

Micotossine

Il campionamento nei controlli ufficiali

Peculiarità e problematiche nella gestione del campione

di Savino Lamarca

Tecnico della Prevenzione e Segretario nazionale amministrativo Unpsi

La normativa relativa alle micotossine è molto complessa ed in continua evoluzione. Il quadro legislativo comunitario di riferimento e le modalità di campionamento nell'ambito dei controlli ufficiali

Le micotossine sono metaboliti secondari prodotti da muffe che colonizzano le derrate alimentari, tossici per gli animali superiori. Lo sviluppo fungino e la loro formazione possono avvenire sia in campo sia sulla pianta, sia in una qualunque delle successive fasi di conservazione e trasformazione¹.

La biosintesi di micotossine è strettamente connessa alla crescita fungina. I principali fattori che la favoriscono sono: umidità (acqua libera o wa-

ter activity, aw) elevata, temperatura, natura del substrato, attacchi di insetti, stress della pianta (siccità), danni meccanici alle granaglie.

Una volta prodotte, queste sostanze possono persistere per lungo tempo dopo la crescita vegetativa e la morte del fungo.

Attualmente sono note più di 300 micotossine e sono stati elencati parecchi generi di funghi – come *Aspergillus*, *Penicillium*, *Fusarium*, *Claviceps*, *Alternaria*, *Cladosporium* e *Rhizopus* – capaci di produrle.

Già dal 1985 l'Organizzazione delle Nazioni Unite per l'Alimentazione e l'Agricoltura (*Food and Agriculture Organization*, Fao) stimava che nel mondo circa il 25% delle derrate alimentari erano contaminate da micotossine.

A causa dell'elevata tossicità di alcune di esse, le autorità competenti di molti Paesi annoverano le contaminazioni da micotossine tra le principali priorità in tema di sicurezza alimentare.

Le micotossine sono in grado di produrre effetti tossici acuti, cancerogeni, mutageni, teratogeni, estrogeni e immunodepressori. Evidenziano diversi tipi di tossicità in dipendenza della dose, dell'organo interessato, del sesso, dell'età e della

¹ Oltre alla pericolosità dovuta alla possibile produzione di micotossine, lo sviluppo delle muffe nelle derrate alimentari provoca fenomeni di impaccamento nei silos nonché riduzione quantitativa e soprattutto qualitativa del valore alimentare.

specie; tra quelle analizzate, le più diffuse e pericolose per la salute sono: aflatossine, ocratossina A, fumonisine, tricoteceni (in particolare il deossinivalenolo), zearalenone e patulina.

In termini di tossicità acuta, le micotossine presentano un rischio maggiore rispetto a contaminanti antropici, residui di pesticidi e additivi alimentari². Inoltre, l'Agenzia internazionale per la Ricerca sul cancro (*International Agency for Research on Cancer*, IARC) ha collocato le aflatossine in classe 1 (sicuro cancerogeno per l'uomo) e le fumonisine, l'aflatossina M1 e l'ocratossina A in classe 2B (possibilmente cancerogeno).

Fra le 17 aflatossine isolate, solo cinque sono considerate rilevanti sia per diffusione sia per tossicità: la B1, la B2, la G1, la G2 e l'M1. Queste rappresentano attualmente uno degli aspetti più rilevanti e preoccupanti delle contaminazioni chimiche di alimenti e bevande: a livello nazionale ed europeo costituiscono la categoria di contaminanti chimici con il più alto numero di non conformità, come si registra da diversi anni e come rivela la relazione 2010 sul Sistema rapido di allerta comunitario per alimenti e mangimi della Direzione generale per la Sicurezza e l'Igiene degli alimenti e la Nutrizione del Ministero della Salute³.

Il quadro normativo comunitario

La normativa relativa alle micotossine risulta molto complessa ed in continua evoluzione proprio in virtù del frequente e crescente numero di casi micotossicosi correlati, delle modificazioni climatiche del continente europeo e delle continue scoperte in ambito di ricerca scientifica e innovazione dell'industria cerealicola.

