

ISTRUZIONI PER IL CAMPIONAMENTO DI RISO E SEMENTI DI RISO PER ANALISI OGM



1. SCOPO

Le presenti istruzioni operative, preliminari alle analisi per la rilevazione di OGM in riso e sementi di riso, descrivono le modalità per il campionamento delle matrici indicate, salvo diverse disposizioni legislative o normative o salvo diversi accordi con il Cliente, aventi lo scopo di ottenere un campione che fornisca risultati di analisi validi e ripetibili, di dimensioni adeguate per le analisi, nel quale la probabilità che un componente sia presente è determinata unicamente dalla frequenza con il quale lo stesso è rappresentato nel lotto.

2. APPLICABILITÀ

Riso e sementi di riso.

3. TERMINI E DEFINIZIONI

- a) *Lotto*: quantitativo distinto e specificato di materiale.
- Lotto di sementi*: quantitativo specificato di sementi, fisicamente identificabile e uniforme, non eccedente le dimensioni massime dei lotti stabilite nelle direttive in materia di sementi e corrispondente a una partita o a parte di essa.
- Lotto di alimenti e mangimi*: quantitativo di prodotti spediti o ricevuti in una sola volta e oggetto di un particolare contratto o documento di spedizione.
- b) *Campione elementare*: piccolo quantitativo costante di prodotto prelevato da ciascun punto di campionamento del lotto sull'intero spessore del medesimo (campionamento statico) o dal flusso di prodotti in movimento in un determinato lasso di tempo (campionamento dinamico).
- c) *Campione elementare per la conservazione*: campione elementare conservato per un determinato periodo di tempo onde essere ulteriormente analizzato.
- d) *Campione globale*: quantità di prodotto ottenuta combinando e mescolando i campioni elementari prelevati da un determinato lotto.
- e) *Campione per il laboratorio*: quantitativo di prodotto prelevato dal campione globale per l'effettuazione di ispezioni e analisi di laboratorio.
- f) *Campione per le Prove (o Campione da analizzare)*: Campione per il Laboratorio omogeneizzato, costituito dall'intero Campione per il Laboratorio o da una sua frazione rappresentativa.
- g) *Porzione di Prova (Porzione da analizzare)*: aliquota del Campione per le Prove la cui intera quantità è utilizzata per l'analisi.
- h) *Controcampione*: campione di dimensione identica al Campione per le Prove conservato per un determinato periodo di tempo a fini di verifica o per dirimere eventuali contestazioni.

4. RIFERIMENTI

- Raccomandazione della Commissione del 4 ottobre 2004 relativa agli orientamenti tecnici sui metodi di campionamento e di rilevazione degli organismi geneticamente modificati e dei materiali ottenuti da organismi geneticamente modificati come tali o contenuti in prodotti, nel quadro del regolamento (CE) n. 1830/2003 (2004/787/CE) pubblicata sulla Gazzetta ufficiale dell'Unione europea il 24.11.2004
- Norme ISTA [1] (International Seed Testing Association) e istruzioni del manuale ISTA per il campionamento delle sementi (International Rules for Seed Testing)
- Decreto Ministeriale 22/12/1992 So GU. N.2 del 4 gennaio 1993, "Metodi ufficiali di analisi per le sementi"
- UNI ISO 2859:1985 - Procedimenti di campionamento nell'ispezione per attributi
- UNI CEN/TS 15568: 2006 – Prodotti alimentari - Metodi di analisi per la ricerca di organismi geneticamente modificati e di prodotti derivati - Strategie di campionamento
- Mod. 17b "Norme per l'Erogazione dei Servizi"
- Mod. 13b "Listino Prove"

ISTRUZIONI PER IL CAMPIONAMENTO DI RISO E SEMENTI DI RISO PER ANALISI OGM



[1] Le norme ISTA vengono aggiornate annualmente (vedi sito Internet www.seedtest.org).

5. MATERIALI

Gli strumenti del campionamento necessari in funzione sia della matrice da campionare, sia del contenitore sono indicati nei documenti al punto 4.

6. MODALITÀ

Al fine di conseguire risultati di analisi validi e ripetibili è indispensabile che il campione sia rappresentativo del lotto da cui viene prelevato e che nel prelievo dei campioni sia applicata un'adeguata metodologia.

È responsabilità del committente della prova assicurarsi che il campione presentato al Laboratorio Chimico Merceologico – Settore di Biologia Molecolare sia omogeneo e rappresentativo del lotto da cui è stato prelevato.

6.1. PROTOCOLLI PER IL CAMPIONAMENTO

Secondo la Nota tecnica UNI CEN/TS 15568, il prelievo deve essere effettuato in modo tale da proteggere i campioni, gli strumenti di campionamento ed il contenitore in cui i campioni sono posti, da contaminazione accidentale. Particolare attenzione va prestata al fine di evitare la contaminazione incrociata durante la procedura di prelievo tra i diversi lotti. Il materiale aderente alla parte esterna dello strumento di prelievo deve essere rimosso prima che il contenuto sia scaricato.

