

<b>I.Z.S.M.</b>	MACINAZIONE DEI PRODOTTI DI ORIGINE VEGETALE PER L'ANALISI DELLE MICOTOSSINE	POS/CH/044 REV. N. 0 Pagina 1 di 6
-----------------	---	--

0	Prima emissione	*****	*****	*****	*****	15.02.2023
REV.	MOTIVO REVISIONE	STESURA	VERIFICA	CONVALIDA	APPROVAZIONE	DATA

I.Z.S.M.	MACINAZIONE DEI PRODOTTI DI ORIGINE VEGETALE PER L'ANALISI DELLE MICOTOSSINE	POS/CH/044 REV. N. 0 Pagina 2 di 6
----------	---	--

## 1. Scopo

Nella presente procedura sono descritte le responsabilità e le modalità operative relative alle operazioni da effettuare per la macinazione a secco ed a umido di campioni di laboratorio mediante l'utilizzo del:

- Mulino a coltelli RETSCH GM 300
- Mulino a rotor RETSCH ZM 200 dotato di tramoggia di caricamento RETSCH DR 100 e di sistema di abbattimento e captazione polveri NILFISH HDS 2000
- Miscelatore ad immersione SILVERSON E

## 2. Campo di applicazione

La presente procedura si applica alle macinazioni a secco e ad umido (cosiddetto *slurry*) di alimenti di origine vegetale e loro prodotti derivati per l'analisi di tossine vegetali, contaminanti agricoli, contaminanti ambientali e di processo dispersi nella matrice in modo disomogeneo, eseguite presso l'Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Mezzogiorno.

## 3. Documenti di riferimento

- Regolamento 401/2006/CE della Commissione del 23 febbraio 2006 relativo ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di micotossine nei prodotti alimentari e smi.
- Regolamento 178/2010/UE della Commissione del 2 marzo 2010 che modifica il Regolamento (CE) n. 401/2006 per quanto concerne le arachidi, gli altri semi oleosi, la frutta a guscio, le mandorle di albicocche, la liquirizia e l'olio vegetale.
- Regolamento 519/2014/CE della Commissione del 16 maggio 2014 che modifica il Regolamento (CE) n. 401/2006 e smi.
- 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.
- Ministero della Salute, Piano nazionale di controllo ufficiale di contaminanti e tossine vegetali naturali negli alimenti. Anni 2023-2027.
- Ministero della Salute, PNAA 2021-2023 – Addendum 1/22: "Linee guida per il campionamento ai fini del controllo ufficiale dei mangimi".
- Regolamento 152/2009/CE che fissa i metodi di campionamento ed analisi per i controlli ufficiali degli alimenti per gli animali.
- PG/UAQ/004 "Gestione delle apparecchiature"
- POS/SAB/001 "Raccolta differenziata e smaltimento dei rifiuti sanitari e pericolosi"
- POS/CH/015 "Gestione dei campioni nel Dipartimento di Chimica"
- Manuale d'uso mulino a coltelli RETSCH GM 300
- Manuale d'uso mulino ultracentrifugo RETSCH ZM 200
- Manuale d'uso miscelatore ad immersione SILVERSON E
- Manuale d'uso bilancia a piattaforma KERN EOB
- Manuale d'uso bilancia a piattaforma MINEBEA INTEC MIRAS2
- Manuale d'uso dosatore vibrante RETSCH DR 100 (tramoggia di caricamento)
- Manuale d'uso del sistema di abbattimento e captazione polveri NILFISH HDS 2000

I.Z.S.M.	MACINAZIONE DEI PRODOTTI DI ORIGINE VEGETALE PER L'ANALISI DELLE MICOTOSSINE	POS/CH/044 REV. N. 0 Pagina 3 di 6
----------	---	--