La normativa attualmente vigente che definisce i tenori massimi di alcuni contaminanti nei prodotti alimentari, tra cui le micotossine, è il regolamento (CE) 1881/2006 (e, in particolare, la parte II dell'allegato), che riguarda a tali sostan-

ze ha subito tre modifiche dai seguenti regolamenti:

- il regolamento (CE) 1126/07 (aggiornamento dei limiti per le *Fusarium* tossine nel grano turco e nei prodotti derivati);
- il regolamento (UE) 105/2010 (introduzione del limite per l'ocratossina A in spezie e liquirizia);
- il regolamento (UE) 165/2010 (introduzione dei limiti per le aflatossine su semi oleosi e innalzamento dei limiti su mandorle, pistacchi, semi di albicocche, nocciole e noci del Brasile).

I limiti di legge europei, comunque, sono del tutto precauzionali in quanto i livelli di tossicità effettivi sono di gran lunga superiori. Particolarmente restrittivi sono, ovviamente, le soglie stabilite per i prodotti destinati a gruppi vulnerabili di persone, quali i *baby foods* e gli alimenti dietetici.

Anche le metodologie riguardanti il campionamento sono state armonizzate a livello comunitario. Il prelievo dei campioni, infatti, svolge un ruolo molto importante nella determinazione accurata dei tenori di micotossine. Di qui la necessità di stabilire i criteri generali ai quali devono essere conformi i metodi di campionamento.

Il prelievo dei campioni svolge un ruolo molto importante nella determinazione accurata dei tenori di micotossine

La normativa di riferimento relativa ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari è il regolamento (CE) 401/2006, modificato dal regolamento (UE) 519/2014 per quanto riguarda i metodi di campionamento per le gran-

² Kuiper-Goodman, T. (2004). *Risk assessment and risk management of mycotoxins in food*. in Magan, N., Olsen, M.. *Mycotoxins in food. Detection and control*. Woodhead Publishing Ltd, Cambridge, pp. 3-27.

³ Consulta e scarica la relazione: http://www.salute.gov.it/imgs/C_17_pubblicazioni_1458_allegato.pdf

di partite, per le spezie e gli integratori alimentari, i criteri di rendimento per le tossine T-2 e HT-2 e per la citrinina nonché i metodi di analisi di screening.

Il regolamento (CE) 401/2006

Con il regolamento (CE) 401/2006, la Comunità europea ricorda subito, al considerando 2, che: «Il campionamento svolge un ruolo cruciale per quanto concerne la precisione della determinazione dei tenori di micotossine, che sono distribuite in modo estremamente eterogeneo in una partita. Occorre quindi fissare i criteri generali ai quali si deve conformare il metodo di campionamento». Si precisa, inoltre, al considerando 7, che: «Le aflatossine sono distribuite in modo estremamente eterogeneo in una partita, soprattutto nelle partite di prodotti alimentari con particelle di grandi dimensioni, come i fichi secchi o le arachidi. Al fine di ottenere la stessa rappresentatività, il peso del campione globale per le partite di prodotti alimentari con particelle di grandi dimensioni deve essere superiore al peso del campione globale nel caso di partite di prodotti alimentari caratterizzati da particelle più fini. Poiché la distribuzione delle micotossine nei prodotti trasformati è in genere meno eterogenea che nei prodotti non trasformati a base di cereali, è opportuno prevedere disposizioni di campionamento più semplici per i prodotti trasformati».