Affinché i campioni prelevati ed analizzati siano rappresentativi dei diversi tipi di prodotti esaminati, la Raccomandazione della Commissione delle Comunità Europee 2004/787/CE (4) definisce le procedure di campionamento riportate di seguito. Mentre i protocolli di campionamento per rilevare la presenza di sementi geneticamente modificate nei lotti di sementi dovrebbero essere elaborati in conformità della normativa specifica relativa alle sementi, le strategie di campionamento per i prodotti sfusi, gli alimenti e i mangimi sono trattate in sezioni distinte nelle quali si tiene conto delle caratteristiche specifiche dei diversi prodotti.

6.1.1. Protocollo per il campionamento dei lotti di sementi

I campioni dovrebbero essere prelevati secondo i metodi internazionali in uso e, ove opportuno, da lotti aventi le dimensioni stabilite dalla direttiva 66/402/CEE.

I principi generali ed i metodi di campionamento delle sementi dovrebbero essere conformi alle norme ISTA (International Seed Testing Association) e alle istruzioni del manuale ISTA per il campionamento delle sementi.

6.1.2. Protocollo per il campionamento di prodotti agricoli sfusi

È opportuno tenere conto dei seguenti documenti: Raccomandazione 2004/787/CE e norma ISO 2859:1985.

Si raccomanda di fare in modo che il campionamento dei prodotti sfusi (granelle, semi oleosi) avvenga secondo i principi generali e i metodi di campionamento descritti nella Raccomandazione 2004/787/CE. In caso di flussi di prodotti in movimento, il periodo di campionamento dovrebbe essere definito, nel modo seguente: tempo totale di scarico/numero totale di campioni elementari. In caso di campionamento statico, i campioni elementari dovrebbero essere prelevati in specifici punti di campionamento distribuiti uniformemente su tutto il volume del lotto. Il numero di campioni elementari o di punti di campionamento (in cui sono prelevati i campioni elementari che concorrono a costituire il campione globale e i campioni elementari per la conservazione) è definito in base alle dimensioni del lotto come indicato nella tabella 1 formulata sulla base della Raccomandazione 2004/787/CE.

Tabella 1. Numero di campioni elementari e dimensione del campione globale in base alla dimensione del lotto.

Dimensione del lotto (tonnellate)	Dimensione del campione globale (chilogrammi)	Numero di campioni elementari
≤ 50	5	10
100	10	20
250	25	50
≥ 500	50	100

ISTRUZIONI PER IL CAMPIONAMENTO DI RISO E SEMENTI DI RISO PER ANALISI OGM



Per i lotti da 50 a 500 tonnellate, le dimensioni del campione globale dovrebbero corrispondere allo 0,01 % delle dimensioni totali del lotto. Per i lotti inferiori a 50 tonnellate, il campione globale dovrebbe essere di 5 chilogrammi. Per i lotti di oltre 500 tonnellate, il campione globale dovrebbe essere di 50 chilogrammi. Ad ogni intervallo di campionamento (campionamento sistematico) o in ciascun punto di campionamento (campionamento statico) occorre prelevare un campione elementare di 1 chilogrammo e suddividerlo in due frazioni di 0,5 chilogrammi, da utilizzare rispettivamente come campione elementare per la produzione del campione globale e come campione elementare per la conservazione.

6.1.3. Protocollo per il campionamento di lotti di alimenti e mangimi

6.1.3.1. Campionamento degli alimenti e dei mangimi preconfezionati

Il campionamento degli alimenti e dei mangimi preconfezionati dovrebbe essere svolto secondo le procedure descritte nella norma ISO 2859.

La norma ISO 2859 non risulta di immediata applicabilità, pertanto si suggerisce di applicare la Nota tecnica UNI CEN/TS 15568 che fornisce la strategia di campionamento per prodotti preconfezionati secondo quanto riportato nella tabella 2.

Tabella 2. Numero di unità da campionare in base al numero di unità costituenti il lotto.

Numero di unità che costituiscono il lotto	Numero di unità da campionare
Fino a 10	Ciascuna unità
Da 10 a 100	10 unità prelevate ad intervalli regolari
> 100	Radice quadrata del numero totale delle unità, campionate ad intervalli regolari *

* Vedi allegato B della Nota tecnica UNI CEN/TS 15568

La formazione del campione globale prevede che le confezioni, in numero rappresentativo secondo quanto sopra indicato, vengano aperte, accuratamente mescolate e suddivise in due frazioni di medesimo peso da utilizzare rispettivamente come campione elementare per la produzione del campione globale e come campione elementare per la conservazione. Le operazioni di formazione dei campioni devono essere effettuate in condizioni tali da garantire l'assenza di contaminazione (strumentazioni e locali idonei).

