in materia di disciplina igienica della produzione, della vendita delle sostanze alimentari e delle bevande. A seguito dell'emanazione del DL.vo 27/2021, indicazioni ulteriori sono state fornite nella Nota del Ministero della Salute in Appendice B4.

Il campione è composto da 5 aliquote, se prelevato alla distribuzione o presso utilizzatori; oppure da 4 aliquote se preso alla produzione.

Le aliquote richieste per i controlli all'importazione devono essere tre: una per l'analisi di prima istanza, una per la revisione, una per la Ditta. È comunque consigliabile, ove possibile, predisporre una quarta aliquota da fornire al Laboratorio in caso di inconvenienti tecnici (es. deterioramento della confezione, contaminazioni del campione, ecc.). La quarta aliquota potrà essere lasciata in custodia all'importatore. Una quinta aliquota dovrebbe essere prelevata e tenuta a disposizione della Magistratura.

È consentito il prelevamento in aliquota unica, ma l'utilizzo di tale procedura dovrà avere carattere di eccezionalità: sul verbale di prelevamento deve essere giustificata esaurientemente la causa (se è la mancanza di quantitativo sufficiente, devono essere riportate le quantità effettivamente presenti nell'esercizio).

Dovranno, inoltre, essere garantiti i diritti della difesa previsti dalle vigenti normative con particolare riferimento al DL.vo 27/2021.

## 5.5 Numero di articoli per ogni aliquota

A seconda del materiale/oggetto, della numerosità e del tipo di analisi da effettuare il numero di articoli, o la loro quantità sarà diversa. Da un punto di vista generale, il numero degli articoli per ogni aliquota deve garantire la corretta esecuzione dei controlli di Laboratorio.

### 5.5.1. Quantità di materiali/oggetti di acciaio inossidabile per le analisi di laboratorio: numerosità di pezzi per ogni aliquota

Il DM 21 marzo 1973 e s.m.i. prevede l'esecuzione di test di migrazione globale e di migrazione specifica di Cr, Ni e Mn.

Il campionamento dovrebbe tenere conto di un numero minimo di replicati per l'analisi.

Dal punto di vista generale, si ritiene che il numero ottimale di pezzi dovrebbe essere sempre 6, ma in casi particolari (es. scarsa disponibilità) il numero dei pezzi può scendere a 3.

Il numero di pezzi per ogni aliquota può variare anche tenendo conto delle dimensioni dell'oggetto da campionare.

Prima di procedere al campionamento è opportuno verificare nel DM 21 marzo 1973 e s.m.i. l'esistenza di eventuali limitazioni d'impiego per l'acciaio in questione.

Si propone la seguente schematizzazione dettagliata per MOCA di acciaio inossidabile:

- *Provini o materiale dal quale possono essere ricavati provini*: superficie sufficiente per ricavare 5 + 1 provini da 1 dm<sup>2</sup>.
- *Utensili da tavola* (es. posate) se l'acciaio è stato autorizzato senza limitazioni di impiego: auspicabile 6 pezzi, necessari almeno 3 pezzi per aliquota.
- *Utensili da cucina* (es. spremiagrumi) se l'acciaio è stato autorizzato senza limitazioni di impiego: auspicabile 6 pezzi, necessari almeno 3 pezzi per aliquota.
- *Oggetti riempibili da cucina e da tavola, diversi da pentole*: se l'acciaio è stato autorizzato senza limitazioni di impiego, almeno 6 pezzi per aliquota, se è stato autorizzato solo per alcuni tipi di alimenti (dichiarato o evidente) il numero dei pezzi può essere dimezzato e cioè almeno 3 per aliquota.
- *Pentole*: sarebbero preferibili 6 pezzi, ma andranno tenute in conto le dimensioni. In ogni caso almeno 3 pezzi per aliquota, possibilmente con il relativo coperchio.
- *Set di pentole*: almeno 3 pezzi o 3 set per aliquota, in dipendenza della numerosità degli oggetti all'interno del set: sarà cura del laboratorio scegliere gli oggetti rappresentativi.
- *Oggetti da forno*: come per esempio teglie, griglie ecc., almeno 3 pezzi per aliquota.
- *Piccole attrezzature da cucina*: 6 pezzi per aliquota.
- *Parti di macchinari*: caso per caso in considerazione delle dimensioni e della funzione del macchinario (v. set).
- *Coperchi e chiusure*: almeno 6 pezzi per aliquota.
- *Piccoli elettrodomestici*: almeno 3 pezzi per aliquota.

## 5.6. Confezionamento del campione per la trasmissione

L'oggetto/articolo campionato dovrebbe essere posto in un contenitore pulito: sacchetto, busta, scatola ecc., in grado di proteggere il campione di laboratorio da contaminazioni, da eventuali danneggiamenti durante il trasporto e la custodia fino al momento dell'analisi.

Si consiglia di evitare l'uso di sacchi in plastica nera o altri tipi di sacchi usati per la raccolta dei rifiuti urbani perché sono realizzati, spesso, con materiali recuperati dal riciclo, frequentemente caratterizzati dalla presenza di sostanze volatili – riconoscibili dal forte odore che emanano – che potrebbero contaminare il campione.

Si consiglia, inoltre, di non usare mai come materiale di confezionamento o materiale per ammortamento di urti, carta di giornale o carta stampata, in quanto potenziale fonte di contaminazione.

## 5.7. Sigillo, etichettatura, verbalizzazione del campionamento

Questa è una fase importante perché il riscontro fra il campione (etichetta e sigillo) e i dati annotati nel verbale deve essere totale per permettere il riconoscimento univoco del campione, anche, ai fini legali.

Le operazioni di sigillatura, etichettatura delle aliquote e la verbalizzazione del campionamento si effettuano al momento del prelievo, secondo le regole vigenti nazionali, europee, e le disposizioni territoriali pertinenti.

Si riaffermano, comunque, alcuni punti fondamentali per il corretto proseguimento dell'iter di analisi e della valutazione finale della conformità del prodotto.

### 5.7.1. Sigillo ed etichettatura

Il campione diviso in aliquote (v. numero di aliquote) viene confezionato e ogni aliquota sigillata con modalità che garantisca l'inviolabilità del sigillo a protezione dell'integrità della confezione stessa.

L'etichetta o il cartellino identificativo dei campioni e delle aliquote non deve poter essere rimosso senza evidente traccia di effrazione.

Ogni aliquota deve avere un suo cartellino/etichetta e deve riportare le informazioni chiare, leggibili per consentire l'identificazione inequivocabile del campione e dell'aliquota contenuta nella confezione.

Dovrebbero essere riportati comunque:<sup>4</sup>

- ente prelevatore;
- denominazione del campione;
- numero o codice del campione, presente nei documenti di accompagnamento;
- identificativo dell'aliquota (distinzione delle aliquote che compongono il campione, es. a, b, c, d, oppure 1, 2, 3 ecc.);
- denominazione della Ditta;
- numero del verbale di campionamento attribuito dall'ente prelevatore;
- data del campionamento;
- nominativo e firma del personale che effettua il prelievo, eventualmente, il nominativo e la firma di chi assiste al prelievo.

L'etichetta o il cartellino possono essere redatte manualmente, con il computer, oppure in forma mista mediante etichette o cartellini prestampati riempiti poi a mano per le parti specifiche al campionamento del momento.

Si raccomanda, per le parti di compilazione manuale, il sistema di scrittura indelebile e si consiglia l'uso del carattere stampatello.

### 5.7.2. Verbalizzazione

Il verbale di prelievo o di campionamento deve riportare informazioni esaurienti: redazionalmente chiare sul tipo di campione e sulla sua destinazione di impiego, le caratteristiche (descrizione, codici ecc.) dell'oggetto campionato, le modalità e i dettagli del campionamento.

Il verbale di prelevamento va emesso in numero di copie congrue con il numero dei destinatari, per esempio, il personale responsabile del campionamento, la ditta presso cui si effettua il campionamento, il laboratorio, ecc.

In ogni caso, copie del verbale di campionamento dovranno sempre seguire il cammino delle aliquote campionate. Non esiste un formato unico a livello europeo, ma alcuni elementi sembrano irrinunciabili per consentire di mantenere la tracciabilità del campione fino agli stadi successivi di analisi di prima e seconda istanza.

Si ricorda che esiste una indicazione di verbale di campionamento destinata ad uffici periferici del Ministero della Salute (4).

Si può schematizzare quanto segue relativamente ad un verbale di campionamento.

---

<sup>4</sup> La descrizione è esemplificativa e non necessariamente esaustiva. Eventuali parti relative alla gestione e/o tracciabilità interna all'Ente prelevatore non fanno parte della lista.

### **5.7.2.1. Elementi essenziali in un verbale di campionamento**

Gli elementi essenziali di un verbale di campionamento sono:

- Ente prelevatore (denominazione, indirizzo dell’Ente);
- Numero o codice del campione (presente nei documenti di accompagnamento);
- Numero del verbale di campionamento (attribuito dall’ente prelevatore);
- Tipo di ricerca e motivo del prelievo;
- Descrizione (schematica o discorsiva) contenente la data del campionamento;
- Nominativi del Personale che effettua il campionamento e l’ufficio di appartenenza;
- Nominativo del produttore/esportatore/importatore presente al prelievo;
- Denominazione del campione;
- Descrizione del tipo di campione (es. materiale, forma, colore, set o articoli individuali).

### **5.7.2.2. Descrizione e dati di campionamento da inserire nel verbale**

Nel verbale dovrebbe essere inserita una descrizione schematica o discorsiva contenente informazioni su:

- situazione del campione al momento del campionamento (es. container, cartoni ecc., numero di unità dal quale si effettua il campionamento, temperatura, recipienti di contenimento ecc.).
- numero delle aliquote che compongono il campione, e identificativo usato (es. a, b, c, d, oppure, 2, 3 ecc.).
- contenuto di ogni aliquota (numero di pezzi, di confezioni, peso ecc.).
- modalità e descrizione del confezionamento delle aliquote.
- distribuzione delle aliquote (quali aliquote vengono lasciate al produttore, quali inviate al Laboratorio ecc.).
- note (dichiarazioni del personale della Ditta, note del prelevatore, ecc.).
- nominativo e firma del personale della Ditta presente al campionamento.
- nominativo e firma del personale che effettua il prelievo.
- data del campionamento.

### **5.7.2.3. Modalità di compilazione**

Il verbale può essere compilato manualmente o mediante computer, oppure in forma mista mediante moduli pre-organizzati riempiti poi a mano per le parti specifiche al campionamento del momento.

Per le parti di compilazione manuale si raccomanda un sistema di scrittura indelebile, e si consiglia uso di carattere stampatello.

Il verbale sarà, successivamente, duplicato in più copie (fotocopia di copia, ecc.) per essere trasmesso ai vari destinatari (da parte del Laboratorio di prima istanza, poi dal Laboratorio di seconda istanza ecc.). Si raccomanda una particolare cura nella scelta del formato e dei caratteri del verbale per salvaguardarne la leggibilità in fasi “remote”.

Naturalmente, lo schema mostrato potrà essere diverso a seconda degli enti prelevatori, per esempio i NAS, le Regioni, ecc., ma il contenuto e le modalità di compilazione non dovrebbero differire in modo sostanziale.

## **5.8. Tipi di campionamento**

I MOCA possono essere immessi in commercio in lotti di articoli individuali, identici o no, o a volte in set confezionati di diversi articoli oppure di articoli identici. Le modalità di campionamento generali sono descritte nel presente documento.

### **5.8.1. Campionamento di set**

Il set viene considerato come un articolo individuale (v. numero aliquote), anche se contenente oggetti diversi: set per la pappa, set di posate.

### **5.8.2. Campionamento di sottopartite di articoli individuali**

All'importazione in considerazione della disponibilità di quantità ingenti di materiale si può in generale campionare un numero adeguato di articoli individuali (vedi § 5.4 e 5.5).

Se gli articoli individuali sono identici (es. sottopartita di soli mestoli) si procederà di conseguenza. Se gli articoli individuali sono diversi e sfusi (es. sottopartita costituita da padelle di diverse dimensioni, sottopartita mista di mestoli, spatole ecc.), possono essere campionati individualmente gli articoli come oggetti separati, ai fini delle prove (es. campione di padelle, campione di mestoli, campione di spatole ecc.).

Anche a livello di grossisti in generale si dispone di quantità ingenti di materiali e si potrà campionare in numero adeguato.

Nel commercio al dettaglio potrebbe non essere disponibile la quantità di pezzi per formare le aliquote. In questo caso, sarà opportuno che il Laboratorio venga contattato per evitare che il numero di pezzi non sia sufficiente per effettuare i replicati di analisi.

### **5.8.3. Campionamento di confezioni contenenti più oggetti identici**

All'importazione in considerazione della disponibilità di quantità ingenti di materiale si può considerare la confezione come un articolo individuale, indipendentemente dal numero di oggetti in essa contenuti (vedi § 5.4.).

In generale, anche a livello di grossisti si dispone di quantità ingenti di materiali e si potrà campionare in numerosità adeguata.

Per il commercio al dettaglio potrebbe non essere disponibile la quantità di pezzi per formare le aliquote. In questo caso, sarà opportuno che il Laboratorio venga contattato per evitare che il numero di pezzi non sia sufficiente per effettuare i replicati di analisi.

### **5.8.4. Campionamento di confezioni contenenti più oggetti diversi**

Si applica quanto previsto per i set.

### **5.8.5. Casi particolari di campionamento**

In deroga a quanto indicato, per casi particolari, sarebbe opportuno che fosse contattato il Laboratorio che dovrà effettuare l'analisi, per evitare che il campionamento non risulti adeguato all'effettuazione di replicati di analisi.

## **6. PROVE DI LABORATORIO**

### **6.1. Numero dei pezzi da sottoporre a test**

Si raccomanda di eseguire l'analisi separatamente su tre oggetti, oppure, tre set di oggetti.

Se questo non fosse possibile, ad esempio, a causa del numero di pezzi nelle aliquote trasmesse al Laboratorio o di difficoltà tecniche per oggetti di dimensioni particolari, lo scostamento da tale prescrizione deve essere adeguatamente fondato.

Se il set è costituito da oggetti simili ottenuti dallo stesso materiale è possibile scegliere solo alcuni oggetti considerati rappresentativi e analizzarli in triplo, si evidenzia che potrebbero essere considerate "simili" pentole o contenitori uguali, ma di dimensioni differenti mentre le posate di un set sono solitamente ottenute con materie prime, e procedure di fabbricazione leggermente differenti.

### **6.2. Individuazione del tipo di acciaio**

Per individuare il tipo di acciaio inossidabile, di cui è composto l'oggetto, il laboratorio verifica la documentazione allegata al prodotto: il verbale di prelevamento, la dichiarazione di conformità, la documentazione di supporto della ditta, la scheda tecnica, ecc.).

Nel caso in cui l'acciaio inossidabile sia legalmente prodotto e/o commercializzato in un altro Stato dell'UE questo può comunque essere commercializzato sul territorio nazionale, anche se non è presente nella lista positiva di cui al DM 21 marzo 1973 e s.m.i., purché risponda ai limiti di migrazione globale e specifica per il Cr, Ni, Mn in quanto tali limiti garantiscono il necessario livello di protezione della salute pubblica.

In mancanza di indicazioni sul tipo di acciaio e/o sulla origine del prodotto (Paese UE o non UE) il laboratorio, pur fornendo gli esiti analitici potrebbe non essere in grado di completare il giudizio di conformità.

### **6.3. Preparazione dei campioni**

#### **6.3.1. Parti da sottoporre al test**

Un MOCA di acciaio inossidabile può essere analizzato come tale o può essere necessario separare le parti di acciaio inossidabile da altre parti di materiali diversi.