#### 4. Definizioni ed abbreviazioni

- *Partita*: quantità di prodotto costituente un'unità e avente caratteristiche presunte uniformi
- *Macinazione ad umido (slurry)*: il campione di laboratorio è addizionato con acqua secondo predeterminate proporzioni che variano a seconda della matrice sottoposta a macinazione. È eseguita mediante il miscelatore ad immersione SILVERSON E.
- *Macinazione a secco*: il campione è macinato tal quale mediante il mulino a coltelli RETSCH GM 300 oppure il mulino ultracentrifugo RETSCH ZM 200
- *Slurry*: omogenato ottenuto mediante le operazioni di macinazione ad umido, composto da campione ed acqua.
- *Campione elementare o incrementale*: quantitativo di materiale prelevato in un solo punto della partita o della sottopartita.
- *Campione globale*: campione ottenuto riunendo e mescolando tutti i campioni elementari prelevati dalla partita o dalla sottopartita.
- *Campione ridotto*: parte rappresentativa del campione globale, ottenuta mediante riduzione di quest'ultimo
- *Campione finale (CF)*: parte del campione ridotto o del campione globale omogenato, risultante dalle operazioni di macinazione
- *Campione di laboratorio*: campione destinato al laboratorio
- *AC*: autorità competente

#### 5. Responsabilità

Il personale IZS è di supporto al personale delle AC per le operazioni di macinazione; la responsabilità giuridica della costituzione dei campioni elementari, campione ridotto/globale/finale/di laboratorio e delle relative aliquote, compresa la loro chiusura con sigillo ed etichettatura, è a carico del personale della AC.

Gli operatori che eseguono le macinazioni ed i dirigenti, individuati nel Documento Organizzativo del Dipartimento, hanno la responsabilità della corretta applicazione della presente procedura.

I dirigenti hanno la responsabilità della verifica del verbale di campionamento prima della macinazione.

Gli operatori e i dirigenti hanno la responsabilità di verificare la corretta compilazione e firma del verbale di macinazione al termine delle operazioni.

Gli operatori delle ASL, ASP e PCF, ovvero qualunque Autorità Competente responsabile del campionamento, sono responsabili per la convocazione del/degli operatori economici interessati, il prelievo ed il confezionamento dei campioni e delle loro aliquote ai fini delle analisi, secondo le modalità stabilite dal Regolamento 152/2009/CE e smi e nel D. L.vo n. 27/2021, nonché dalle relative linee guida di attuazione predisposte dal Ministero della Salute.

#### 6. Modalità

##### 6.1 Avvertenze e precauzioni (per la tutela della salute e sicurezza dei lavoratori)

Le micotossine sono teratogene e cancerogene. Tutte le operazioni che comportano la manipolazione dei campioni potenzialmente pericolosi durante la fase di macinazione, devono essere eseguite indossando i dispositivi di protezione individuale disponibili (camice da laboratorio, guanti, occhiali).

Durante le operazioni di preparazione dei campioni evitare la formazione di polveri sottili inalabili.

I.Z.S.M.	MACINAZIONE DEI PRODOTTI DI ORIGINE VEGETALE PER L'ANALISI DELLE MICOTOSSINE	POS/CH/044 REV. N. 0 Pagina 4 di 6
----------	---	--

Tutte le strumentazioni utilizzate durante le fasi della macinazione sono già dotate di sistema di sicurezza per i rischi meccanici ed elettrici.

## **6.2 Costituzione dei campioni elementari, del campione globale/ridotto/di laboratorio, delle aliquote**

Il personale della AC preleva i campioni elementari, costituisce il/i campione/i globale/i e successivamente il/i campione/i ridotto/i, il/i campione/i finale/i, e/o di laboratorio in conformità ai regolamenti comunitari di riferimento.

Eventuali deroghe sono stabilite dalla AC ed indicate nel verbale di prelievo.