Nell'allegato I, così come sancito dall'art. 1, il legislatore dispone i metodi di campionamento per il controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari, conformemente alle disposizioni del regolamento (CE) 882/2004. L'obiettivo è indicare una modalità precisa tale da rendere i campioni rappresentativi delle partite in esame, al fine di verificarne la conformità al regolamento (CE) 466/2001 e successive modifiche e integrazioni. A questo scopo, al campo "Definizioni" (A.2.), il regolamento specifica che:

- per "partita" si intende: «quantitativo identificabile di prodotto alimentare, consegnato in una sola volta, per il quale è accertata

dall'addetto al controllo ufficiale la presenza di caratteristiche comuni quali l'origine, la varietà, il tipo d'imballaggio, l'imballatore, lo speditore o la marcatura»;

- per "sottopartita" si intende: «porzione di una grande partita designata per essere sottoposta a campionamento; ciascuna sottopartita deve essere fisicamente separata e identificabile»;
- per "campione elementare" si intende: «quantitativo di materiale prelevato in un solo punto della partita o della sottopartita»;
- per "campione globale" si intende: «campione ottenuto riunendo tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o dalla sottopartita»;
- per "campione di laboratorio" si intende: «campione destinato al laboratorio».

Al campo "Disposizioni generali" (A.3.), inoltre, viene specificato che la garanzia di conformità del prelevamento dei campioni è data dalla qualificazione del personale e dalle precauzioni necessarie per evitare che in qualsiasi modo possano essere modificate e compromesse le analisi e la rappresentatività del campione globale e la stessa sicurezza alimentare delle partite da campionare.

Le aflatossine sono distribuite in modo estremamente eterogeneo, soprattutto nelle partite di prodotti alimentari con particelle di grandi dimensioni

A fini della rappresentatività, si precisa che i campioni elementari devono essere prelevati in vari punti distribuiti nell'insieme della partita o della sottopartita.

Le specie di prodotti alimentari presenti sul mercato oggetto del regolamento sono presenti in varie forme e il campionamento ufficiale si applica a tutte quelle in cui tali specie vengono commercializzate. Fatte salve le disposizioni specifiche, il legislatore consiglia, ai fini di un'adeguata



La normativa relativa alle micotossine risulta in continua evoluzione anche in virtù delle numerose innovazioni che interessano l'industria cerealicola.

frequenza di campionamento, la formula che segue:

Frequenza di campionamento $n = (\text{peso della partita} \times \text{peso del campione elementare}) / (\text{peso del campione globale} \times \text{peso di una singola confezione})$

Metodo di campionamento per cereali e prodotti derivati

Il metodo di campionamento esposto nella parte B dell'allegato I si applica per il controllo ufficiale dei tenori massimi stabiliti per l'aflatossina B1, le aflatossine totali, l'ocratossina A e le tossine di *Fusarium* nei cereali e nei prodotti derivati, mentre diverse saranno le disposizioni ufficiali (e in alcuni casi i metodi) per altre matrici alimentari. Si stabilisce prima di tutto che il peso del campione elementare è di circa 100 grammi, a meno che esso non sia definito diversamente.

Nel caso di partite che si presentano in confezioni al dettaglio, il peso del campione elementare dipende dal peso della confezione stessa.

Per le confezioni al dettaglio con un peso superiore a 100 grammi, i campioni globali pesano più di 10 kg. Se il peso di una singola confezione

al dettaglio supera di molto i 100 grammi, da ciascuna di tali confezioni si ritirano 100 grammi per costituire un campione elementare. Questa operazione può essere effettuata al momento del prelievo del campione o in laboratorio.

Nei casi in cui non è possibile applicare le modalità di prelievo sopra descritte senza causare «effetti commerciali inaccettabili» dovuti al danneggiamento della partita (a causa delle forme d'imballaggio o dei mezzi di trasporto), si può tuttavia ricorrere ad un metodo di campionamento "alternativo". Ad esempio, se un prodotto di valore viene commercializzato in confezioni al dettaglio da 500 grammi o da 1 kg, il campione globale può essere ottenuto unendo un numero di campioni elementari inferiore al numero indicato nelle tabelle del regolamento (CE) 401/2006, purché il suo peso sia pari al peso richiesto per il campione globale citato in dette tabelle.

Se il peso della confezione al dettaglio è inferiore a 100 grammi e la differenza non è considerevole, una confezione al dettaglio viene considerata equivalente a un campione elementare e il campione globale che ne risulta è inferiore a 10 kg. Se la confezione al dettaglio pesa molto meno di 100 grammi, un campione elementare

è costituito da due o più confezioni al dettaglio in modo che il suo peso si avvicini il più possibile a 100 grammi.