In ogni caso, solo la parte di acciaio inossidabile che va a contatto con l'alimento deve essere sottoposta al test. Può essere inoltre necessario "proteggere" le parti non di acciaio inossidabile per evitare il contatto con il simulante durante le prove.

Nel caso di una pentola di acciaio inossidabile avente all'interno bulloni di lega metallica, per il fissaggio dei manici è necessario svitare i bulloni, prima di effettuare l'analisi e utilizzare il simulante acetico per gli opportuni test di migrazione.

Un altro esempio potrebbe essere quello di un oggetto costituito da una parte di acciaio inossidabile (da sottoporre a test), e una parte di plastica che non è possibile rimuovere prima del contatto nel simulante acetico. In questo caso, è necessario isolare la parte di plastica.

È possibile utilizzare *parafilm* (o altro sistema di “protezione”) dopo aver accertato che tale utilizzo non causi interferenze con la determinazione analitica, effettuando un bianco di analisi con la stessa quantità di *parafilm* (o di altro sistema) utilizzato per la prova con l’oggetto di acciaio inossidabile.

## 6.4. Prova di migrazione

La prova di migrazione può essere effettuata:

- a) per immersione (totale o parziale) dell’oggetto o porzione di esso nel liquido simulante;
- b) per riempimento della parte che va a contatto con l’alimento con il liquido simulante.

In ogni caso, deve essere misurata e registrata la superficie di acciaio inossidabile che entra in contatto con il simulante e il volume, oppure il livello di riempimento.

### 6.4.1. Calcolo della superficie di contatto

Per stabilire la quantità di simulante da utilizzare per la prova di migrazione, e per il calcolo dei risultati finali, è necessario conoscere l’area della superficie a contatto.

Le modalità di misura e/o di calcolo possono essere diverse a seconda della forma e dimensione del MOCA. Sono state distinte tre possibilità principali: provini, oggetti riempibili e oggetti di forma irregolare (non riempibili).

#### 6.4.1.1. Provini

Nel caso di analisi di provini, si tratta in generale di superfici piane dalle quali si ricavano, generalmente, porzioni di area nota, circa 1 dm<sup>2</sup>.

La loro area può essere determinata direttamente misurando il provino. A tale scopo, è opportuno l’uso di un regolo millimetrato tarato, e la ripetizione successiva della misura (da 3 a 6 volte), al fine di ottenere la variabilità degli operatori.

Dalla lunghezza dei lati del provino – in genere quadrangolare – applicando la formula geometrica:

$$\text{base} \times \text{altezza}$$

si ottiene l’area a contatto. Si consiglia di esprimere le misure in dm<sup>2</sup> poiché i provini vengono in genere testati per immersione. È bene considerare sempre nel calcolo dell’area totale esposta le due facce a contatto, e qualora rilevante, anche l’area della superficie laterale calcolata separatamente come sopra, e sommata all’area delle facce principali.

#### 6.4.1.2. Oggetti riempibili

Nel caso di oggetti riempibili si calcola la superficie secondo le usuali formule geometriche.

Poiché il test si effettua per riempimento il volume di simulante deve essere almeno l’80% della capacità del recipiente. Considerare, quindi, la superficie del contenitore effettivamente a contatto con il simulante e non la superficie che deriva dal valore nominale.

Nel § 8.3.4.4.1 della linea guida pubblicata dal *Joint Research Centre* (JRC), in collaborazione con il *Community Reference Laboratory* (CRL) e i relativi *National Reference Laboratories* (NRL) *for Food Contact Materials* (FCM), sono schematizzate le più comuni forme geometriche, piane e solide con le corrispondenti formule di calcolo dell’area (5).

### 6.4.1.3. Oggetti di forma irregolare

Se il campione ha forma irregolare (es. un manufatto pronto per l'uso, un coltello, un mestolo), si può procedere utilizzando i seguenti metodi che, ad una verifica sperimentale, sono risultati affidabili e con il minor errore sistematico. È consigliabile ripetere almeno tre misure separate di superficie per ogni articolo utilizzato.

Nel § 8.3.4.4.2 della linea guida pubblicata da JRC (5), vengono descritte due modalità per calcolare l'area della superficie di contatto ulteriormente dettagliate nei paragrafi che seguono.

#### 6.4.1.3.1. Metodo per il calcolo dell'area della superficie di contatto: metodo geometrico e metodo della carta pesata

Porre gli articoli o l'oggetto su carta millimetrata di dimensioni sufficienti o su carta di grammatura nota.

Avvolgere la carta sul contorno dell'articolo e tagliare rispettando la sagoma dell'articolo (può essere disegnato il contorno e quindi tagliato).

Calcolare la superficie di contatto:

- a) considerando le misure millimetriche della carta,  
oppure
- b) pesando la carta e convertendo il peso in area in base alla grammatura nota della carta stessa.

L'esperienza ha confermato che il metodo b) è l'applicazione più semplice e di minor errore se viene usata carta di grammatura standard, ad esempio risme di carta da fotocopie, di grammatura nota e di qualità costante.

È stata sviluppata la seguente formula di calcolo:

- da misurare:
  - peso (grammatura) carta (in genere 0,80 g/dm<sup>2</sup>)
  - peso sagoma articolo (espressa in grammi)
- da applicare:
  - area articolo (= peso sagoma articolo/grammatura carta)
  - moltiplicare il risultato per 2 se le facce a contatto sono 2

Esempio di calcolo: area totale per test su coltello

- peso (grammatura) carta: 0,80 g/dm<sup>2</sup>
- peso sagoma coltello: 0,14g

e quindi:

$$0,14g : 0,80 \text{ g/dm}^2 = 0,175 \text{ dm}^2$$

- n. facce a contatto: 2

quindi:

$$\text{area coltello a contatto} = 0,175 \text{ dm}^2 \times 2 = 0,35 \text{ dm}^2$$

#### 6.4.1.3.2. Metodo per il calcolo dell'area della superficie di contatto: metodo del foglio di alluminio

Porre gli articoli o l'oggetto sul foglio di alluminio di grammatura nota e di dimensioni sufficienti. Avvolgere l'alluminio sull'intera forma dell'articolo, rivestendone tutte le parti componenti destinate al contatto con l'alimento/simulante, senza sovrapporre i lembi e senza creare pieghe. Tagliare le parti eccedenti e svolgere delicatamente il foglio. Calcolare la superficie

dell'oggetto pesando l'alluminio utilizzato e convertendo il peso in area in base alla grammatura nota dell'alluminio.

L'esperienza ha confermato che questo metodo dà ottimi risultati, è di facile applicazione se si usa alluminio di grammatura standard e costante, nonché di buona resistenza meccanica per prevenire strappi durante la manipolazione.

È consigliabile, quindi, effettuare alcune misure ripetute della grammatura del film di alluminio per verificarne la costanza della qualità dimensionale.

È stata sviluppata la seguente formula di calcolo:

- peso (grammatura) foglio alluminio (in genere 0,84 g/dm<sup>2</sup>)
- peso foglio utilizzato per avvolgere articolo (espressa in grammi)

da applicare:

- area articolo (= peso film utilizzato per avvolgere articolo /grammatura film alluminio)

Esempio: area totale per test su cucchiaino di servizio:

- grammatura film alluminio: 0,84 g/dm<sup>2</sup>
- peso sagoma cucchiaino: 1,1718 g

quindi:

$$\text{area a contatto: } 1,1718\text{g} : 0,84 \text{ g/dm}^2 = 1,4117 \text{ dm}^2$$

## 6.5. Scelta delle condizioni di prova

### 6.5.1. Tipo di contatto

A seconda della natura dell'oggetto il contatto fra l'oggetto, e il simulante può essere effettuato per immersione o per riempimento.

Gli oggetti non riempibili come per esempio utensili da cucina e da tavola, parti di piccoli elettrodomestici, ecc., verranno sottoposti a test per immersione, mentre gli oggetti riempibili come le pentole verranno sottoposti a test per riempimento.

A tale scopo, il Laboratorio potrà utilizzare procedure e attrezzature diverse: bagno termostatico ad acqua, termostato a circolazione di aria, piastra riscaldante, ecc.

### 6.5.2. Tempi e temperature di contatto

Il tempo e la temperatura di contatto vengono scelti in base alle modalità di impiego dell'oggetto.

Il DM 21 marzo 1973 e s.m.i. definisce le condizioni di prova per più casi:

- a) *oggetti destinati al contatto prolungato a temperatura ambiente*  
acido acetico al 3% per 10 giorni a 40°C;
- b) *oggetti destinati ad uso ripetuto di breve durata a caldo o a temperatura ambiente*  
acido acetico al 3% per 30 minuti a 100°C, per 3 attacchi consecutivi;
- c) *oggetti da taglio da cucina e da tavola, destinati ad uso ripetuto, di breve durata a caldo o a temperatura ambiente*

La valutazione di idoneità può essere basata sulle seguenti prove: soluzione acquosa di acido acetico al 3%, a 70°C per 30 minuti; tre "attacchi" successivi, con determinazione

della migrazione globale e della migrazione specifica del Cr, del Ni e del Mn sul liquido di cessione proveniente dal terzo “attacco”;

d) *oggetti ad uso ripetuto, di breve durata a caldo o a temperatura ambiente, che possono essere impiegati in contatto esclusivamente con acqua*

La valutazione di idoneità può essere basata sulle seguenti prove: acqua distillata o acqua di qualità equivalente a 100°C per 30 minuti; tre “attacchi” successivi, con determinazione della migrazione globale e della migrazione specifica del Cr, del Ni, del Mn sul liquido di cessione proveniente dal terzo “attacco”.

Si raccomanda di mantenere sempre sotto controllo la temperatura del simulante durante le prove di contatto.

### 6.5.3. Uso breve o prolungato

È necessario distinguere oggetti destinati all'uso ripetuto (es. pentole, utensili ecc.) dagli oggetti destinati ad uso prolungato, anche se per uso ripetuto (es. piani in acciaio inossidabile o parti di macchinari).

Nel caso di oggetti per uso ripetuto di breve durata a caldo, o a temperatura ambiente sono previsti 3 test successivi sullo stesso oggetto, ma rinnovando ogni volta il liquido simulante. Solo il terzo attacco viene sottoposto alle determinazioni della migrazione globale e specifica previste.

Nel caso di oggetti destinati ad uso prolungato, anche se per uso ripetuto, la norma prevede un solo test (10 giorni a 40°C) e la determinazione di Cr, Ni, Mn e della migrazione globale sul simulante proveniente dall'unico attacco.

Nell'Appendice A1, la Tabella A1 mostra uno schema riassuntivo con esempi di oggetti, le relative condizioni di contatto e il numero di attacchi che devono essere effettuati.

### 6.5.4. Simulante

Il simulante previsto per le prove di migrazione è la soluzione acquosa di acido acetico al 3%. Si usa un simulante diverso soltanto quando nella legge sono previsti eventuali casi specifici o deroghe esplicite come di descritto seguito.

In alcuni casi, la legge prevede l'esecuzione delle prove con acqua distillata. Quando ciò è permesso, nella lista positiva di acciai ammessi è presente una nota accanto all'acciaio in questione.

Per esempio, nel caso dell'acciaio ASTM *Type* 800 con la designazione numerica 1.4876, è riportata la seguente nota:

“A condizione che gli oggetti fabbricati con l'acciaio in questione siano destinati esclusivamente per la manifattura di resistenze corazzate per diverse tipologie di distributori automatici di bevande. L'idoneità al contatto alimentare deve essere accertata mediante prova in acqua distillata a 100°C per 3 giorni”.

In questo caso è chiaro che la legge permette l'utilizzo di acqua distillata invece dell'acido acetico al 3%.

Inoltre, come inserito dal DM 195/2015, per oggetti ad uso ripetuto di breve durata a caldo o a temperatura ambiente, se esplicitamente destinati solo al contatto con acqua, il simulante da utilizzare è acqua distillata o acqua di qualità equivalente.

### 6.5.5. Rapporto superficie/volume di contatto

Il rapporto superficie/volume R deve rispettare l'uso reale dell'oggetto, ma dovrebbe essere compreso comunque tra 0,5 e 2, espresso come unità di superficie (S) su unità di volume (V): per esempio  $\text{dm}^2/\text{dm}^3$ ,  $\text{cm}^2/\text{cm}^3$ .

Alcune dimostrazioni esemplificative:

- un campione di superficie totale di  $0,5 \text{ dm}^2$  ( $50 \text{ cm}^2$ ) può essere messo in contatto con:
  - 100 mL di simulante ( $100 \text{ cm}^3$ ) rapporto  $S/V=0,5$
  - 50 mL di simulante ( $50 \text{ cm}^3$ ) rapporto  $S/V=1$
  - 25 mL di simulante ( $25 \text{ cm}^3$ ) rapporto  $S/V=2$
- un campione di superficie totale di  $1 \text{ dm}^2$  ( $100 \text{ cm}^2$ ) può essere messo in contatto con:
  - 200 mL di simulante ( $200 \text{ cm}^3$ ) rapporto  $S/V=0,5$
  - 100 mL di simulante ( $100 \text{ cm}^3$ ) rapporto  $S/V=1$
  - 50 mL di simulante ( $50 \text{ cm}^3$ ) rapporto  $S/V=2$

Il rapporto S/V va citato nel Rapporto di Prova emesso dal Laboratorio.

### 6.5.6 Casi particolari per rapporto S/V

Nel caso di oggetti che per forma, dimensioni e caratteristiche di uso non possono ricadere nel Rapporto S/V, previsto dal DM 21 marzo 1973 e s.m.i. (es. recipienti di grande volume  $R < 0,5$  o vassoi piatti di grande superficie  $R > 2$ ) il Laboratorio considererà valido il risultato ottenuto nelle reali condizioni di impiego, secondo il reale rapporto S/V.

I risultati non vanno ricalcolati per rientrare nel rapporto S/V fra 0,5 e 2.

Per ragioni analitiche, per esempio, griglie, spiedini, piccoli accessori per elettrodomestici ecc., possono essere ritenuti validi valori di S/V ottenuti tenendo in considerazione le condizioni che permettono l'immersione completa dell'oggetto nel minimo volume utilizzabile. Le ragioni della scelta vanno annotate e adeguatamente motivate.

## 6.6. Esposizione al simulante: modalità

### 6.6.1. Oggetti riempiabili – recipienti

I recipienti devono essere riempiti con il simulante di prova. Orientativamente si dovrebbe riempire fino a 2 cm dal bordo e garantire, comunque, una percentuale di riempimento non inferiore all'80% (salvo casi particolari).

Nel caso di contatti a caldo per breve durata (30 minuti a  $100^\circ\text{C}$ ) il contenitore, se di grande volume e di spessore elevato (es. pentola grande, pentola a pressione ecc.), può essere pre-condizionato (vuoto) alla temperatura richiesta per evitare perdita di temperatura del simulante.

Durante la prova di cessione a  $100^\circ\text{C}$  NON coprire i recipienti se non previsto dal loro uso (es. pentola con coperchio). Per prevenire l'evaporazione del simulante si può coprire il MOCA contenente il liquido a contatto con lastra di vetro lasciando comunque uno spazio (es. fessura tra coperchio e bordo) per la circolazione di aria all'interno del contatto.

Porre nel termostato<sup>5</sup>, per 30 minuti, o considerare l'ebollizione su fornello/piastra, sia con contatto diretto o con sistema a bagnomaria.

<sup>5</sup> Nel caso si usi il termostato e si desideri il controllo delle temperature, è buona pratica di laboratorio

## 6.6.2. Provini ed oggetti non riempibili

Il DM 21 marzo 1973 e s.m.i. prescrive:

“Oggetti in generale aventi una forma e una funzione differenti dal vero recipiente: adottare un rapporto superficie/volume il più possibile vicino al reale, e ad ogni modo compreso tra 2 e 0,5. La superficie esposta al solvente deve essere sufficientemente rappresentativa”.