6.1.3.2. Campionamento degli alimenti e dei mangimi non preconfezionati

Il campionamento degli alimenti e dei mangimi non preconfezionati dovrebbe essere svolto secondo il protocollo descritto al punto 6.1.2.

6.2. PROTOCOLLO PER LA PREPARAZIONE DEL CAMPIONE DI LABORATORIO

Il campione globale deve essere accuratamente mescolato prima di formare il campione di laboratorio secondo la procedura descritta nella Nota tecnica UNI CEN/TS 15568.

6.2.1. Dimensione del campione per le prove

La dimensione del Campione per le Prove da sottoporre ad analisi viene individuata in base a quanto riportato in Tabella 3 che indica il limite superiore o uguale di contenuto in OGM all'intervallo di confidenza rispettivamente del 90%, 95% e 99%, a determinate dimensioni del campione, supponendo una distribuzione binomiale.

La dimensione del Campione per le Prove è quindi determinata scegliendo un livello di qualità accettabile, definito sia in termini di intervallo di confidenza sia di limite massimo di contenuto in OGM.

Ad esempio, al fine di analizzare un lotto per la presenza di OGM superiore o uguale a 0.1%, ad un intervallo di confidenza del 95%, il Campione per le Prove deve avere una dimensione di 3000 semi.

ISTRUZIONI PER IL CAMPIONAMENTO DI RISO E SEMENTI DI RISO PER ANALISI OGM



Tabella 3. Dimensione del Campione per le Prove considerando il massimo contenuto in OGM (espresso in %) e l'intervallo di confidenza.

Numero di semi	Intervallo di confidenza		
	90%	95%	99%
100	2,28	2,95	4,50
200	1,14	1,49	2,28
300	0,76	0,99	1,52
400	0,57	0,75	1,14
800	0,29	0,37	0,57
1200	0,19	0,25	0,38
2000	0,12	0,15	0,23
2500	0,09	0,12	0,18
3000	0,08	0,10	0,15
6000	0,04	0,05	0,08
10000	0,02	0,03	0,05
30000	0,008	0,01	0,015

Fonte: Kay and Paoletti. 2002. *Sampling strategies for GMO detection and/or quantification. European Commission. Joint Research Centre. EUR20239EN.*

6.2.2. Indicazioni per la preparazione del campione per il Laboratorio

Il Laboratorio effettua l'analisi su un Campione per le Prove corrispondente in peso alla metà del Campione per il Laboratorio consegnato dal Cliente al Laboratorio Chimico Merceologico – Settore di Biologia Molecolare, sino ad un massimo di 30000 semi.

La dimensione del Campione per le Prove viene determinata considerando sia l'intervallo di confidenza sia il limite massimo di contenuto in OGM (Tabella 3). Il controcampione deve avere dimensioni identiche al Campione per le Prove. Pertanto il Campione per il Laboratorio da consegnare al Laboratorio Chimico Merceologico – Settore di Biologia Molecolare deve avere una dimensione pari a due volte il Campione per le Prove.

Il Laboratorio fornisce l'indicazione del quantitativo in peso da inviare per l'effettuazione dell'analisi nel Listino Prove (Mod. 13b).

Al fine di analizzare un lotto per la presenza di OGM superiore o uguale a 0.01%, ad un intervallo di confidenza del 95%, il Campione per le Prove deve avere una dimensione di 30000 semi.

Il Campione per il Laboratorio da consegnare al Laboratorio Chimico Merceologico – Settore di Biologia Molecolare deve essere costituito da 60000 semi, permettendo l'esecuzione dell'analisi su un Campione per le Prove di 30000 semi. L'aliquota restante (30000 semi) costituisce il controcampione che viene conservato per un periodo di tempo prestabilito (definito nelle "Norme per l'Erogazione dei Servizi", Mod.17b) a fini di verifica o per dirimere eventuali contestazioni.

La procedura per ottenere il Campione per il Laboratorio costituito da 60000 semi viene effettuata su base ponderale:

- calcolo del peso di 1000 semi del campione da sottoporre ad analisi,
- calcolo del peso corrispondente a 60000 semi.

Nel caso in cui il Campione per il Laboratorio consegnato dal Cliente non possieda i sud-detti requisiti, per scarsità di prodotto o altre cause, il Laboratorio Chimico Merceologico – Settore di Biologia Molecolare procederà all'analisi considerando un Campione per le Prove corrispondente in peso alla metà del Campione per il Laboratorio, riportando una specifica postilla nel Rapporto di Prova, ed il limite di rilevabilità della presenza di OGM nel campione corrisponderà a quanto indicato in Tabella 3.

7. DOCUMENTAZIONE

Il personale del Laboratorio Chimico Merceologico – Settore di Biologia Molecolare non esegue attività di campionamento; il committente è responsabile del campionamento stesso e dei relativi documenti di prelievo.