## **6.3 Materiali ed apparecchiature**

- Mulino a coltelli RETSCH GM 300
- Mulino ultracentrifugo RETSCH ZM 200
- Miscelatore ad immersione SILVERSON E
- Bilancia a piattaforma KERN EOB portata massima 60 kg
- Bilancia a piattaforma MINEBEA INTEC MIRAS2 portata massima 60 kg (sede di Vibo Valentia)
- Dosatore vibrante RETSCH DR 100 (tramoggia di caricamento)
- Acqua della rete idrica pubblica
- Contenitore tronco conico con coperchio della capacità di 60 L
- Buste di plastica per alimenti
- Busta della capienza di 20 L per contenere tutto il campione finale macinato
- Etichette per lo smaltimento dell'eccesso dei campioni finali omogenati/macinati
- Sassola e spatola da laboratorio
- Forbici per l'apertura del campione di laboratorio
- Contenitore in plastica per le operazioni di pulizia della testa del miscelatore ad immersione

## **6.4 Modalità operative per la macinazione**

### **6.4.1 Macinazione mediante l'utilizzo del mulino a coltelli RETSCH GM 300: si applica alle arachidi in guscio, al peperoncino, ai legumi, ai semi oleosi (girasole, zucca),**

- Accendere tutta la strumentazione ed impostare la velocità di utilizzo del mulino: 3500 rpm
- Introdurre nel boccale del mulino una quantità di campione di laboratorio idonea alla capienza dello stesso ed avviare la macinazione tramite il pulsante di avvio. Far effettuare due giri di macinazione
- Al termine della macinazione, controllare che il campione sia stato macinato in modo omogeneo. Se non presenta una macinazione omogenea, continuare con altri cicli di macinazione fino a completa omogenazione.
- Al termine del ciclo di macinazione riporre il campione macinato in una busta della capienza di 20 L
- Ripetere le precedenti operazioni fino a completa omogenazione del campione globale
- Chiudere fermamente la busta ed omogenare il contenuto con operazioni manuali di scuotimento e miscelazione
- Il personale della AC confeziona le aliquote del campione finale in buste per alimenti, le sigilla ed appone l'etichetta identificativa. Ogni aliquota deve essere etichettata separatamente, deve

I.Z.S.M.	MACINAZIONE DEI PRODOTTI DI ORIGINE VEGETALE PER L'ANALISI DELLE MICOTOSSINE	POS/CH/044 REV. N. 0 Pagina 5 di 6
----------	---	--

essere non violabile e recare il numero di accettazione nel sistema informativo Sigla e l'identificativo dell'aliquota stessa.

- Al termine dell'utilizzo, effettuare le operazioni di pulizia e spegnere la strumentazione ad ogni macinazione
- Chiudere i contenitori contenenti la porzione in eccesso del campione finale macinato, apporre l'etichetta ed avviarlo allo smaltimento secondo la procedura di riferimento

**6.4.2** *Macinazione mediante l'utilizzo del mulino ultracentrifugo RETSCH ZM 200: si applica ai cereali (grano, farro, orzo, segale, mais etc.), alle castagne essiccate, al riso, al caffè verde.*

- Accendere la strumentazione ed impostare i parametri di utilizzo:  
RETSCH DR 100: velocità 55  
RETSCH ZM 200: 12000 rpm
- Accertarsi che il sistema di abbattimento e captazione polveri sia innestato
- Introdurre nella tramoggia del mulino una quantità di campione di laboratorio idonea alla capienza della stessa ed avviare la macinazione tramite il pulsante di avvio. Continuare ad aggiungere il campione fino a quando il contenitore di raccolta ha raggiunto la capienza massima. Fermare la macinazione e trasferire il campione macinato in una busta della capienza di 20 L.
- Ripetere le precedenti operazioni fino ad esaurimento del campione globale
- Chiudere fermamente la busta ed omogenare il contenuto con operazioni manuali di scuotimento o miscelazione
- Il personale della AC confeziona le aliquote del campione finale in buste per alimenti, le sigilla ed appone l'etichetta identificativa. Ogni aliquota deve essere etichettata separatamente, deve essere non violabile e recare il numero di accettazione nel sistema informativo Sigla e l'identificativo dell'aliquota stessa.
- Al termine dell'utilizzo, effettuare le operazioni di pulizia e spegnere la strumentazione ad ogni macinazione
- Chiudere i contenitori contenenti la porzione in eccesso del campione finale macinato, apporre l'etichetta ed avviarlo allo smaltimento secondo la procedura di riferimento