Si può distinguere, in questo caso, l'analisi effettuata su provini da quella effettuata su oggetti (es. utensili).

Nel caso dei provini, al fine di non discostarsi eccessivamente dall'uso reale, l'articolo impone di realizzare rapporti superficie/volume compresi fra 0,5 e 2, dando però priorità al rapporto presumibilmente più vicino al reale.

Pertanto, non risulta obbligatorio porsi nelle condizioni più severe ( $S/V = 2$ ) se troppo distanti dalla situazione reale.

Nel caso di oggetti non riempibili per i quali non si dispone di un rapporto S/V predefinito, si può applicare lo stesso approccio, e realizzare test di migrazione nelle condizioni di contatto ragionevolmente prevedibili, tenendo comunque conto dell'intervallo dei rapporti S/V indicati dalla legge.

Nel caso di test con oggetti (es. utensili, posate ecc.) durante la prova di cessione a 100°C o a 70°C si raccomanda di non chiudere il contenitore se non previsto dall'uso dell'oggetto. Ad esempio, i test sui coltelli vanno effettuati in recipiente “aperto” nel rispetto dell'uso reale.<sup>6</sup>

## 6.7. Preparazione dei campioni e della vetreria

### 6.7.1. Trattamento dei campioni per l'analisi: pulizia e lavaggio

I campioni prima dell'analisi devono essere delicatamente spolverati con pennello soffice per rimuovere sporcizia eventualmente adesa al campione. Anche se non previsto da istruzioni specifiche, in rispetto delle reali condizioni di impiego, gli oggetti vengono sottoposti a lavaggio preventivo. Tale trattamento di lavaggio non è necessario per i provini, ma risulta particolarmente importante per gli oggetti di uso casalingo in quanto pentole, padelle posate sono normalmente lavati prima dell'uso.

A tal fine, gli oggetti da sottoporre a test vengono lavati a mano con acqua e sapone o detersivo per piatti e risciacquati con acqua distillata.

In nessun caso si devono usare lavastoviglie, spugne ruvide o mezzi abrasivi per non danneggiare la superficie dell'oggetto.

La temperatura dell'acqua deve rispettare le condizioni casalinghe del lavaggio a mano, quindi deve essere poco più che tiepida per permettere la manipolazione degli oggetti.

Dopo il lavaggio, gli oggetti vengono asciugati o per tamponamento con carta da filtro o lasciandoli asciugare per scolamento. Se sono presenti diverse ed esplicite istruzioni di lavaggio si deve dare la preferenza alle indicazioni fornite dal produttore.

---

usare una catena termometrica (*datalogger*) con software di lettura e registrazione automatica per la registrazione delle temperature.

<sup>6</sup> La presenza di ossigeno consente il procedere della reazione di corrosione e conseguente rilascio di metallo nel simulante.

## 6.7.2. Decontaminazione della vetreria

Tutta la vetreria che viene utilizzata (incluse eventuali bacchette, palline, ecc.) deve essere preventivamente trattata per decontaminare la superficie nei confronti di possibili interferenze analitiche con i metalli sotto studio. La validità del procedimento di trattamento per decontaminazione può essere verificata dal valore del bianco dei reattivi che non deve interferire con i livelli da determinare.

In Appendice A3.1 si descrive l'istruzione con la preparazione e l'uso di acido nitrico (HNO<sub>3</sub>) come soluzione per trattamento di decontaminazione.

## 6.8. Test di migrazione

### 6.8.1. Test per immersione

#### 6.8.1.1. Test per 10 giorni a 40°C

Per questo test è indicato quanto segue:

1. predisporre tanti tubi da saggio, o contenitori di vetro di volume e forma opportuni<sup>7</sup> per quanti campioni sono stati preparati, contrassegnandoli opportunamente;
2. predisporre uno o due tubi da saggio/contenitori per il bianco reagenti, contrassegnandoli opportunamente;
3. predisporre un tubo da saggio/contenitore, eventualmente con il tappo forato, per l'introduzione del *datalogger* per il rilevamento della temperatura del simulante (tubo/contenitore sonda). Poiché la prova è a 10 giorni, questo passaggio può anche essere omesso e il rilevamento della temperatura può essere effettuato registrando la temperatura del termostato anziché quella dal simulante. Si continuerà comunque la sua descrizione in considerazione delle diverse opzioni ugualmente valide e applicabili;
4. misurare il volume di simulante predefinito per la prova e travasarlo con cura in ogni tubo da saggio/contenitore per i campioni, i bianchi e il tubo/contenitore sonda);
5. porre i tubi da saggio/contenitori nel termostato già impostato alla temperatura di prova. Poiché la prova è per 10 giorni non è necessario il preriscaldamento del simulante;
6. quando la temperatura del simulante nei tubi/contenitori si è stabilizzata al valore richiesto, rimuovere i tubi/contenitori dal termostato compreso il tubo/contenitore contenente la sonda termometrica del *datalogger* (opportunamente identificato);
7. collocare un oggetto in ciascun tubo da saggio/contenitore ad esclusione dei due tubi/contenitori previsti per il bianco reagenti;
8. verificare il livello di immersione nel simulante -eventualmente, contrassegnare sul lato esterno del tubo/contenitore il livello del simulante;
9. se necessario, introdurre nel tubo/contenitore una opportuna quantità di bacchette e/o palline di vetro, precedentemente decontaminate per innalzare il livello del simulante fino ad ottenere il livello di immersione desiderato;
10. riportare i tubi/contenitori di prova, i tubi/contenitori bianco reagenti, il tubo/contenitore sonda nel termostato e, una volta reinserita la sonda termometrica all'interno di quest'ultimo, controllare attraverso il software di gestione del *datalogger*, l'effettivo

<sup>7</sup> Si userà il termine "tubi da saggio" intendendo sempre anche contenitori di vetro di diverse forme e dimensioni.

raggiungimento della temperatura di contatto prevista. Una volta raggiunta la temperatura di contatto registrare la data e l'ora di inizio per il tempo previsto per il contatto;

11. lasciare i tubi/contenitori per 10 giorni dopo che la temperatura del simulante ha raggiunto un valore compreso nell'intervallo di tolleranza ammesso per la temperatura di prova;
12. durante la prova i tubi/contenitori contenenti il simulante possono essere parzialmente coperti (chiusi) con vetreria di forma opportuna per garantire la circolazione di aria sopra il simulante, evitandone l'evaporazione eccessiva.

#### 6.8.1.2. Test per 30 minuti a 100°C

Per questo test è indicato quanto segue:

1. predisporre tanti tubi da saggio (o contenitori di vetro) per quanti campioni sono stati preparati, contrassegnandoli opportunamente;
2. predisporre uno o due tubi/contenitori per il bianco reagenti, contrassegnandoli opportunamente;
3. misurare il volume di simulante predefinito per la prova e travasarlo con cura in ogni tubo/contenitore (provini, bianchi);
4. porre i tubi da saggio/contenitori a bagnomaria in recipienti di volume opportuno in genere *becker*), preriscaldare il simulante fino all'ebollizione (utilizzare piastra riscaldante o fiamma);
5. collocare un oggetto in ciascun tubo da saggio/contenitore, ad esclusione dei due tubi/contenitori previsti per il bianco reagenti;
6. verificare il livello di immersione nel simulante, eventualmente, contrassegnare sul lato esterno del tubo/contenitore il livello del simulante;
7. se necessario, introdurre nel tubo/contenitore una opportuna quantità di bacchette e/o palline di vetro, precedentemente decontaminate per innalzare il livello del simulante fino ad ottenere il livello di immersione desiderato;
8. registrare la data e l'ora di inizio per il tempo previsto per il contatto;
9. osservare la temperatura e lasciare i tubi/contenitori per il periodo 30 minuti. L'inizio e il mantenimento del bollore sono sufficienti per garantire la temperatura di 100°C;
10. durante la prova può essere ripristinato il livello del simulante con piccole aggiunte di simulante caldo per non diminuire la superficie esposta.

#### 6.8.1.3 Test per 30 minuti a 70°C

Per questo test è indicato quanto segue:

1. predisporre tanti tubi da saggio (o contenitori di vetro) per quanti campioni sono stati preparati, contrassegnandoli opportunamente;
2. predisporre uno o due tubi/contenitori per il bianco reagenti, contrassegnandoli opportunamente;
3. predisporre un tubo da saggio/contenitore, eventualmente con il tappo forato, per l'introduzione della catena termometrica (*datalogger*) per il rilevamento della temperatura del simulante (tubo/contenitore sonda);
4. misurare il volume di simulante predefinito per la prova e travasarlo con cura in ogni tubo/contenitore (provini, bianchi) utilizzando cilindro graduato;
5. porre i tubi da saggio/contenitori e il tubo/contenitore sonda in termostato/e/o bagnomaria<sup>8</sup> già impostato alla temperatura di prova (70°C) e preriscaldare il simulante fino alla

---

<sup>8</sup> Nel caso si usi il termostato e si desideri il controllo delle temperature, è buona pratica di laboratorio usare

temperatura fissata. Questa operazione può essere effettuata il giorno precedente alla prova per consentire il monitoraggio della temperatura del simulante. In questa fase di preriscaldamento i tubi da saggio/contenitori devono essere chiusi (utilizzare sempre vetreria decontaminata);

6. al raggiungimento della temperatura porre un oggetto in ciascun tubo da saggio/contenitore, ad esclusione dei due tubi/contenitori previsti per il bianco reagenti e il tubo/sonda. NON chiudere i contenitori durante la prova;
7. verificare il livello di immersione nel simulante, eventualmente, contrassegnare sul lato esterno del tubo/contenitore il livello del simulante, oppure utilizzare un tubo da saggio/contenitore graduati;
8. se necessario, introdurre nel tubo/contenitore un'opportuna quantità di bacchette e/o palline di vetro, precedentemente decontaminate per innalzare il livello del simulante fino ad ottenere il livello di immersione desiderato;
9. registrare la data e l'ora di inizio per il tempo previsto per il contatto;
10. osservare la temperatura e lasciare i tubi/contenitori per il periodo di 30 minuti;
11. al termine della prova rimuovere gli oggetti dai tubi/contenitori e recuperare con cura il simulante travasandolo nel cilindro graduato;
12. ripristinare il volume iniziale con aggiunta di simulante, eventualmente utilizzare porzioni per lavare le pareti del tubo/contenitore dove è avvenuta la prova.

## 6.8.2 Test per riempimento

### 6.8.2.1 Test per 10 giorni a 40°C

Per questo test è indicato quanto segue:

1. predisporre i campioni contrassegnandoli opportunamente;
2. predisporre uno o due contenitori di vetro pyrex per il bianco reagenti, contrassegnandoli opportunamente;
3. predisporre un tubo da saggio/contenitore, eventualmente con il tappo forato, per l'introduzione del *datalogger* per il rilevamento della temperatura del simulante (tubo/contenitore sonda);
4. poiché la prova è a 10 giorni, questo passaggio può anche essere omesso e il rilevamento della temperatura può essere effettuato registrando la temperatura del termostato anziché quella dal simulante. Si continuerà comunque la sua descrizione in considerazione delle diverse opzioni ugualmente valide e applicabili;
5. misurare il volume di simulante predefinito per la prova e travasarlo con cura in ogni campione nei contenitori dei bianchi e nel tubo/contenitore sonda;
6. porre i campioni nel termostato già impostato alla temperatura di prova. Poiché la prova è per 10 giorni non è necessario il preriscaldamento del simulante;
7. versare il simulante in ognuno dei campioni, nei contenitori per i bianchi, porre i campioni e porre in termostato a 40°C;
8. registrare la data e l'ora di inizio per il tempo previsto per il contatto;
9. lasciare i campioni e i contenitori dei bianchi per 10 giorni.

---

una catena termometrica (*datalogger*) con software di lettura e registrazione automatica per la registrazione delle temperature.

### 6.8.2.2 Test per 30 minuti a 100°C

Per questo test è indicato quanto segue:

1. predisporre i campioni e contrassegnandoli opportunamente;
2. predisporre uno o due contenitori di vetro pyrex per il bianco reagenti, contrassegnandoli opportunamente;
3. misurare il volume di simulante predefinito per la prova preparando diverse aliquote corrispondenti ad ogni campione ed ai contenitori di vetro pyrex (bianco reagenti);
4. preriscaldare all'ebollizione (su piastra o fornello o a bagnomaria) le aliquote di simulante preparate;
5. versare nel minor tempo possibile il simulante caldo in ognuno dei campioni e nei contenitori per i bianchi, porre i campioni su piastra riscaldante o fornello per mantenere l'ebollizione (100°C);
6. registrare la data e l'ora di inizio per il tempo previsto per il contatto;
7. osservare la temperatura e lasciare i campioni per i 30 minuti previsti. L'inizio e il mantenimento del bollore sono sufficienti per garantire la temperatura di 100°C.

### 6.8.3. Recupero del simulante dopo il contatto

Per questa fase del test è indicato quanto segue:

1. Alla scadenza del tempo di contatto rimuovere i contatti dal termostato, o dal contatto con la fonte di calore (piastra, fornello bagnomaria);
2. rimuovere i provini o gli oggetti dal tubo da saggio, o svuotare i contenitori, e lasciare percolare il simulante che aderisce al provino/oggetto o alle pareti del MOCA analizzato;
3. misurare la quantità di simulante recuperata mediante controllo del peso o del volume. Verificare che sia recuperato almeno il 90% del volume originale del simulante. Qualora fosse impossibile recuperare almeno il 90% di simulante, si possono seguire due opzioni in dipendenza dalle procedure interne dei laboratori rispettando comunque i criteri di qualità, di tracciabilità dei dati e delle operazioni di calcolo:
  - a. ripetizione della prova con nuovi oggetti o provini
  - b. ripristino del volume iniziale con aggiunta di altro simulante fresco
4. se la successiva determinazione non viene effettuata immediatamente, chiudere i recipienti contenenti il simulante proveniente dalla prova, conservarli in frigorifero. L'esperienza ha dimostrato che i campioni analitici, così conservati, vanno prelevati dal frigorifero almeno un'ora prima della determinazione strumentale per permettere di recuperare la temperatura ambiente e prevenire errori nei prelievi volumetrici.

## 7. METODI DI ANALISI STRUMENTALE PER LA DETERMINAZIONE DI CROMO, NICHEL, MANGANESE

### 7.1. Principi generali e criteri da rispettare

Il DM 21 marzo 1973 e s.m.i. indica (Allegato IV, Sez. II, punti 3, 5, 10) per la determinazione specifica di Cr, Ni, Mn l'uso della tecnica di Spettroscopia di Assorbimento Atomico (*Atomic Absorption Spectroscopy*, AAS), anche l'uso di tecniche analitiche diverse purché di prestazioni adeguate al limite specificato o, come chiarito nel DM 140/2013.

In questa ottica, si riportano i principali parametri e modalità operative delle tecniche di AAS, Spettrometria di Massa al Plasma accoppiato Induttivamente (*Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry*, ICP-MS) oppure Spettrometria a Emissione Ottica con Sorgente al Plasma Accoppiato Induttivamente (*Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy*, ICP-OES).

In particolare, la spettrometria ICP è una tecnica analitica che permette di effettuare analisi sia qualitative che quantitative allo scopo di identificare la composizione chimica di un campione liquido, della sua frazione idrosolubile o in seguito alla sua conversione solido/liquido.

Ovviamente, altre tecniche potranno essere utilizzate purché sia garantita e dimostrabile l'adeguatezza delle prestazioni.

Si ritiene opportuno stabilire criteri di prestazione per assicurare l'omogeneità delle *performance*, e quindi dei risultati ottenuti dai diversi laboratori nell'ambito del controllo ufficiale.

A condizione di rispettare i criteri proposti è possibile utilizzare la tecnica analitica e la procedura più opportuna in ogni laboratorio.