Partite ≥ 50 tonnellate

Le partite ≥ 50 tonnellate presentano non poche difficoltà di campionamento. A tal proposito, il legislatore ammette che, in questi casi, solo quando le sottopartite possano essere separate fisicamente dovranno essere suddivise in sottopartite conformemente alla *Tabella 1*.

Dato che, inoltre, il peso delle partite non è sempre un multiplo esatto di quello delle sottopartite, quest'ultimo può superare il peso indicato al massimo del 20%.

Se la partita non è o non può essere suddivisa fisicamente in sottopartite, da essa si preleva un minimo di 100 campioni elementari con un peso del campione globale di 10 kg.

Anche nei casi in cui non sia possibile applicare le suddette modalità di prelievo, il regolamento lascia al controllo ufficiale la possibilità di ricorrere ad un metodo alternativo, a condizione che il campionamento sia il più rappresentativo possibile e che il metodo applicato sia chiaramente descritto e documentato.

Si può ricorrere a un metodo alternativo di campionamento anche nei casi in cui risulti praticamente impossibile applicare il metodo summenzionato. Ciò si verifica, ad esempio, quando grandi partite di cereali sono conservate in magazzini o quando i cereali sono immagazzinati in sili.

Partite < 50 tonnellate

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

Per determinare il numero di campioni elementari da prelevare è possibile basarsi sulle cifre riportate nella *Tabella 2*.

A chiusura della parte B dell'allegato, si specifica che il prelievo di campioni nella fase della distribuzione al dettaglio deve essere conforme, nella misura del possibile, alle disposizioni precedentemente menzionate.

Qualora ciò non sia possibile, il regolamento (CE) 401/2006 stabilisce nuovamente che per l'attuazione di un metodo alternativo sia necessario che il campione globale (di peso 1 kg) sia sufficientemente rappresentativo della partita campionata e il metodo sia chiaramente descritto e debitamente documentato.

Metodo di campionamento per i prodotti derivati e gli alimenti composti da più ingredienti

Un'ultima considerazione va debitamente concessa alla parte D, campo D.5.1, dell'allegato I,

Tabella 1
Suddivisione delle partite in sottopartite, in funzione del prodotto e del peso della partita

PRODOTTO	PESO PARTITA (T) SOTTOPARTITE	PESO O N. ELEMENTARI	N. CAMPIONI GLOBALE (KG)	PESO CAMPIONE
Cereali e prodotti derivati	≥ 1.500	500 t	100	10
	> 300 e < 1.500	3 sottopartite	100	10
	≥ 50 e ≤ 300	100 t	100	10
	< 50	-	3-100 (*)	1-10

(*) In funzione del peso della partita – cfr. Tabella 2

Tabella 2
Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita di cereali e di prodotti derivati

PESO DELLA PARTITA (T)	NUMERO DI CAMPIONI ELEMENTARI	PESO DEL CAMPIONE GLOBALE (KG)
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05 \leq 0,5$	5	1
$> 0,5 \leq 1$	10	1
$> 1 \leq 3$	20	2
$> 3 \leq 10$	40	4
$> 10 \leq 20$	60	6
$> 20 \leq 50$	100	10

Tabella 3
Numero di campioni elementari da prelevare in funzione del peso della partita

PESO DELLA PARTITA (T)	NUMERO DI CAMPIONI ELEMENTARI	PESO DEL CAMPIONE GLOBALE (KG)
≤ 1	10	1
$> 1 \leq 3$	20	2
$> 3 \leq 10$	40	4
$> 10 \leq 20$	60	6
$> 20 \leq 50$	100	10

in cui il regolamento (CE) 401/2006 dettaglia e differisce dei metodi di campionamento per i prodotti derivati che presentano particelle molto fini, quali farina e burro d'arachidi, in previsione di una distribuzione omogenea della contaminazione da aflatossine.