**6.4.3** *Macinazione mediante l'utilizzo del miscelatore ad immersione SILVERSON E: si applica alla frutta a guscio (nocciole, noci, pistacchi, mandorle, anacardi, noci del Brasile sgusciate, noci di macadamia, pinoli, noci pecan etc.), alla frutta secca (fichi, uva passa, datteri, prugne etc.). Per le quantità di acqua da aggiungere si rimanda al par. 6.5*

- Accendere la strumentazione
- Tarare il contenitore tronco conico e pesare il campione di laboratorio
- Tarare nuovamente la bilancia ed aggiungere una quantità di acqua pari al peso del campione di laboratorio sottoposto all'omogenazione ad umido
- Trasferire il contenitore sulla pedana, introdurre la testa di immersione all'interno del contenitore dove è contenuto il campione di laboratorio più l'acqua ed avviare la strumentazione
- Spegnere la strumentazione quando tutto il campione risulta omogenato (il tempo per l'omogenazione varia a seconda della matrice, orientativamente dai 3 ai 5 minuti).
- Il personale della AC confeziona le aliquote dal campione finale in slurry in buste per alimenti ed apporre l'etichetta identificativa. Ogni aliquota deve essere etichettata separatamente, deve

<b>I.Z.S.M.</b>	MACINAZIONE DEI PRODOTTI DI ORIGINE VEGETALE PER L'ANALISI DELLE MICOTOSSINE	POS/CH/044 REV. N. 0 Pagina 6 di 6
-----------------	---	--

essere non violabile e recare il numero di accettazione nel sistema informativo Sigla e l'identificativo dell'aliquota stessa.

- Al termine dell'utilizzo, effettuare le operazioni di pulizia e spegnere la strumentazione ad ogni omogenazione.
- Chiudere i contenitori contenenti la porzione in eccesso del campione finale in slurry, apporre l'etichetta ed avviarlo allo smaltimento secondo la procedura di riferimento

### **6.5 Rapporti di diluizione da utilizzare per l'omogenazione ad umido (slurry)**

L'aggiunta di acqua per ottenere il campione in slurry varia in base alla natura del campione:

- *Rapporto 1:1* (per es. per 10 kg di campione di laboratorio si aggiungono 10 kg di acqua) Tutta la frutta a guscio sgusciata, pistacchi con guscio e la frutta secca
- *Rapporto 1:1,5* (per es. per 10 kg di campione di laboratorio si aggiungono 15 kg di acqua) Noci, nocciole
- *Rapporto 1:2* (per es. per 10 kg di campione di laboratorio si aggiungono 20 kg di acqua) Mandorle in guscio

RAPPORTO CAMPIONE/ACQUA	MATRICI
1:1	Tutta la frutta a guscio sgusciata, pistacchi con guscio e la frutta secca
1:1,5	Noci, nocciole
1:2	Mandorle in guscio

### **6.6 Modalità di conservazione dei campioni di laboratorio sottoposti a macinazione**

I campioni macinati con le modalità a secco (si veda 6.3.1 e 6.3.2), sono consegnati al personale di laboratorio che li conserverà a temperatura ambiente in un vano asciutto e fresco, debitamente identificato ed idoneo allo stoccaggio degli stessi.

I campioni macinati con la modalità slurry (si veda 6.3.3), sono consegnati al personale di laboratorio che li conserverà in un frigorifero debitamente identificato ed idoneo allo stoccaggio degli stessi se l'analisi verrà eseguita entro 24 ore, alternativamente in congelatore se l'analisi sarà eseguita in un tempo maggiore delle 24 ore.

### **6.7 Registros**

Al termine delle operazioni di macinazione, il verbale di macinazione è compilato a cura della Autorità Competente, firmato dal personale che ha preso parte alle operazioni e dal dirigente dell'IZS, ed allegato al verbale di prelievo.

L'analista compila il DC1.POS/CH/015 "Modulo di richiesta campioni" ed annota che il campione di laboratorio è stato già consegnato al laboratorio.