Si riportano, a titolo di esempio, alcune indicazioni di massima sulle modalità operative da adottare in caso di utilizzo di AAS, ICP-MS, o ICP-OES, che possono essere modulate per ottimizzare l'efficienza della determinazione rispetto alla strumentazione a disposizione (Tabella 1).

### 7.2. Trattamento del dato proveniente dall'analisi strumentale

I risultati che provengono dall'analisi strumentale devono essere espressi in mg/L (ppm)\*. Viene in generale effettuato il seguente calcolo:

$$\text{mg/L (ppm) di metallo ceduto} = (a \times b) / 1000$$

dove:

a = concentrazione di metallo ( $\mu\text{g/L}$ ) calcolata dal software di gestione dell'apparecchiatura e/o dalla curva di taratura;

b = fattore di diluizione

I risultati delle singole prove devono essere riportati separatamente e non come media.

Nel caso di prove di cessione con più attacchi si riporta unicamente il risultato del terzo attacco.

---

\* ppm: parti per milione

**Tabella 1. Criteri di prestazione generali: per la determinazione di nichel, cromo e manganese in soluzioni di acido acetico al 3% provenienti da test di migrazione da MOCA di acciaio inossidabile**

Parametro	Valore/Osservazione	Riferimento	NOTE
Applicabilità	Test di migrazione da MOCA in acciaio Inossidabile		
LOD	Non è indispensabile calcolarlo se il LOQ è almeno 1/10 del limite di legge	§ 5.2.5 delle <i>Guidelines for performance criteria and validation procedures of analytical methods used in controls of food contact materials</i> - EUR 24105 EN 2009 (6)	nel caso in esame il LOQ per Ni, Cr, Mn dovrebbe essere minore o uguale a 0,01 mg/kg simulante
LOQ	Inferiore o uguale a un decimo del tenore massimo ( $\leq 10$ ppb)	§§ 5.2.5-5.2.6 delle <i>Guidelines for performance criteria and validation procedures of analytical methods used in controls of food contact materials</i> - EUR 24105 EN 2009 (6)	calcolato da bianchi o misure ripetute di soluzione alla concentrazione considerata come LOQ
Precisione	RSD% $\leq 22,6\%$ (ottenuto in fase di validazione con soluzioni <i>spiked</i> )	§ 5.2.7.1.4 delle <i>Guidelines for performance criteria and validation procedures of analytical methods used in controls of food contact materials</i> - EUR 24105 EN 2009 (6)	
Recupero	R% compreso tra 80% e 110% (ottenuto in fase di validazione con soluzioni <i>spiked</i> di simulante)	§ 5.2.7.2.3 delle <i>Guidelines for performance criteria and validation procedures of analytical methods used in controls of food contact materials</i> - EUR 24105 EN 2009 (6)	
Specificità	Nessuna interferenza di matrice o spettro	Regolamento UE 333/2011 per determinazione metalli	
Controllo qualità metodi, Controlli periodici-precisione	Prove in doppio per verifica ripetibilità del metodo (con soluzioni <i>spiked</i> ) – frequenza a seconda del numero di analisi (minimo annuale)		
Controlli periodici – recupero	Standard di controllo (indipendente da miscele per curve di taratura) in simulante B – frequenza: ogni sessione di analisi Criterio di accettabilità: almeno tra 80% e 110%		si consiglia di predisporre carte di controllo per definire limiti di controllo statistici
Retta di calibrazione	$R^2 \geq 0,995$		

### 7.3. Modalità di espressione dei risultati

La quantità di metalli ceduti dai MOCA nella soluzione di acido acetico al 3% è espressa in mg/L, equivalente all'espressione "ppm" nel DM 21 marzo 1973 e s.m.i. e aggiornamenti.

Il limite di legge nel citato decreto è di 0,1 ppm per ciascuno dei tre metalli considerati.

Il numero di cifre decimali riportate dovrebbe pertanto essere in linea con i limiti di legge in vigore, compatibilmente con la significatività dell'espressione del risultato così schematizzato:

risultati (mg/L)	n. decimali risultato	n. decimali dell'incertezza
$0,1 \leq X$	1	1 o 2
$0,1 < X \leq 0,01$	2	2

### 7.4 Stima dell'incertezza di misura

Se necessario, per specifica richiesta del committente o perché risulta significativo da un punto di vista normativo, si riporta anche il valore dell'incertezza estesa correlata al risultato.

In tal caso, il risultato analitico va presentato nella forma " $x \pm U$ ", dove  $x$  è il risultato dell'analisi e  $U$  l'incertezza di misura estesa, generalmente calcolata moltiplicando per un fattore di copertura 2 il valore dell'incertezza composta  $u$ , che determina un livello di confidenza del 95%, circa ( $U = 2 u$ ).

L'incertezza  $u$  può essere calcolata secondo diversi approcci, ovvero seguendo l'approccio *top down* o *bottom up*, oppure applicando la formula di Horwitz (7) rispettando i limiti di applicabilità previsti:

$$\overline{OR} = 0,02 * C (0,8495)$$

in cui il valore di concentrazione  $C$  deve essere espresso come frazione di massa (es. 1 ppm = 0,000001).

Per valori di migrazione inferiori a 120 ppb si applica la correzione di Thompson (8):

$$\overline{OR} = 0,22 C$$

Particolare attenzione deve essere rivolta all'idoneità allo scopo (*fit for purpose*) del valore dell'incertezza: un adeguato valore di incertezza, che rappresenti davvero la variabilità del dato, dovrebbe rendere più corrette le decisioni conseguenti.

Il livello di rigore necessario deve pertanto essere valutato con cura.

Si evidenzia che la determinazione della migrazione di metalli risulta solitamente molto precisa e accurata da un punto di vista strumentale, ma piccole variazioni nelle condizioni del test di cessione possono influire significativamente sul risultato finale.

Per alcune tipologie di prodotti, inoltre, è stata osservata una notevole variabilità (anche di 1 o 2 ordini di grandezza) nella cessione da oggetti appartenenti allo stesso lotto di produzione dovuta verosimilmente alle modalità di fabbricazione. Ovviamente, non sarebbe corretto inserire tale contributo, non dipendente dalla misura.

Il valore dell'incertezza dovrebbe pertanto essere calcolato soltanto per le fasi di misura del metodo: dalla misura della superficie alla determinazione strumentale.

## 8. GIUDIZIO DI CONFORMITÀ

### 8.1. Comparazione con i limiti (singoli risultati)

Il risultato è giudicato “non conforme” se si supera il Limite di Migrazione Specifica (LMS), tenendo conto dell’incertezza di misura: solo se il valore ottenuto, dopo aver sottratto il valore di incertezza dal risultato analitico, è maggiore del limite di legge, può essere affermato “oltre ogni ragionevole dubbio” che la concentrazione dell’analita nel campione è superiore al limite consentito (9) pertanto:

$x-U > LMS$ : risultato NON conforme

$x-U \leq LMS$ : risultato conforme

È inoltre necessario tener conto della corretta approssimazione del risultato, pertanto, considerati gli arrotondamenti previsti dal numero di cifre significative del limite di legge sono accettabili risultati fino a  $x-U \leq 0,14$  che approssimato a una decimale risulta 0,1.

Si riportano di seguito alcuni esempi nel caso in cui l’incertezza sia calcolata con approccio di Horwitz/Thompson (7, 8)

risultato (mg/L)	incertezza (mg/L)	x-U (mg/L)	valutazione	espressione del risultato $x \pm U$ (mg/L)
0,100	0,044	0,056	conforme	$0,1 \pm 0,04$
0,155	0,066	0,089	conforme	$0,2 \pm 0,1$
0,235	0,093	0,142	conforme	$0,2 \pm 0,1$
0,250	0,099	0,151	non conforme	$0,3 \pm 0,1$

### 8.2. Valutazione risultati multipli (prove ripetute, set di oggetti)

Se come previsto, la prova è stata eseguita separatamente su tre oggetti, tutti e tre i risultati vengono riportati nel Rapporto di prova senza mediare fra i diversi oggetti. L’esperienza ha dimostrato che non è infrequente che all’interno della stessa aliquota, a causa della disomogeneità dei materiali, la migrazione misurata per lo stesso tipo di oggetti risulti significativamente diversa.

È opportuno, di conseguenza, stabilire approcci decisionali che assicurino omogeneità nella valutazione dei risultati nell’ambito del controllo ufficiale sul territorio nazionale.

Si presenta di seguito uno schema per campioni costituiti dallo stesso tipo di oggetti o da set di oggetti diversi:

- *Campioni costituiti da un unico tipo di oggetti*
  - se per tutti e tre gli oggetti analizzati  $x-U \leq LMS$ : campione conforme
  - se solo per uno dei tre oggetti analizzati  $x-U > LMS$ : campione NON conforme
- *Campioni costituiti da set di oggetti*
  - se per tutti i singoli oggetti del set, analizzati in triplo,  $x-U \leq LMS$ : set conforme

- se per uno o più dei singoli oggetti del set, analizzati in triplo, x-U >LMS: set NON conforme.

L'eventuale alterazione dell'oggetto o del mezzo di contatto (es. colorazione) durante le prove di cessione, dovrebbe essere riportata e documentata (si consiglia di mantenere documentazione fotografica).

Anche in assenza di superamenti dei limiti di migrazione, in seguito ad alterazioni/degradazioni degli oggetti o di alterazioni organolettiche dei simulanti/alimenti a contatto, dovrebbe essere valutata anche l'idoneità tecnologica all'uso del campione – DM 21 marzo 1973 e s.m.i., art. 7 e s.m.i., e Regolamento (CE) 1935/2004.

## 9. RAPPORTO DI PROVA

Il referto analitico viene stilato dal Laboratorio secondo le procedure di qualità. In ogni caso si ritiene opportuno riportare le seguenti informazioni:

- Numero degli oggetti analizzati separatamente (dare gli esiti separatamente);
- Eventuali operazioni di rimozione o copertura di parti in altro materiale;
- Operazione di pulizia (eventualmente riferimento al presente documento);
- Condizioni operative della prova di cessione (lista esemplificativa non necessariamente esaustiva)
  - contatto per immersione/riempimento
  - superficie (1 oggetto):  $X \text{ cm}^2$
  - volume simulante (per un oggetto/per un attacco):  $Y \text{ mL}$
  - rapporto superficie-volume:  $X/Y$  o volume
  - temperatura:  $40^\circ\text{C}$  o  $70^\circ\text{C}$  o  $100^\circ\text{C}$  (ebollizione)
  - tempo: 10 giorni o 30 minuti (singolo attacco) calcolati dalla ripresa dell'ebollizione
  - 3 "attacchi" sullo stesso campione utilizzando ogni volta una nuova porzione di simulante alimentare preriscaldato
  - determinazione della migrazione globale e specifica sul liquido di cessione proveniente dal terzo "attacco"
  - informazioni sull'esecuzione di prove in bianco (es. in parallelo è stata eseguita una prova in bianco per vetreria e reagenti, e la migrazione eventualmente misurata è sottratta da quella rilevata per il campione).
- Incertezza della determinazione.

## BIBLIOGRAFIA

1. UNI EN 10088-1:2014. *Acciai inossidabili- parte 1: lista degli acciai inossidabili*. Milano: Ente Nazionale Italiano di Unificazione; 2014.
2. AISI. *AISI Steel Products Manual*. Washington, DC: American Iron and Steel Institute; 1985.
3. Direzione generale per l'Igiene e la Sicurezza degli Alimenti e la Nutrizione e Direzione generale della Sanità Animale e dei Farmaci Veterinari. *Linee guida sul campionamento per il controllo ufficiale dei materiali ed oggetti destinati a venire a contatto con alimenti (nota DGISAN0016650 – 12/07/2021 – DGSAF-MDS-P)*. Roma: Ministero della Salute; 2021.
4. Direzione Generale per l'Igiene e la Sicurezza degli Alimenti e la Nutrizione. *Procedura operativa standard unificata. Rilascio N.O.S./DCE sull'importazione di alimenti di origine non animale*. Roma: Ministero della Salute; 2021. (POS 11 USMAF/DGSAN). Disponibile all'indirizzo: [http://www.salute.gov.it/imgs/C\\_17\\_pubblicazioni\\_2607\\_allegato.pdf](http://www.salute.gov.it/imgs/C_17_pubblicazioni_2607_allegato.pdf); ultima consultazione novembre 2021.
5. Simoneau C. *Guidelines on testing conditions for articles in contact with foodstuffs (with a focus on kitchenware) - A CRL-NRL-FCM Publication*. 1<sup>st</sup> ed. Luxembourg (Luxembourg): Office for Official Publications of the European Communities; 2009. EUR 23814 EN.
6. Bratinova S, Raffael B, Simoneau C. *Guidelines for performance criteria and validation procedures of analytical methods used in controls of food contact materials*. Luxembourg (Luxembourg): Publications Office of the European Union; 2009. (EUR 24105 EN)
7. Horwitz W. A heuristic derivation of the Horwitz curve. *Anal Chemistry* 1997;69(4):789-90;
8. Thompson M. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. *Analyst* 2000;125:385-6.
9. Standing Committee on Plants, Animals, Food and Feed, EEC Commission. *Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation, with particular reference to community legislation concerning, contaminants in food Regulation (EEC), No 315/93 of 8 February 1993; "Laying down community procedures for contaminants in food", undesirable substances in feed (Directive 2002/32EC of The European Parliament and of The Council of 7 May 2002 on undesirable substances in animal feed)*. Disponibile all'indirizzo: [https://ec.europa.eu/food/document/download/5ae53a90-f3a3-42c1-b248-5bbc97ebccbf\\_en](https://ec.europa.eu/food/document/download/5ae53a90-f3a3-42c1-b248-5bbc97ebccbf_en); ultima consultazione novembre 2021.

## LEGISLAZIONE DI RIFERIMENTO

### Disposizioni comunitarie

- Europa. Regolamento (CE) n. 178/2002 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 28 gennaio 2002, che stabilisce i principi e i requisiti generali della legislazione alimentare, istituisce l'Autorità europea per la sicurezza alimentare e fissa procedure nel campo della sicurezza alimentare. *Gazzetta Ufficiale dell'Unione Europea* L 31, 1° febbraio 2002.
- Europa. Regolamento (CE) 1935/2004 del Parlamento europeo e del Consiglio, del 27 ottobre 2004, riguardante i materiali e gli oggetti destinati a venire a contatto con i prodotti alimentari e che abroga le direttive 80/590/CEE e 89/109/CEE. *Gazzetta Ufficiale dell'Unione europea* L 338, 13 novembre 2004.
- Europa. Regolamento (CE) 2023/2006 della Commissione, del 22 dicembre 2006, sulle buone pratiche di fabbricazione dei materiali e degli oggetti destinati a venire a contatto con prodotti alimentari. *Gazzetta Ufficiale dell'Unione europea* L 384, 29 dicembre 2006.
- Europa. Regolamento (UE) 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. *Gazzetta Ufficiale dell'Unione europea* L 88/29, 29 marzo 2007.
- Europa. Regolamento (UE) 2017/625 del Parlamento europeo e del Consiglio del 15 marzo 2017 relativo ai controlli ufficiali e alle altre attività ufficiali effettuati per garantire l'applicazione della legislazione sugli alimenti e sui mangimi, delle norme sulla salute e sul benessere degli animali, sulla sanità delle piante nonché sui prodotti fitosanitari, recante modifica dei regolamenti (CE) n. 999/2001, (CE) n. 396/2005, (CE) n. 1069/2009, (CE) n. 1107/2009, (UE) n. 1151/2012, (UE) n. 652/2014, (UE) 2016/429 e (UE) 2016/2031 del Parlamento europeo e del Consiglio, dei regolamenti (CE) n. 1/2005 e (CE) n. 1099/2009 del Consiglio e delle direttive 98/58/CE, 1999/74/CE, 2007/43/CE, 2008/119/CE e 2008/120/CE del Consiglio, e che abroga i regolamenti (CE) n. 854/2004 e (CE) n. 882/2004 del Parlamento europeo e del Consiglio, le direttive 89/608/CEE, 89/662/CEE, 90/425/CEE, 91/496/CEE, 96/23/CE, 96/93/CE e 97/78/CE del Consiglio e la decisione 92/438/CEE del Consiglio (regolamento sui controlli ufficiali). *Gazzetta ufficiale dell'Unione europea* L 95/, 7 aprile 2017.