Per queste matrici alimentari si prevede un numero di campioni elementari pari a 100; per partite il cui peso è inferiore a 50 tonnellate il numero di campioni elementari è compreso fra 10 e 100, in funzione del peso della partita (Tabella 3).

Il regolamento (UE) 519/2014

Il regolamento (UE) 519/2014 prevede che, per quanto concerne il campionamento delle partite

per la ricerca delle tossine di *Fusarium*, l'applicazione delle norme di campionamento in conformità alla norma EN ISO 24333:2009 o alle norme di campionamento del GAFTA n. 124 da parte degli operatori del settore alimentare al fine di garantire il rispetto delle disposizioni di legge è equivalente alle norme di campionamento di cui alla parte B dell'allegato I del regolamento (CE) 401/2006.

L'applicazione di norme di campionamento in conformità alla norma EN ISO 24333:2009 o alle norme di campionamento del GAFTA (*Grain and Feed Traid Association*) n. 124 da parte degli operatori del settore alimentare al fine di garantire il rispetto delle disposizioni di legge è inoltre equivalente alle norme di campionamento di cui alla parte L del medesimo allegato.

Numero di campioni elementari da prelevare nel caso di grandi partite

Nel caso di grandi porzioni campionate (> 500 tonnellate), il numero di campioni elementari da prelevare è dato dalla somma di 100 campioni elementari + $\sqrt{\text{delle tonnellate}}$.

Nel caso in cui, tuttavia, la partita sia inferiore a 1500 tonnellate e possa essere suddivisa in sottopartite conformemente alla *Tabella 1* e a condizione che le sottopartite siano fisicamente separabili, va prelevato il numero di campioni elementari indicato nella parte B dell'allegato I del regolamento (CE) 401/2006.

Grandi partite trasportate per nave

Campionamento dinamico

È preferibile eseguire il campionamento di grandi partite su navi quando il prodotto è in movimento (campionamento dinamico).

Il campionamento va eseguito stiva per stiva (intendendo come stiva uno spazio separabile fisicamente).

Le stive vengono comunque parzialmente svuotate l'una dopo l'altra cosicché l'iniziale separazione fisica non sussiste più dopo il trasferimento nelle strutture di stoccaggio. Il campionamento può pertanto essere eseguito in base alla separazione fisica iniziale o alla separazione dopo il trasferimento nelle strutture di stoccaggio.

Le operazioni di scarico di una nave possono durare diversi giorni. Di norma, il campionamento deve essere eseguito ad intervalli regolari durante l'intera fase di scarico. La presenza di un ispettore ufficiale addetto al campionamento durante l'intera operazione di scarico non è tuttavia sempre possibile o giustificata. È pertanto consentito eseguire il campionamento di parte della partita (porzione campionata). Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

La presenza di un ispettore è necessaria anche quando il campione ufficiale è prelevato automaticamente. Qualora il campionamento sia eseguito in modo automatico con parametri prefissati non modificabili nel corso dello stesso e i campioni elementari siano posti in un recipiente sigillato, così da prevenire possibili frodi, la pre-

senza di un ispettore è tuttavia prescritta solo all'inizio del campionamento, ogni qualvolta sia necessario sostituire il recipiente dei campioni e alla fine del campionamento.

Campionamento statico

Se il campionamento è eseguito in modo statico si applica la stessa procedura prevista per le strutture di stoccaggio (sili) accessibili dall'alto.

Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile (dall'alto) della partita/stiva. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

Campionamento di grandi partite immagazzinate in depositi

Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile della partita. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

Campionamento di strutture di stoccaggio (sili)

Campionamento di sili (facilmente) accessibili dall'alto

Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile della partita. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

Campionamento di sili non accessibili dall'alto (sili chiusi)

Nel caso di sili non accessibili dall'alto (sili chiusi) di dimensioni > 100 tonnellate ciascuno, non è possibile eseguire un campionamento statico. Qualora si debba eseguire il campionamento di prodotti alimentari situati all'interno del silo e non vi sia possibilità di spostare la partita, occorre pertanto accordarsi con l'operatore affinché questi informi l'ispettore su quando sarà svuotato il silo, del tutto o in parte, di modo che il campionamento possa essere eseguito quando i prodotti alimentari sono in movimento.