### Disposizioni nazionali

- Italia. Decreto del Presidente della Repubblica 26 marzo 1980, n. 327 Regolamento di esecuzione della L. 30 aprile 1962, n. 283, e successive modificazioni, in materia di disciplina igienica della produzione e della vendita delle sostanze alimentari e delle bevande. *Gazzetta Ufficiale* n. 193, 16 luglio 1980.
- Italia. Decreto del Presidente della Repubblica 23 agosto 1982, n. 777 Attuazione della direttiva (CEE) n. 76/893 relativa ai materiali e agli oggetti destinati a venire a contatto con i prodotti alimentari. *Gazzetta Ufficiale* n. 298, 28 ottobre 1982.
- Italia. Decreto legislativo 10 febbraio 2017, n. 29. Disciplina sanzionatoria per la violazione di disposizioni di cui ai regolamenti (CE) n. 1935/2004, n. 1895/2005, n. 2023/2006, n. 282/2008, n. 450/2009 e n. 10/2011, in materia di materiali e oggetti destinati a venire a contatto con prodotti alimentari e alimenti. *Gazzetta Ufficiale* n. 65, 18 marzo 2017.
- Italia. Decreto legislativo 2 febbraio 2021, n. 27. Disposizioni per l'adeguamento della normativa nazionale alle disposizioni del regolamento (UE) 2017/625 ai sensi dell'articolo 12, lettere a), b), c), d) ed e) della legge 4 ottobre 2019, n. 117. *Gazzetta Ufficiale Serie Generale* n. 60, 11 marzo 2021.
- Italia. Decreto legislativo 25 gennaio 1992, n. 108. Attuazione della direttiva n. 89/109/CEE concernente i materiali e gli oggetti destinati a venire a contatto con i prodotti alimentari. *Gazzetta Ufficiale* n. 39, 17 febbraio 1992.

- Italia. Decreto legislativo 28 luglio 1989, n. 271. Norme di attuazione, di coordinamento e transitorie del codice di procedura penale. *Gazzetta Ufficiale* n.182, 5 agosto 1989 – *Suppl. Ordinario* n. 57.
- Italia. Legge 30 aprile 1962, n. 283. Modifica degli articoli 242, 243, 247, 250 e 262 del testo unico delle leggi sanitarie, approvato con regio decreto 27 luglio 1934, n. 1265: Disciplina igienica della produzione e della vendita delle sostanze alimentari e delle bevande. *Gazzetta Ufficiale* n. 139, 4 giugno 1962.
- Ministero della Sanità. Decreto ministeriale 21 marzo 1973. Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili, destinati a venire in contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale. *Supplemento Ordinario* n. 69 alla *Gazzetta Ufficiale* n. 104, 20 aprile 1973.
- Ministero della Salute. Decreto 11 novembre 2013, n. 140. Regolamento recante aggiornamento al decreto del Ministro della sanità 21 marzo 1973 recante: “Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili destinati a venire a contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale” limitatamente agli acciai inossidabili. *Gazzetta Ufficiale Repubblica Italiana* n. 294, 16 dicembre 2013.
- Ministero della Salute. Decreto 6 agosto 2015, n. 195. Regolamento recante aggiornamento limitatamente agli acciai inossidabili al decreto del Ministro della sanità 21 marzo 1973, recante: “Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili destinati a venire a contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale”. *Gazzetta Ufficiale Repubblica Italiana* n. 288, 11 dicembre 2015.
- Ministero della Salute. Decreto 9 maggio 2019, n. 72. Regolamento recante l'aggiornamento al decreto del Ministro della Sanità 21 marzo 1973, recante: “Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili, destinati a venire in contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale”, limitatamente agli acciai inossidabili. *Gazzetta Ufficiale* n. 179, 1° agosto 2019.
- Ministero della Salute. Comunicato relativo al decreto del Ministro della salute 9 maggio 2019, n. 72 concernente il “Regolamento recante l'aggiornamento al decreto del Ministro della sanità 21 marzo 1973, recante: “Disciplina igienica degli imballaggi, recipienti, utensili, destinati a venire in contatto con le sostanze alimentari o con sostanze d'uso personale”, limitatamente agli acciai inossidabili”. (Decreto pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* n. 179 del 01.08.2019) *Gazzetta Ufficiale* n. 267, 14 novembre 2019.



**APPENDICE A**  
**Schemi operativi per i laboratori**



## A1. Schema riassuntivo per modalità di prova

**Tabella A1. MOCA di acciaio inossidabile: tipo di contatto, tempo temperatura e numero di contatti (attacchi). Per la scelta del simulante fare riferimento al paragrafo 6.5.4**

MOCA	Tipo di contatto	Tempo e temperatura di contatto	Numero "attacchi"
Accessorio per robot da cucina, non riempibile	Immersione della parte funzionale (se possibile disconnettere viti o parti non di acciaio inossidabile)	30' a 100°C	3
Accessorio per robot da cucina, riempibile	Riempimento della parte funzionale (se possibile disconnettere viti o parti non di acciaio inossidabile)	30' a 100°C	3
Beccuccio versatore	Riempimento (tappare e rovesciare il contenitore; misurare il bianco della parte non inossidabile)	30' a 100°C	3
Bicchieri	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Bollitore	Riempimento e messa in funzione	30' a 100°C	3
Cestello per fritti	Immersione della parte funzionale (se possibile sospendere su pareti del recipiente contenente il simulante)	30' a 100°C	3
Ciotole da tavola	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Colabrodo	Immersione della parte funzionale (se possibile sospendere il colabrodo su pareti del recipiente contenente il simulante)	30' a 100°C	3
Colapasta	Immersione della parte funzionale	30' a 100°C	3
Colino	Immersione della parte funzionale	30' a 100°C	3
Coltello (varie dimensioni e funzioni)	Immersione (solo parte lama)	30' a 70°C	3
Contenitore	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Coperchio	Contatto, se possibile ponendo il coperchio sul recipiente contenente il simulante in ebollizione. Disconnettere eventuali viti non di acciaio inossidabile	30' a 100°C	3
Dosazucchero	Riempimento	10 giorni a 40°C	1
Forbici	Immersione della parte funzionale, disconnettendo la vite centrale	30' a 70°C	3
Forchetta per arrostiti	Immersione della parte funzionale (se mono fusione 2 cm di manico)	30' a 100°C	3
Griglia forno o barbecue	Immersione	30' a 100°C	3
Lame frullatore	Immersione della parte funzionale disconnettendo eventuali parti non di acciaio inossidabile	30' a 70°C (solo uso domestico) 30' a 100°C (per uso industriale)	3

<b>MOCA</b>	<b>Tipo di contatto</b>	<b>Tempo e temperatura di contatto</b>	<b>Numero "attacchi"</b>
Macchina per la pasta	Immersione della parte funzionale disconnettendo eventuali parti non di acciaio inossidabile	30' a 100°C	3
Mandolina (pelapatate, carote ecc)	Immersione della parte funzionale disconnettendo eventuali parti non di acciaio inossidabile	30' a 70°C	3
Mestolo	Immersione della parte funzionale (se mono fusione, 2 cm di manico)	30' a 100°C	3
Oliera	Riempimento	10 giorni a 40°C	1
Paraschizzi	Immersione della parte funzionale (se possibile sospendere su pareti del recipiente contenente il simulante)	30' a 100°C	3
Parti macchina per caffè tipo moka	Alloggiamento e funzionamento reale. Disconnessione di parti non di acciaio inossidabile	30' a 100°C	3
Parti macchina automatica da caffè di tipo domestico	Riempimento o immersione (tenere conto parti funzionali di acciaio inossidabile)	30' a 100°C	3
Parti macchinari industria alimentare contatto breve a caldo	Riempimento o immersione	30' a 100°C	3
Parti macchinari industria alimentare contatto prolungato a T ambiente	Riempimento o immersione	10 giorni a 40°C	1
Parti macchinari industria alimentare destinati a tutti gli usi e a tutte le condizioni di contatto	Riempimento o immersione (tenere conto parti funzionali)	30' a 100°C 10 giorni a 40°C	3 1
Pentola (tegami, casseruole, ecc)	Riempimento (se presente, testare assieme al loro coperchio)	30' a 100°C	3
Pentola (pastaiola e verdure)	Riempimento (se presente, testare assieme al loro coperchio)	30' a 100°C	3
Piatti e scodelle da tavola, tipo campeggio o picnic	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Pinze	Immersione, solo parte funzionale	30' a 100°C	3
Posate con manico in plastica o legno e parte funzionale in acciaio inossidabile	Immersione, solo parte funzionale	30' a 100°C se coltelli: 30' a 70°C	3
Posate monofusione	Immersione (2 cm di manico)	30' a 100°C se coltelli: 30' a 70°C	3

<b>MOCA</b>	<b>Tipo di contatto</b>	<b>Tempo e temperatura di contatto</b>	<b>Numero "attacchi"</b>
Sbucciamela	Immersione della parte funzionale disconnettendo eventuali parti non di acciaio inossidabile	30' a 70°C	3
Schiacciapatate	Immersione della parte funzionale	30' a 100°C	3
Schiumarola	Immersione della parte funzionale (se mono fusione, 2 cm di manico)	30' a 100°C	3
Spiedini	Immersione, solo parte funzionale	30' a 100°C	3
Spiedo	Immersione della parte funzionale	30' a 100°C	3
Stampi per biscotti con fondo	Riempimento	30' a 100°C	3
Stampi per biscotti e dolci senza fondo (solo sagoma laterale)	Immersione	30' a 100°C	3
Taglia mela	Immersione della parte funzionale disconnettendo eventuali parti non di acciaio inossidabile	30' a 70°C	3
Taglia pasta	Immersione della parte funzionale disconnettendo eventuali parti non di acciaio inossidabile	30' a 70°C	3
Tagliapizza	Immersione della parte funzionale (se possibile disconnettere eventuali parti non di acciaio inossidabile)	30' a 70°C	3
Tazze	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Teglia da forno	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Teiere	Riempimento (testare assieme al loro coperchio)	30' a 100°C	3
Vassoio per arrosti o per forno	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Vassoio per frutta	Riempimento (coprire durante la prova)	30' a 100°C	3
Zuccheriera	Riempimento	10 giorni a 40°C	1

## A2. Metodi strumentali

### Determinazione di cromo, nichel e manganese mediante tecnica AAS

#### Scopo e campo di applicazione

Scopo della prova è la determinazione quantitativa di metalli (Cr, Ni e Mn) in soluzioni di acido acetico al 3% derivanti dalle prove di cessione dei materiali a contatto con gli alimenti, al fine di valutare il rispetto di norme o regolamenti applicabili.

La determinazione viene eseguita tramite spettrofotometria di assorbimento atomico con fornetto di grafite con correzione del fondo ad effetto Zeeman (Z-ETA-AAS).

Il metodo è applicato per valutare concentrazioni di metallo nel liquido di cessione di almeno 10 ppb.

#### Reagenti

Acido nitrico concentrato (Suprapur)

Acido acetico glaciale (Suprapur)

Acqua ultrapura

Acido acetico 3% p/v

Soluzione standard certificata multielemento o monoelemento di Cr, Ni e Mn 1000 µg/mL

Soluzioni acquose intermedie di Cr, Ni e Mn da 1 mg/L

Utensili da laboratorio (matraci, pipette, ecc.) in plastica o in vetro opportunamente decontaminati

#### Principio della tecnica

La tecnica è basata sul principio che l'analita viene vaporizzato e atomizzato alle opportune temperature e quindi eccitato da una radiazione di adeguata lunghezza d'onda; il segnale si ottiene misurando l'attenuazione della radiazione incidente a seguito dell'attraversamento della nube di atomi.

Il programma termico deve essere ottimizzato per ciascun elemento secondo le specifiche strumentali. È preferibile effettuare le determinazioni in area di picco.

In caso di quantificazione per mezzo di retta di calibrazione esterna, la concentrazione del campione incognito viene determinata per interpolazione con la retta stessa.

#### Strumentazione

Assorbimento atomico con fornetto di grafite con correzione del fondo a Zeeman.

Lampade a catodo cavo monoelemento (Cr, Ni, Mn) o multielemento.

Micro pipette a volume variabile o fisso.

#### Particolari precauzioni per la sicurezza

Durante le operazioni analitiche attenersi a quanto indicato nelle procedure di impiego della strumentazione e dei reagenti.

In particolare:

- utilizzare le apparecchiature attenendosi scrupolosamente alle istruzioni e a tutti i manuali d'uso;
- nella manipolazione degli acidi operare sotto cappa indossando i previsti Dispositivi di Protezione Individuale (DPI);
- azionare sempre i dispositivi di captazione dei fumi (cappa aspirante e sistema di aspirazione localizzata del GF-AAS).

### Modalità operative

È importante evitare contaminazioni di metalli nelle fasi di campionamento, conservazione, preparazione, analisi.

In particolare, verificare che gli acidi ed i materiali siano adeguati ai livelli di concentrazione dei metalli da dosare.

### Preparazione della retta di calibrazione

Partendo dalla soluzione standard certificata da 1000 µg/mL, preparare per diluizione la soluzione acquosa intermedia da 1 mg/L, diluire ulteriormente la soluzione intermedia con acido acetico 3% o con acido nitrico 1% per ottenere le soluzioni standard alle concentrazioni definite per la costruzione della retta di calibrazione.

La curva di calibrazione esterna deve essere costruita con almeno 4 punti, più il bianco di calibrazione, tenendo presente il campo di linearità dello strumento.

Il bianco di calibrazione deve essere costituito dalla stessa soluzione utilizzata per la preparazione della retta di calibrazione e per la diluizione dei campioni (es. acido acetico 3% ecc.). Il valore di assorbanza del bianco di calibrazione deve essere prossimo allo zero e deve essere sottratto sia alle soluzioni standard che ai campioni.

### Diluizione dei campioni

I campioni incogniti devono essere diluiti con acido acetico al 3% o con acido nitrico all'1%, in maniera tale da rientrare nella retta di calibrazione definita.

In caso di impiego di modificanti di matrice, è preferibile iniettarli separatamente nel tubo di grafite piuttosto che utilizzarli per la diluizione dei campioni.

### Determinazione strumentale

Secondo le procedure abitualmente in uso, può essere utilizzato un modificatore di matrice (es. palladio nitrato, ammonio fosfato, magnesio nitrato, usati singolarmente oppure in miscela).

A titolo di esempio, alcune indicazioni sulle possibili condizioni di analisi:

Parametro	Cromo	Nichel	Manganese
Volume iniettato (µL)	20	20	20
Modificatore di matrice	Magnesio nitrato	Magnesio nitrato	Palladio + MgNO <sub>3</sub>
Lunghezza d'onda (nm)	357.9	232.2	279.2
Range di calibrazione (µg/L)	5-50	5-50	5-40
Temperatura di incenerimento (°C)	1200-1400	1000-1200	500-600
Temperatura di atomizzazione (°C)	2200-2300	2200-2400	1800-2000

Ogni lettura (per bianchi, standard e campioni) dovrebbe essere ripetuta almeno due volte.

Se la concentrazione è superiore al limite di quantificazione, a condizione che il CV% risulti inferiore a 20, il risultato è dato dalla media delle concentrazioni misurate. In caso contrario si ripetono entrambe le letture.

Nel corso di ogni sessione analitica, è opportuno utilizzare come controllo almeno un campione a concentrazione nota.

Per i criteri di prestazione, vedere la Tabella 1 al Capitolo 7.2.

## **Determinazione di cromo, nichel e manganese mediante tecnica ICP-MS**

### **Scopo e campo di applicazione**

Scopo della prova è la determinazione quantitativa di Cr, Ni e Mn in campioni liquidi derivanti dalla cessione dei materiali a contatto con gli alimenti mediante tecnica ICP-MS, al fine di valutare il rispetto di norme o regolamenti applicabili.

La determinazione viene eseguita nebulizzando direttamente il campione acidificato nella sorgente al plasma dell'ICP-MS.

Il metodo è applicato per valutare concentrazioni di metallo nel liquido di cessione di almeno 10 µg/L.

### **Reagenti**

Acido nitrico concentrato (tipo "Suprapur")

Acido cloridrico concentrato (tipo "Suprapur")

Soluzione standard primaria certificata

Soluzioni standard di Cr, Ni, Mn tali da costruire rette di taratura con almeno 5/6 punti compreso il punto zero (0).

### **Principio della tecnica**

La base del metodo consiste nella determinazione di Cr, Ni e Mn mediante analisi ICP-MS.

Il campione e le soluzioni di taratura sono opportunamente nebulizzati e l'aerosol viene trasportato nel plasma, dove, in seguito a fenomeni di eccitazione, vengono prodotti ioni elementari, i quali sono separati in base al loro rapporto m/z e rilevati attraverso un canale elettro-moltiplicatore.

Le intensità del segnale elettrico vengono misurate e la concentrazione di analita presente nel campione è determinata per interpolazione/estrapolazione con una retta costruita per ogni elemento con le soluzioni standard di taratura.

### **Interferenze**

Interferenze in ICP-MS possono verificarsi per la presenza di isotopi di differenti elementi o addotti molecolari con la stessa massa nominale.

### **Apparecchiature di prova**

Analizzatore ICP-MS.

### **Particolari precauzioni per la sicurezza**

Durante le operazioni analitiche, attenersi a quanto indicato nelle procedure di impiego della strumentazione e dei reagenti. In particolare:

- utilizzare le apparecchiature attenendosi scrupolosamente alle istruzioni e ai manuali d'uso;
- nella manipolazione degli acidi operare sotto cappa indossando i previsti Dispositivi di Protezione Individuale (DPI);
- azionare sempre i dispositivi di captazione dei fumi (cappa aspirante e sistema di aspirazione localizzata dell'ICP-MS).

### **Modalità operative**

È importante evitare contaminazioni di metalli nelle fasi di campionamento, conservazione, preparazione, analisi. In particolare verificare che gli acidi, i materiali siano adeguati ai livelli di concentrazione dei metalli da dosare.

### Preparazione della curva di taratura

Partire dalla soluzione standard primaria certificata e, per le successive diluizioni, preparare le soluzioni di taratura di Cr, Ni e Mn in modo da avere rette di taratura di almeno 5-6 punti compreso il punto 0.

### Preparazione dei campioni da nebulizzare direttamente nella sorgente al plasma dell'ICP-MS

I campioni derivanti dalla prova di cessione vengono opportunamente diluiti, in modo tale da rientrare nel campo di applicazione del metodo, acidificati con acido nitrico e cloridrico secondo le condizioni più idonee per ogni tipologia di strumento utilizzato.

Parallelamente ai campioni si esegue una prova in bianco con i reattivi utilizzati nelle stesse condizioni.

Per ogni serie analitica viene eseguito almeno un controllo di processo attraverso l'aggiunta ad un campione, oppure ad un bianco di metalli a concentrazione nota.

### Determinazione strumentale

Per l'analisi all'ICP fare riferimento alle istruzioni riportate nei rispettivi manuali di uso dell'apparecchiatura.

Per il controllo dei processi analitici, se non diversamente specificato in altri documenti applicabili, vengono utilizzati almeno i seguenti parametri di "performance" per gli indicatori sotto descritti:

Indicatore	Parametro
LOD e BEC* elaborati dal software sulle curve di taratura prodotte	LOD $\leq 1/10$ limite critico di riferimento (limite di legge) BEC $\leq 1/20$ limite critico di riferimento (limite di legge)
Prova su materiale di riferimento di laboratorio o campione aggiunto o prova in doppio su campione incognito	Entro i livelli indicati nella carte di controllo

\* Background Equivalent Concentration (BEC)

Per i criteri di prestazione, vedere Tabella 1 al Capitolo 7.2

## Determinazione di cromo, nichel e manganese mediante tecnica ICP-OES

### Scopo e campo di applicazione

Scopo della prova è la determinazione quantitativa di metalli Cr, Ni e Mn in campioni liquidi derivanti dalla cessione dei materiali a contatto con gli alimenti mediante tecnica ICP-OES, al fine di valutare il rispetto di norme o regolamenti applicabili.

La determinazione viene eseguita nebulizzando direttamente il campione acidificato, nella sorgente al plasma dell'ICP-OES.

Il metodo è applicato per valutare concentrazioni di metallo nel liquido di cessione di almeno 10 µg/L.

### Reagenti

Acido nitrico concentrato (tipo "Suprapur")

Acido cloridrico concentrato (tipo "Suprapur")

Acido Acetico glaciale (Suprapur)

Soluzione standard primaria certificata

Soluzioni standard di Cr, Ni, Mn tali da costruire rette di taratura con almeno 5 punti (es. 5, 10, 25, 50 e 100 µg/L preparati in acido acetico al 3%).

## **Principio della tecnica**

La base del metodo consiste nella determinazione di Cr, Ni e Mn mediante analisi ICP-OES.

Il campione e le soluzioni di taratura vengono opportunamente nebulizzate, e l'aerosol viene trasportato nel plasma dove, in seguito a fenomeni di eccitazione, avviene la produzione dello spettro di emissione composto dalle righe caratteristiche degli elementi presenti.

Tali righe, dopo essere state separate mediante un sistema di dispersione, vengono inviate su un rivelatore (fotomoltiplicatore) che produce un segnale elettrico di intensità proporzionale all'intensità delle righe di emissione. Le intensità di emissione vengono rilevate simultaneamente o in sequenza, e la concentrazione di analita presente nel campione viene determinata per interpolazione/estrapolazione con una retta costruita per ogni elemento con le soluzioni standard di taratura.

## **Interferenze**

Interferenze in ICP-OES possono essere di tipo chimico, fisico o spettrale (del fondo e/o di riga). L'insieme delle interferenze, se non adeguatamente corrette, producono variazioni sull'asse y della retta di taratura (effetto di tipo additivo), oppure variazioni del coefficiente angolare della retta (effetto di tipo moltiplicativo).

L'effetto di tipo additivo è riconducibile alle interferenze dovute al fondo o di riga, mentre l'effetto di tipo moltiplicativo è riconducibile alle interferenze di natura chimica e/o fisica che alterano i processi di trasporto alla torcia o di eccitazione, producendo modificazioni nel processo di nebulizzazione o di eccitazione.

## **Apparecchiatura di prova**

Analizzatore ICP-OES.

## **Particolari precauzioni per la sicurezza**

Durante le operazioni analitiche, attenersi a quanto indicato nelle procedure di impiego della strumentazione e dei reagenti. In particolare:

1. utilizzare le apparecchiature osservando scrupolosamente le istruzioni e i manuali d'uso;
2. nella manipolazione degli acidi, operare sotto cappa indossando i DPI previsti;
3. azionare sempre i dispositivi di captazione dei fumi (cappa aspirante, sistema di aspirazione localizzata dell'ICP-OES).

## **Modalità operative**

È importante evitare contaminazioni di metalli nelle fasi di campionamento, conservazione, preparazione ed analisi. In particolare, verificare che gli acidi e i materiali siano adeguati ai livelli di concentrazione dei metalli da dosare.

## **Preparazione della curva di taratura**

Partire dalla soluzione standard primaria certificata e, per le successive diluizioni, preparare le soluzioni di taratura di Cr, Ni e Mn in modo da avere rette di taratura di almeno 5 punti oltre al bianco. Le soluzioni si preparano in Acido Acetico al 3% (m/v).

## **Preparazione dei campioni da nebulizzare direttamente nella sorgente al plasma dell'ICP-OES**

I campioni derivanti dalla prova di cessione (eventualmente diluiti con Acido acetico al 3%, in modo tale da rientrare nel campo di applicazione del metodo) vengono analizzati secondo le condizioni più idonee per ogni tipologia di strumento utilizzato. Parallelamente ai campioni si esegue una prova in bianco con i

reattivi utilizzati nelle stesse condizioni. Per ogni serie analitica viene eseguito almeno un controllo di processo attraverso l'aggiunta ad un campione oppure ad un bianco di metalli a concentrazione nota.

### Determinazione strumentale

Per l'analisi all'ICP-OES fare riferimento alle istruzioni riportate nei rispettivi manuali di uso dell'apparecchiatura. Per i criteri di prestazione, vedere Tabella 1 al §7.2

Per il controllo dei processi analitici, se non diversamente specificato in altri documenti applicabili, vengono utilizzati almeno i seguenti parametri di "performance" per gli indicatori sotto descritti::

Indicatore	Parametro
LOD e BEC* elaborati dal software sulle curve di taratura prodotte	LOD $\leq$ 1/10 limite critico di riferimento (limite di legge) BEC $\leq$ 1/20 limite critico di riferimento (limite di legge)
Intensità risposta e RSD% su soluzione std di 1 ppm Mn	RSD < 1% Intensità -> carta di controllo
Prova su materiale di riferimento di laboratorio o campione aggiunto o prova in doppio su campione incognito	Entro i livelli indicati nella carte di controllo

\*Background Equivalent Concentration (BEC)

### **A3. Esempi di procedure di preparazione di simulanti e reagenti per operazioni di decontaminazione della vetreria**

**NOTA:** Tutte le operazioni di manipolazione di acidi concentrati devono essere eseguite sotto cappa di aspirazione utilizzando i DPI previsti: guanti, occhiali e grembiule protettivi.

#### **A3.1 Preparazione della soluzione diluita di acido nitrico al 10%**

In una bottiglia da 1000 mL, già contenente 200 mL di acqua distillata, vengono aggiunti 100 mL di acido nitrico concentrato e, dopo lieve agitazione, si porta a volume con acqua distillata. Si agita molto delicatamente fino a completa miscelazione.

#### **A3.2 Preparazione e conservazione del simulante acido acetico 3%**

In un matraccio tarato di vetro da 1000 mL, si aggiungono 600 mL di acqua distillata mmQ e 28.5 mL di acido acetico glaciale (preferibilmente Suprapur), prelevati opportunamente.

In alternativa, secondo quanto indicato nella norma UNI EN 1186-1 possono essere pesati in bilancia analitica ( $s=0.1$ ) 30 g di acido acetico glaciale (corrispondenti a 28,5 mL) contenuti in matraccio tarato da 1000 mL. Si porta quindi a volume con acqua distillata mmQ.

**NOTA:** Il simulante utilizzato per l'esecuzione della prova dovrebbe essere preparato fresco, preferibilmente preparato di volta in volta, al momento dell'uso.

In ogni caso, poiché per convenienza può essere necessario predisporre il simulante in anticipo rispetto alla prova, tutti i recipienti contenenti il simulante che sarà utilizzato per la prova dovrebbero recare un'apposita etichetta, oppure una marcatura a pennarello vetrografico con le informazioni minime richieste dal sistema di gestione del Laboratorio.

Esempio:

- contenuto del recipiente
- data di preparazione
- data di scadenza
- sigla dell'operatore che ha effettuato la preparazione del simulante.

In tutti i casi, la data di scadenza del simulante non dovrebbe eccedere gli otto giorni inclusa la data di preparazione.

Il simulante può essere conservato a temperatura ambiente.

#### **A3.3 Trattamento della vetreria**

Il trattamento di decontaminazione di tutta la vetreria si effettua con soluzione diluita di  $\text{HNO}_3$  (preparato come descritto nel paragrafo precedente) secondo due opzioni:

- trattamento di "avvinamento" per 3 volte consecutive

oppure

- riempiendo i recipienti (o immergendo le parti non riempibili) e lasciando a contatto per una notte intera sotto cappa.

Si risciacqua poi accuratamente con più frazioni di acqua distillata (a titolo di esempio si possono usare 5 frazioni successive), si pone ad asciugare per scolamento oppure in stufa o in armadio riscaldato fino a completa asciugatura.

**APPENDICE B**  
**Note del Ministero della Salute**

## **B1. Nota del Ministero della Salute DGSAN.-6/ 22887-P-26/06/2012 I.4.c.c.8.10/2**

**OGGETTO:** Materiali ed oggetti destinati a venire a contatto con i prodotti alimentari. Indicazioni sugli oggetti in acciaio inossidabile legalmente prodotti e/o commercializzati in un altro Stato dell'Unione Europea e quelli legalmente prodotti nei Paesi contraenti dell'accordo sullo spazio economico europeo nonché in Turchia.

### **Premessa e riferimenti normativi**

In relazione a richieste di chiarimenti pervenute in merito alla normativa sui materiali, oggetti in acciaio inossidabile, ed in particolare sull'applicabilità dei limiti di migrazione specifica fissati dall'ultimo comma dell'art. 37, del DM 21 marzo 1973 e s.m.i. 21 marzo 1973 ai prodotti sopra citati legalmente fabbricati e/o commercializzati negli altri Stati dell'Unione Europea si precisa quanto segue.

I materiali ed oggetti destinati al contatto con gli alimenti sono disciplinati a livello comunitario dal Regolamento (CE) n.1935/2004, che stabilisce i requisiti generali cui gli stessi devono rispondere.

Ai sensi dell'art. 3, del Regolamento (CE) n. 1935/2004 tutti i materiali e gli oggetti devono essere prodotti conformemente alle buone norme di fabbricazione, affinché in condizioni d'impiego normali o prevedibili, essi non trasferiscano agli alimenti componenti in quantità tale da:

- a) costituire un pericolo per la salute umana;
- b) comportare una modifica inaccettabile della composizione dei prodotti alimentari;
- c) comportare un deterioramento delle loro caratteristiche organolettiche.

Le buone norme di fabbricazione (GMP) a cui fa riferimento l'art. 3 sopra citato sono esplicitate nel Regolamento (CE) 2023/2006.

L'art. 5 del Regolamento (CE) 1935/2004 prevede che, in aggiunta alle prescrizioni generali valide per tutti i materiali e per tutti gli oggetti destinati al contatto con gli alimenti, possano essere adottate misure specifiche per i gruppi di materiali e oggetti elencati nell'allegato I e, se del caso, le combinazioni di tali materiali e oggetti o di materiali e oggetti riciclati impiegati nella fabbricazione di tali materiali e oggetti.

Allo stato attuale vi sono disposizioni comunitarie specifiche per i materiali attivi e intelligenti, la ceramica, le materie plastiche e la cellulosa rigenerata mentre non ne sono state adottate per i metalli e leghe.

In base all'art. 6 del Regolamento (CE) 1935/2004, in mancanza di misure specifiche di cui all'art. 5, gli Stati membri possono mantenere o adottare disposizioni nazionali, a condizione che siano conformi alle norme del trattato.

A livello nazionale i materiali e gli oggetti di acciaio inossidabile destinati al contatto con gli alimenti sono disciplinati dalle disposizioni generali del Decreto del Presidente della Repubblica 777/1982 e successive modifiche, nonché dalle disposizioni specifiche riportate nel DM 21 marzo 1973 e s.m.i. (cfr. il capo VI: articoli 36 e 37 e l'allegato II, sezione 6 "Acciai inossidabili", del DM 21 marzo 1973 e s.m.i., come modificato da ultimo dal DM 21 dicembre 2010, n.258).