La procedura di campionamento implica, inoltre, l'immissione in un recipiente contenente dai 50 ai 100 kg da cui si preleva il campione. Le di-

mensioni del campione globale corrispondono all'intera partita, mentre il numero di campioni elementari corrisponde alla quantità di prodotti alimentari prelevata dal silo e immessa nel recipiente per il campionamento.

Campionamento di prodotti alimentari sfusi in grandi contenitori chiusi

Nel caso di prodotti alimentari sfusi in grandi contenitori chiusi, spesso tali partite possono essere campionate solo a scarico avvenuto. In alcuni casi non è possibile scaricare presso il punto di importazione o di controllo; pertanto, il campionamento va eseguito al momento dello scarico dei contenitori. L'operatore deve informare l'ispettore circa il luogo e l'ora di scarico dei contenitori.

Le tecniche di campionamento

Un corretto campionamento è il presupposto essenziale per un metodo analitico affidabile, tenendo presente che il risultato che si ottiene è sempre riferito al campione esaminato.

Tutte le operazioni di campionamento devono essere condotte in condizioni tali da garantire la sicurezza degli operatori e la protezione del campione da eventuali contaminazioni esterne. La quantità di campione, per essere adeguata all'analisi delle micotossine, deve essere il più possibile rappresentativa della partita iniziale da campionare, considerando che la distribuzione delle micotossine è molto variabile in funzione del tipo di matrice da campionare.

Ricordiamo che le matrici liquide sono considerate omogenee, quindi un adeguato campionamento richiede in genere un'accurata agitazione del prodotto prima di effettuare i prelievi dei campioni destinati all'analisi delle micotossine. Ad esempio, nei prelievi di latte di massa effettuati in azienda, il campionamento può essere effettuato direttamente dalla vasca di refrigerazione dopo aver azionato il sistema di miscelazione. Matrici quali le farine e i mangimi in polvere sono da ritenere abbastanza omogenei, ma deve essere valutata la rappresentatività del campione anche in relazione alle condizioni di stoccaggio. Matrici quali le granelle, i semi, i fieni e gli insilati

sono disomogenei e in genere la distribuzione delle micotossine è molto casuale.

I cereali sono spesso stoccati in cumuli o silos generalmente di notevoli dimensioni. Il prelievo di campioni rappresentativi da masse di questo tipo è molto difficoltoso e oneroso. La contaminazione da micotossine ha inoltre una distribuzione a macchia di leopardo che rende difficile ottenere campioni adeguati, nonostante l'applicazione di rigorosi protocolli di campionamento. Per un buon campionamento si devono quindi considerare innanzitutto le caratteristiche della matrice. L'omogeneità del campione di partenza è un buon presupposto per un campionamento significativo:

- le granelle e i semi in genere sono matrici difficili da campionare per la distribuzione eterogenea delle micotossine e per le caratteristiche granulometriche delle matrici stesse;
- le farine e i mangimi sono omogenei, ma in questo caso la significatività del campionamento e delle analisi delle micotossine può essere influenzata dalle modalità e condizioni di stoccaggio. Le farine stoccate in silos verticali possono presentare differenze di umidità e temperatura fra esterno e interno della massa e, quindi, il prelievo deve essere effettuato in punti diversi;
- l'*unifeed* ("piatto unico" per l'alimentazione del bestiame) presenta una notevole disomogeneità in funzione della sua composizione, delle caratteristiche dei singoli componenti e della qualità della miscela;
- gli insilati possono essere disomogenei; il loro prelievo in trincea orizzontale (silomais) dovrebbe essere rappresentativo di tutto il fronte di taglio, ad esclusione del cappello, che comunque deve essere scartato;
- i fieni costituiscono una matrice difficile da campionare: le micotossine eventualmente presenti possono essere diversamente distribuite nella balla e, in funzione delle condizioni di conservazione della stessa, della composizione e della qualità del prodotto di fienagione, il prelievo dovrebbe comprendere diverse balle e punti diversi (interno, esterno) delle stesse;
- i sacchi di farine e i cumuli di alimenti possono presentare problemi di attacchi fungini a

causa di zone particolarmente umide a contatto con il terreno e/o per percolazione di acqua. Anche in questo caso il prelievo deve avvenire in punti diversi.