In particolare in base all'art. 36 del citato DM 21 marzo 1973 e s.m.i. 21 marzo 1973 gli acciai inossidabili destinati al contatto con gli alimenti devono:

- essere preparati esclusivamente con i tipi di acciai inossidabili indicati nella lista di cui alla sezione 6 dell'allegato II;

allo stesso tempo

- rispettare le previsioni relative alla verifica dell'idoneità di cui all'art. 37, ivi compresi i limiti di migrazione specifica di 0,1 ppm fissati a tutela della salute per il Cr (trivalente), il Ni, il Mn.

Nell'allegato IV del DM 21 marzo 1973 e s.m.i. sono riportati i metodi analitici, in particolare, le Norme di base per la verifica della migrazione nei simulanti di prodotti alimentari (allegato IV, sezione I), e la Determinazione della migrazione specifica del Cr, del Ni, del Mn (allegato IV, sezione 2, punti 3, 5 e 10).

La rispondenza alle disposizioni comunitarie e nazionali sopra richiamate deve essere assicurata nella dichiarazione di conformità di tali materiali e degli oggetti, e il rispetto delle disposizioni di riferimento vigenti deve essere verificato nell'ambito delle attività di controllo ufficiale.

Infatti, l'art. 24 del Regolamento (CE) 1935/2004 (Misure d'ispezione e di controllo) prevede che gli Stati membri svolgono controlli ufficiali ai fini dell'osservanza del Regolamento stesso conformemente alle pertinenti disposizioni della normativa comunitaria relativa ai controlli ufficiali dei mangimi e dei prodotti alimentari di cui al Regolamento (CE) 882/2004.

Inoltre, l'art. 10, secondo comma, del Regolamento sopra citato prevede che i controlli ufficiali sui mangimi e sugli alimenti comprendono l'ispezione dei materiali e articoli destinati ad entrare in contatto con i prodotti alimentari.

Infine, l'art. 54 Regolamento (CE) 882/2004 stabilisce le "Azioni in caso di non conformità".

### **Principio del mutuo riconoscimento**

Come sopra precisato, non essendo la normativa degli acciai inossidabili armonizzata a livello comunitario, gli Stati membri restano competenti a stabilire le regole tecniche in materia definendo i livelli di protezione che intendono garantire.

In assenza di armonizzazione comunitaria la libera circolazione dei prodotti è assicurata dal principio del "mutuo riconoscimento". In base a quest'ultimo quale lo Stato membro di destinazione deve consentire l'immissione sul proprio mercato dei prodotti legalmente fabbricati e/o commercializzati negli altri Stati dell'U.E. e quelli legalmente prodotti nei Paesi contraenti dell'accordo sullo spazio economico europeo nonché in Turchia, purché gli stessi garantiscano un livello equivalente di protezione dei diversi interessi pubblici coinvolti a quello assicurato dalle norme nazionali (nella fattispecie di che trattasi in relazione alla tutela della salute).

Al fine dell'applicazione di tale principio è per l'appunto riportata nell'art. 3 del Decreto 21 dicembre 2010, n. 258 la "clausola di mutuo riconoscimento", ai sensi della quale le disposizioni di cui agli articoli 1 e 2 non si applicano agli oggetti di acciaio inossidabile legalmente prodotti e/o commercializzati in un altro Stato dell'Unione europea, e a quelli legalmente prodotti negli originari Paesi contraenti dell'accordo sullo spazio economico europeo, nonché in Turchia.

Il riconoscimento reciproco è tuttavia condizionato dal diritto di scrutinio dello Stato membro di destinazione dei prodotti sull'equivalenza del grado di protezione garantito da tali prodotti e quello garantito dalle norme nazionali.

Ciò vale a dire che deve essere consentita la commercializzazione in Italia dei prodotti sopra citati a condizione che gli stessi garantiscano un livello di protezione della salute equivalente a quello assicurato dalle nostre norme nazionali.

Quanto sopra evita inoltre disparità di trattamento tra imprese nazionali e imprese comunitarie.

Tanto premesso, si richiama l'attenzione sul fatto che i limiti di migrazione specifica per il Cr (trivalente), il nickel ed il Mn di 0,1 ppm di cui all'ultimo comma dell'art. 37 del Decreto 21 marzo 1973 (come sostituito dal Decreto 21 dicembre 2010, n. 258) sono fissati dalla normativa italiana al fine di garantire il necessario livello di protezione della salute pubblica.

Non essendo il settore degli acciai inossidabili ancora armonizzato a livello UE, il progetto italiano di regola tecnica (ossia lo schema del DM 21 marzo 1973 e s.m.i. 21 dicembre 2010, n. 258) è stato regolarmente notificato alla Commissione europea ai sensi della Direttiva 98/34/CE del Parlamento Europeo e del Consiglio del 22 giugno 1998, e la stessa Commissione e gli Stati membri non hanno formulato osservazioni. Alla scadenza del termine di astensione obbligatoria il provvedimento è stato quindi adottato con il livello di protezione a tutela della salute ivi definito e reso noto al resto dell'UE.

Pertanto gli oggetti di acciaio inossidabile legalmente prodotti e/o commercializzati in un altro Stato dell'Unione europea e quelli legalmente prodotti negli originari Paesi contraenti dell'accordo sullo spazio economico europeo, nonché in Turchia possono essere commercializzati in Italia se garantiscono un livello di sicurezza sanitaria equivalente a quello disposto dall'art.37 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i. 21 marzo 1973.

### **Controllo ufficiale**

Nell'ambito delle attività di controllo ufficiale dei materiali e di oggetti in acciaio inossidabile in questione presenti sul mercato nazionale, ed in modo specifico nel controllo documentale, qualora nella dichiarazione di conformità non sia indicato il rispetto delle norme italiane, si invitano le Autorità

competenti a verificare le informazioni relative alla conformità dei prodotti alle norme dello Stato membro di provenienza.

In merito, si evidenzia come l'operatore economico sia tenuto a fornire a dette Autorità tali informazioni, nonché documentazione di supporto, ivi compreso il testo delle norme applicabili nello stesso Stato di provenienza.

Qualora necessario, le Autorità sopra citate potranno chiedere la traduzione dei documenti.

Quanto sopra al fine di poter verificare, caso per caso, se il grado di protezione della salute garantito dai prodotti di che trattasi è equivalente a quello garantito dalle norme nazionali.

Nel caso in cui si renda opportuno effettuare un controllo analitico degli oggetti di acciaio inossidabile in questione, nell'ipotesi di risultati non conformi ai limiti di migrazione specifica per il Cr (trivalente), il nickel ed il Mn stabiliti a protezione della salute pubblica dall'art. 37 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i., dovranno pertanto essere adottate le misure del caso previste dal Regolamento CE n.882/2004 e dalle specifiche norme nazionali.

IL Direttore Generale  
Silvio Borrello

## **B2. Nota del Ministero della Salute 27 marzo 2001 DANSPV UFF.XII 600.13/33.66AG/180 2001**

**OGGETTO:** Materiali ed oggetti destinati a venire a contatto con gli alimenti.

### **Premessa**

Al fine di assicurare interventi di controllo mirati, ed omogenei sul territorio nonché per fornire indicazioni ai soggetti, interessati lungo la filiera (produzione, utilizzazione, commercializzazione) si ritiene opportuno richiamare le principali disposizioni normative che disciplinano la materia e fare alcune puntualizzazioni su particolari aspetti.

### **Disposizioni normative**

Tutti i materiali e oggetti destinati a venire a contatto con gli alimenti devono soddisfare alle disposizioni dell'art. 2, comma 1 del decreto del Presidente della Repubblica del 23 agosto 1982, n° 777, che prevede il divieto di "produrre, detenere per vendere, porre in commercio ed usare materiali ed oggetti che allo stato di prodotti finiti, sono destinati a venire a contatto con le sostanze alimentari o con l'acqua destinata al consumo umano, che, per composizione o cessione di componenti:

- a) rendano nocive le sostanze alimentari o pericolose alla salute pubblica;
- b) possano modificare sfavorevolmente le proprietà organolettiche degli alimenti".

Si sottolinea che la disposizione sopra citata si applica anche ai materiali ed oggetti che possono venire a contatto con le sostanze alimentari o con l'acqua durante la lavorazione o preparazione delle stesse.

I materiali e gli oggetti di plastica, gomma, carta e cartone, cellulosa rigenerata, vetro e acciaio devono soddisfare anche alle disposizioni specifiche di cui al DM 21 marzo 1973 e s.m.i. 21 marzo 1973 (S.O. alla G.U. n° 104 del 20 aprile 1973), modificato da ultimo con il decreto ministeriale dicembre 2000 n° 411, quelli di banda stagnata devono rispettare quanto previsto dai decreti ministeriali 18 febbraio 1984 (G.U. n° 76 del 16 marzo 1984) e 13 luglio 1995 n° 405, mentre i materiali e gli oggetti in ceramica si applicano le disposizioni del decreto ministeriale 4 aprile 1985 (G.U. n° 98 del 26 aprile 1985).

Per quanto riguarda l'etichettatura, i materiali e gli oggetti in questione devono soddisfare alle disposizioni di cui all'art. 4 del decreto legislativo 25 gennaio 1992, n° 108. Quanto sopra premesso si ritiene opportuno fornire alcune indicazioni finalizzate sia a facilitare i controlli che il rispetto delle disposizioni normative da parte degli operatori interessati del settore allo scopo di assicurare che tutti i materiali ed oggetti di cui sopra offrano le necessarie garanzie sul piano igienico-sanitario.

### **Vigilanza**

Scopo della vigilanza è tutelare il consumatore attraverso la verifica della rispondenza alla norma dei materiali di cui si tratta.

#### ***Vigilanza presso le imprese produttrici***

La vigilanza presso le imprese produttrici è senz'altro da privilegiare perché più appropriata sia sotto l'aspetto funzionale che economico.

In tale sede, prescindendo dall'eventuale prelievo di campioni da sottoporre ad analisi, è necessario verificare che il produttore abbia proceduto, in base a quanto previsto dall'art. 6 del D. M. 21 marzo 1973, a controllare la conformità delle partite prodotte e di ciò deve esibire apposita documentazione.

Detto obbligo è peraltro individuato, sul piano generale, anche dal decreto legislativo 26 maggio 1997, n° 155 riguardante l'igiene dei prodotti alimentari.

Si ritiene opportuno segnalare che, in questa fase della filiera, non è obbligatorio riportare in etichetta le indicazioni di cui all'art. 4, comma 1, lettera a) del Decreto Legislativo n. 108 del 1992, ma si applicano le disposizioni di cui al comma 2, lettera b) dell'art. 4.

### **Vigilanza presso le imprese utilizzatrici in qualsiasi fase della filiera**

Prescindendo dall'eventuale prelievo di campioni da sottoporre ad analisi, è importante verificare che l'impresa abbia ottemperato a quanto prescritto dai commi 1 e 2 dell'art. 5 bis del decreto del Presidente della Repubblica del 23 agosto 1982, n°777, adottata con il comma 1 dell'art. 5 del decreto legislativo del 25 gennaio 1992, n° 108.

Si ritiene opportuno segnalare che, anche in questa fase della filiera, non è obbligatorio riportare in etichetta le indicazioni di cui all'art. 4, comma 1, lettera a) del decreto legislativo n° 108/1992; ma si applicano le disposizioni di cui al comma 2, lettera b) del sopra citato art. 4.

### **Vigilanza nella fase della vendita al consumatore finale**

È opportuno verificare, in questa fase, che i materiali e gli oggetti siano etichettati secondo le modalità previste dall'art. 4, commi 1 e 2, lettera a) del Decreto Legislativo n. 108/1992.

### **Materiali ed oggetti destinati a venire a contatto con gli alimenti, ottenuti con materiali di riciclo**

Non esistono disposizioni di carattere generale riguardanti la produzione di MOCA a partire da materiali, oggetti già utilizzati (riciclo). Esistono viceversa disposizioni specifiche per materie plastiche, carte e cartoni.

#### **Materie plastiche**

L'art. 13 del DM 21 marzo 1973 e s.m.i. vieta di impiegare per la preparazione di oggetti in materia plastica destinati a venire in contatto con gli alimenti materie plastiche ottenute da materiali di scarto ed oggetti di materiale plastico già utilizzati.

Tenuto conto degli obiettivi previsti dalla Direttiva (CE) n. 94/162 (cfr. titolo II del Decreto Legislativo n. 22/97), si ritiene opportuno fornire indicazioni in ordine all'utilizzazione quali imballaggi nel settore alimentare, dei contenitori ottenuti a partire da oggetti di materiale plastico già utilizzati.

Al riguardo, fermo restando quanto previsto dal citato art. 13 del Decreto ministeriale del 21 marzo 1973, si precisa che i contenitori in questione possono essere utilizzati a condizione che non vengano a contatto diretto con gli alimenti ma fra gli stessi e questi ultimi venga interposto un materiale che espliciti effetto barriera.

Al riguardo è importante che siano fornite (ad es. attraverso la documentazione di natura fiscale e/o commerciale), lungo tutta la filiera informazioni adeguate e tali da consentire un uso corretto, appropriato dei contenitori in questione.

### **Materiali ed oggetti di cartone destinati a venire a contatto con gli alimenti ottenuti con materiali di riciclo**

Per ciò che concerne l'uso del cartone riciclato, a contatto con gli alimenti, il Decreto ministeriale 21 marzo 1973 e successivi aggiornamenti, prevede alla sezione 4, parte A, che le materie fibrose cellulosiche provenienti da riciclo possano essere impiegate soltanto per ottenere manufatti destinati a venire a contatto con gli alimenti per i quali non sono previste prove di migrazione. Le carte e i cartoni così preparati devono rispettare i requisiti di purezza previsti dal Decreto ministeriale 18 giugno 1979 (G.U. n. 180, 3 luglio 1979).

Pertanto, l'utilizzo di contenitori preparati con fibre riciclate è consentito per quegli alimenti per i quali, nella classificazione convenzionale di cui al Decreto ministeriale 26 aprile 1993 n. 220, non sono previste prove con simulanti.

All'atto della vigilanza presso le aziende produttrici dei contenitori in questione è importante effettuare le verifiche menzionate sub. 2.1 mentre presso le aziende utilizzatrici si procederà secondo quanto indicato sub. 2.2.

Per quanto riguarda i contenitori di cartone non conformi alle disposizioni del decreto ministeriale 21 marzo 1973 e sue modificazioni valgono le considerazioni svolte sul 3.1.

### **Riutilizzazione dei materiali e degli oggetti destinati a venire a contatto con gli alimenti**

Non esistono disposizioni di carattere generale riguardanti la riutilizzazione dei contenitori per alimenti. Esiste una disposizione specifica per il legno (cfr. legge. 10 aprile 1991, n.128, art. 1, comma 1, lettera b), la quale prevede che gli imballaggi in legno, che non siano nuovi, possano essere utilizzati nella vendita all'ingrosso di prodotti ortofrutticoli, di qualità diversa da quella "extra" e " prima", solamente se integri, puliti, asciutti.

Per quanto riguarda i prodotti della pesca il Decreto Legislativo 30 dicembre 1992, n. 531 stabilisce, al paragrafo 3, capitolo VI dall'allegato quanto segue:

“I materiali di imballaggio non possono essere riutilizzati ad eccezione di taluni contenitori speciali in materiali impermeabili, lisci e resistenti alla corrosione, di agevole pulitura e disinfezione, che possono essere riutilizzati una volta puliti e disinfettati.

I materiali di confezionamento utilizzati per prodotti freschi tenuti in ghiaccio devono essere concepiti in modo da permettere l'evacuazione dell'acqua di fusione del ghiaccio”.

Gli organi di vigilanza potrebbero rinvenire presso gli operatori manufatti riconferiti.

In questo caso se la destinazione di impiego è il contatto con gli alimenti, occorre verificare che siano state adottate adeguate procedure di pulizia e/o bonifica dei manufatti in questione.

Il Direttore Generale  
del Dipartimento

### **B3. Nota del Ministero della Salute DGSAN.VI/32249-P-11/10/2011**

**OGGETTO:** Dichiarazione di conformità dei materiali ed oggetti destinati ad entrare in contatto con i prodotti alimentari.

#### **Premessa**

Il controllo ufficiale sui materiali ed oggetti destinati ad entrare in contatto con i prodotti alimentari (MOCA) è disciplinato da norme comunitarie e nazionali e rientra nel campo di applicazione del Regolamento (CE) 882/2004.

Come è noto tale controllo è eseguito dalle competenti Autorità sanitarie sul territorio e all'importazione dagli Uffici di sanità marittima aerea e di frontiera (USMAF) del Ministero della salute attraverso il controllo documentale, di identità e materiale.

La presente nota ha lo scopo di approfondire gli obblighi previsti dalle disposizioni vigenti per quanto riguarda la redazione della dichiarazione di conformità ed il controllo documentale dei MOCA.

Infatti per i MOCA l'esame dei documenti commerciali ed in particolare della dichiarazione di conformità, cioè una dichiarazione scritta che attesti la conformità dei materiali e degli oggetti alle norme applicabili, riveste un'importanza fondamentale nel controllo ufficiale.

#### **Riferimenti normativi**

Il Decreto del Presidente della Repubblica 23 agosto 1982, n 777, così come modificato dal decreto legislativo 25 gennaio 1992, n. 108, prevede tra l'altro, riprendendo disposizioni già presenti nel DM 21/03/1973, alcune indicazioni sulla dichiarazione di conformità e le eventuali sanzioni.

Successivamente è intervenuto il Regolamento (CE) 1935/2004 sui MOCA che detta la disciplina generale e si applica anche ai materiali per i quali ancora non sono state stabilite misure specifiche.

Detto Regolamento indica che tutti i materiali ed oggetti devono essere prodotti conformemente alle buone pratiche di fabbricazione affinché, in condizioni d'impiego normali prevedibili, essi non trasferiscano ai prodotti alimentari componenti in quantità tale da:

- a) costituire un pericolo per la salute umana;
- b) comportare una modifica inaccettabile della composizione dei prodotti alimentari o
- c) comportare un deterioramento delle caratteristiche organolettiche.

Laddove esistono misure specifiche comunitarie o nazionali il Regolamento (CE) 1935/2004 prevede una dichiarazione di conformità scritta e una documentazione appropriata per dimostrare tale conformità. Detta documentazione è resa disponibile alle autorità competenti che ne fanno richiesta.

Misure specifiche a cui conformarsi per la dichiarazione di conformità sono previste dalle seguenti disposizioni:

- dal Decreto ministeriale 21 marzo 1973, e successive modifiche per gomma, cellulosa rigenerata, carta e cartone, vetro, acciaio inossidabile.

Per i materiali di cui all'art. 9, comma 4 (rivestimenti superficiali, siliconi, ecc.) ed in misura transitoria per le prove di migrazione sulle plastiche per le quali è entrato in vigore il Regolamento (UE) n. 10/2011.

- dal Decreto 18 febbraio 1984 e 13 luglio 1995, n.405, per la Banda stagnata
- dal Decreto 1 giugno 1988, n. 243 per la Banda cromata
- dal Decreto 4 aprile 1985 e 1° febbraio 2007 per la ceramica
- dal Decreto 18 aprile 2007, n. 76 per l'alluminio;
- dal Regolamento (UE) n. 10 /2011 per le plastiche;
- dal Regolamento (CE) n. 282/2008 per le plastiche riciclate;
- dal Regolamento (UE) 284/2011 per gli utensili per cucina di plastica a base di poliammide e di melammina;
- dal Regolamento (CE) n. 450/2009 per i materiali attivi ed intelligenti;

## Contenuti della dichiarazione di conformità

La dichiarazione di conformità serve a trasmettere le informazioni necessarie a garantire il mantenimento della conformità lungo la catena commerciale e comprende pertanto una serie di informazioni utili alle parti interessate e verificabili dalle Autorità deputate al controllo. La dichiarazione di conformità deve contenere almeno i seguenti elementi:

- un'esplicita dichiarazione di conformità alla normativa di riferimento generale e alla normativa specifica,
- indicazioni sull'identità del produttore,
- indicazioni sull'identità dell'importatore,
- indicazioni sul tipo di materiale utilizzato ed eventuali limitazioni d'uso,
- data e firma del responsabile.

Indicazioni puntuali sui contenuti della dichiarazione di conformità sono state fornite per alcuni dei materiali disciplinati dalle norme specifiche e sono di seguito riportate.

Materiale	Norma specifica comunitaria	Norma specifica nazionale
Plastiche	Reg. (UE) n. 10/2011	
Plastiche riciclate	Reg. (CE) n. 282/2008	
Utensili per cucina a base di poliammide e melammina	Reg. (CE) n. 284/2011	
Materiali attivi e intelligenti	Reg. (CE) n. 450/2009	
Ceramiche	Direttiva CEE 2005/31	DM 1/2/2007
Banda Stagnata e Cromata	Reg. (UE) n. 10/2011	DM 18/2/1984, DM 13/07/1995 n. 405, DM 1/06/88 n. 243. Sono state fornite indicazioni puntuali con la nota n.12714 del 23/4/2010

Come già riportato, il Regolamento (CE) 1935/2004 indica che deve essere disponibile una documentazione appropriata a supportare e dimostrare quanto presente nella dichiarazione di conformità (per es. risultati delle prove, calcoli, ecc.).

È opportuno che gli Uffici di sanità marittima, aerea e di frontiera (USMAF) richiedano tale documentazione di supporto nei casi in cui un approfondimento si renda necessario sulla base dell'analisi del rischio.

## Responsabile della dichiarazione

Secondo quanto stabilito dall'art. 4, commi 5 e 6 del decreto legislativo n. 108/92, la dichiarazione di conformità dei MOCA alle norme loro applicabili deve essere rilasciata dal produttore o in caso di assenza della stessa dichiarazione, da un laboratorio pubblico di analisi. L'utilizzatore in sede industriale o commerciale deve essere fornito della dichiarazione del produttore ed accertarsi della conformità alle norme nonché della idoneità tecnologica allo scopo cui l'oggetto è destinato (art. 4, comma 5 bis del DL. vo n. 108/92).

Le norme specifiche comunitarie hanno inoltre introdotto, come nel caso delle plastiche e delle ceramiche, il concetto più generale che la dichiarazione di conformità deve essere rilasciata dall'operatore commerciale (anche denominato economico o di settore) legalmente definito, come la persona fisica o giuridica responsabile di garantire il rispetto delle disposizioni del regolamento (CE) 1935/2004 nell'impresa posta sotto il suo controllo; intendendo per impresa ogni soggetto pubblico o privato, con o senza fini di lucro, che svolga attività connesse con qualunque fase della lavorazione, della trasformazione e della distribuzione dei materiali ed oggetti (cfr. definizioni di cui all'art. 2, comma 1, lettere c) e d) del Regolamento (CE) 1935/2004).

Nel caso dei prodotti importati pertanto la dichiarazione di conformità dei MOCA può essere rilasciata anche da una persona diversa dal produttore, quale l'importatore stabilito nell'Unione Europea, responsabile dell'introduzione della partita nel territorio.

Ciò in considerazione del fatto che i regolamenti comunitari hanno chiaramente definito la cosiddetta filiera che coinvolge non solo la produzione, la trasformazione, ma anche la distribuzione ove è compresa l'importazione dei materiali ed oggetti in questione.

In tale circostanza l'importatore diventa il soggetto responsabile del rispetto delle disposizioni soprarichiamate (normativa di riferimento generale e specifica) e dovrà disporre della documentazione di supporto appropriata, assicurandosi che i materiali e gli oggetti destinati a venire a contatto con gli alimenti rispettino i requisiti previsti.

In tal modo non solo le imprese che producono e gli utilizzatori in sede industriale dei MOCA sono tenuti a rilasciare e/o ad essere forniti della dichiarazione di conformità, come prescritto dal DM 21 marzo 1973 e s.m.i. e dal DPR n. 777/82, modificato dal Decreto Legislativo n. 108/92, ma tutta la filiera del settore, ivi compresa l'importazione che è responsabile per la propria parte di competenza. Rimane esclusa da tale previsione la vendita al dettaglio.

Si invitano codesti Uffici a dare la massima diffusione alla presente nota e a garantire durante il controllo ufficiale che gli ispettori siano a conoscenza dei requisiti delle dichiarazioni di conformità e ne garantiscano la corretta applicazione.

Si chiede inoltre alle Associazioni, che leggono per conoscenza, di curare la diffusione della nota stessa alle Associazioni di categoria interessate.

Si ringrazia della collaborazione.

Il Direttore Generale  
Silvio Borrello

## **B4. Nota del Ministero della Salute DGSAN MDS-P 0019604 -11/05/2021**

**OGGETTO:** Indicazioni per l'esecuzione delle attività di campionamento e analisi di matrici afferenti agli ambiti di cui all'articolo 2, comma 1 del decreto legislativo n. 27 del 2 febbraio 2021 nell'ambito dei controlli ufficiali di cui al regolamento (UE) 2017/625, in relazione alle disposizioni previste dal Decreto legge 22 marzo 2021 n. 42 "Misure urgenti sulla disciplina sanzionatoria in materia di sicurezza alimentare" pubblicato sulla Serie Generale n.72 della GU del 24 marzo 2021.

In riferimento alle richieste pervenute da codesti Assessorati, in attesa di quanto sarà previsto nella legge di conversione del Decreto legge 22 marzo 2021 n. 42 riguardo l'oggetto, si rappresenta quanto segue.

Il citato Decreto legge recante "Misure urgenti sulla disciplina sanzionatoria in materia di sicurezza alimentare", pubblicato sulla GU del 24 marzo 2021 ha ripristinato alcuni articoli della legge 30 aprile 1962, n. 283, nonché le relative disposizioni esecutive del decreto del Presidente della Repubblica 26 marzo 1980, n. 327, in materia di disciplina igienica della produzione e della vendita delle sostanze alimentari e delle bevande, che erano stati abrogati ad opera del decreto legislativo 2 febbraio 2021, n. 27, entrato in vigore il 26 marzo 2021.

Si evidenzia che la reintroduzione di alcuni articoli della legge 283/62 determina una antinomia rispetto ai contenuti degli articoli 7 e 8 e degli allegati 1 e 2 del decreto legislativo 27/2021.

Al fine di evitare contenziosi tra le autorità competenti e gli operatori economici del settore alimentare dovuti alla differente garanzia del diritto alla difesa espressa nel regolamento (UE) 2017/625, esplicitata negli articoli 7 e 8 del decreto legislativo n. 27/2021, rispetto alla normativa nazionale in materia penale, per l'attività di campionamento si applicano le disposizioni previste dal DPR 327/1980.

Qualora non venga assicurata la riproducibilità dell'esito analitico, in considerazione della prevalenza e della distribuzione del pericolo nelle merci, della deperibilità dei campioni o delle merci, come nel caso delle analisi microbiologiche finalizzate alla verifica dei criteri di sicurezza alimentare, l'autorità competente procederà ad effettuare un campione in unica aliquota specificando nel verbale di campionamento i relativi motivi che escludono la opportunità, la pertinenza o la fattibilità tecnica per la ripetizione dell'analisi o della prova. A questi campioni si applicano le disposizioni previste nel comma 1 dell'articolo 223 del decreto legislativo n. 271 del 1989.

A prescindere dalla modalità di campionamento adottata la valutazione del risultato analitico compete all'autorità competente che ha effettuato il campionamento. L'Autorità competente deve comunicare il più tempestivamente possibile l'esito alle parti interessate. Qualora l'esito sia sfavorevole gli operatori possono richiedere la controperizia documentale come previsto dai commi 3, 4 e 5 dell'articolo 7 del decreto legislativo 27/2021.

Anche nel caso di controversia con ripetizione di analisi da parte dell'ISS, si applicano le procedure previste nel comma 2 dell'articolo 223 del decreto legislativo n. 271/1989.

Solo dopo l'esito finale della controversia da parte dell'ISS l'autorità competente può dare seguito all'applicazione dell'articolo 5 della Legge 283/1962.

L'esame documentale della controperizia e della controversia di cui agli articoli 7 e 8 del decreto legislativo 27/2021, si riferisce nello specifico alle registrazioni inerenti le attività condotte dal momento del campionamento sino all'emissione del rapporto di prova, escludendo la documentazione relativa all'accREDITAMENTO da parte di ACCREDIA.

Si specificano di seguito le modalità di campionamento che l'autorità competente di cui articolo 2, comma 1 del decreto legislativo 27/2021 deve applicare in assenza di specifiche disposizioni europee e/o nazionali:

- 1 aliquota unica senza convocazione della parte in caso di indagini per la valutazione dei criteri di igiene di processo o comunque ove non ci sono limiti di legge sia chimici che microbiologici;
- 1 aliquota unica nei casi previsti dall'art. 7, comma 2, con convocazione della parte ai sensi dell'art. 223 del decreto legislativo 271/89; (analisi unica irripetibile presso il primo laboratorio ufficiale con convocazione della parte ai sensi dell'art. 223 del decreto legislativo 271/1989);

- 4/5 aliquote per i campionamenti per la determinazione analitica dei pericoli chimici ove sono previsti limiti di legge:
- aliquota per analisi presso il primo laboratorio ufficiale;
- aliquota per OSA presso cui è stato eseguito il campione che la fa analizzare presso
- laboratorio privato; (Controperizia)
- aliquota per OSA produttore in caso di confezionati; (Controperizia)
- aliquota per analisi di revisione presso l'ISS con convocazione della parte; (Controversia)
- aliquota a disposizione per eventuale perizia disposta dall'autorità giudiziaria presso
- primo laboratorio;

Per quanto riguarda i campioni destinati al controllo ufficiale dei mangimi, si continuano ad applicare le modalità previste dal regolamento (CE) 152/2009 e successive modifiche e integrazioni, come dettagliate nel piano nazionale di controllo ufficiale sull'alimentazione degli animali (PNAA), così come richiamate nell'allegato 1 sezione 2 del decreto legislativo 27/2021.

Relativamente ai controlli sulle merci provenienti da Paesi terzi o da Paesi dell'UE, tenuto conto di quanto previsto dal Decreto legge recante "Misure urgenti sulla disciplina sanzionatoria in materia di sicurezza alimentare", richiamato in premessa, continuano ad applicarsi le modalità di campionamento indicate nella nota DGSA n. 0015199-P del 10/05/2011.

Tuttavia, l'aliquota che nella sopra citata nota era destinata ad essere conservata presso l'IZS per l'eventuale contenzioso internazionale non dovrà essere più prelevata, in considerazione di quanto già chiarito con nota DGSAF n. 0007765-26/03/2021 in merito alla definizione di operatore che nell'ambito degli scambi intra UE deve intendersi come il produttore/speditore della merce che si può avvalere per esercitare il diritto alla controperizia, di cui all'articolo 35 del Regolamento 2017/625, dell'operatore nazionale detentore della partita sottoposta a campionamento.

Resta fermo, anche per le attività di campionamento negli scambi intra UE e nelle importazioni da Paesi terzi, quanto indicato nella presente nota in relazione alle situazioni nelle quali è necessario procedere al prelievo di un campione in aliquota unica.

Il Direttore Generale  
Dr. Pierdavide LECCHINI

Il Direttore Generale  
Dr. Massimo CASCIELLO

*Serie Rapporti ISTISAN  
numero di dicembre 2021, 1° Suppl.*

*Stampato in proprio  
Servizio Comunicazione Scientifica – Istituto Superiore di Sanità*

*Roma, dicembre 2021*