Al campionamento è associato circa l'80-90% dell'errore sul risultato analitico finale

Sia che si tratti di matrici liquide che solide, si deve tener presente il tipo di partita, che può presentarsi come merce sfusa, imballaggio singolo o confezione al dettaglio.

Al campionamento è associato circa l'80-90% dell'errore sul risultato analitico finale, dovuto essenzialmente alla:

- distribuzione eterogenea delle micotossine nel prodotto da campionare (in genere, la contaminazione da micotossine è puntiforme, con distribuzione a macchia di leopardo);
- grandezza del campione (basso numero di campioni elementari, scarsa rappresentatività dei punti campionati, inadeguata grandezza del campione globale, scarsa omogeneizzazione del campione globale prima del prelievo del campione finale).

Campionamento statico e campionamento dinamico

Come detto, il presupposto importante perché il campione elementare sia rappresentativo del lotto iniziale è che il campionamento sia casuale. Si distinguono due tipi di campionamento:

- *statico*: i prelievi vengono effettuati in punti diversi di una massa stoccata;
- *dinamico*: i prelievi vengono effettuati a tempi diversi di una massa in movimento.

Il campionamento statico richiede l'impiego di sonde, è di difficile attuazione e l'errore aumenta con l'aumentare delle dimensioni e del tipo di massa stoccata.

Il campionamento dinamico è più facile da rea-

lizzare, i campioni elementari si prelevano dai nastri trasportatori e si utilizzano campionatori automatici.

La frequenza di prelievo dei campioni elementari dipende dalla velocità e dalle dimensioni del flusso e dalle dimensioni del campione totale.

Le modalità di campionamento sono oggetto di normative che indicano i passaggi, le quantità e modalità di campionamento per l'analisi delle micotossine nei cereali e nei prodotti derivati destinati all'alimentazione umana e animale.

Il prelievo degli alimenti per il controllo di sostanze, come le aflatossine, che possono essere distribuite in modo non uniforme richiede che la massa da campionare deve essere suddivisa in sub-unità da trattare separatamente e in campioni elementari in base alle dimensioni della partita

Per il prelievo dei foraggi, non previsto da queste norme, si può far riferimento alle indicazioni fornite dalla norma ISO 6497:2002, che, oltre a dare indicazioni sulle modalità di prelievo delle granelle e farine, prende in considerazione fieni, foraggi freschi e insilati. Nel caso di insilati conservati in trincea, poiché è possibile prelevare solo sulla superficie di taglio, si può effettuare il prelievo dei campioni elementari lungo la diagonale del fronte, in modo che il campione globale rappresenti diversi livelli.

Nella realtà aziendale, tali modalità, sicuramente molto corrette, non sono di facile esecuzione per le difficoltà di attuazione, mancanza dei mezzi tecnici idonei e anche del tempo che tali metodi richiedono. Tuttavia, si deve tenere presente che una corretta procedura prevede:

- un campionamento rappresentativo (per numero di sottocampioni, punti di prelievo, grandezza del campione globale);
- un'accurata omogeneizzazione del campione globale;
- una quantità di campione adeguata all'analisi: campioni insufficienti (< 100 g) non sono rappresentativi, soprattutto nel caso di matrici non omogenee; quantitativi elevati creano difficoltà al momento della miscelazione;
- conservazione del campione prima dell'analisi in luogo fresco e asciutto se l'analisi è effettuata entro le 24-48 ore; congelare per tempi più lunghi.