

Casillo

Confronto tra molitura ad umido (slurry) e molitura a secco nell'analisi di OTA in campioni di frumento duro



Indagine Preliminare

Prelevando, in maniera *random*, 4 differenti aliquote da ciascuno dei 5 lotti da 10 kg, senza opportuna omogeneizzazione degli stessi ed effettuando una macinazione a secco (molino Bühler Modello MLI-204)

Lotti da 10 kg	Aliquota	OTA ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
#1	1A	5,92
	1B	1,29
	1C	0,71
	1D	n.d.*
#2	2A	2,22
	2B	n.d.
	2C	0,26
	2D	0,24
#3	3A	1,44
	3B	n.d.
	3C	n.d.
	3D	0,40
#4	4A	n.d.
	4B	n.d.
	4C	n.d.
	4D	12,47
#5	5A	0,70
	5B	1,14
	5C	n.d.
	5D	n.d.

n.d. = valori di contaminazione inferiori al limite di determinazione del metodo analitico pari a 0,2 $\mu\text{g}/\text{kg}$

Normativa vigente

L 70/12

IT

Gazzetta ufficiale dell'Unione europea

9.3.2006

REGOLAMENTO (CE) N. 401/2006 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

(Testo rilevante ai fini del SEE)

2. TRATTAMENTO DEL CAMPIONE RICEVUTO IN LABORATORIO

Ciascun campione di laboratorio viene macinato finemente e accuratamente mescolato, utilizzando un metodo che garantisca un'omogeneizzazione completa.

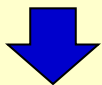
Se il tenore massimo si riferisce alla materia secca, il contenuto di materia secca del prodotto è determinato su una parte del campione omogeneizzato, utilizzando un metodo che si sia dimostrato in grado di determinare con precisione il contenuto di materia secca.

Confronto slurry vs molitura a secco

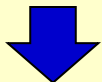
10 kg di cariossidi (#1)



1. Molitura a secco



2. Omogeneizzazione manuale

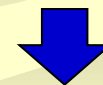


100 aliquote (100 g di macinato)

10 kg di cariossidi (#2) + 10 kg di acqua



1. Slurry



100 aliquote (200 g di slurry)

molitura a secco

#	OTA (µg/kg)*	#	OTA (µg/kg)*	#	OTA (µg/kg)*
M 1-1	0,57	M 1-35	0,55	M 1-69	0,38
M 1-2	0,41	M 1-36	0,44	M 1-70	0,52
M 1-3	0,48	M 1-37	0,37	M 1-71	1,92
M 1-4	0,49	M 1-38	0,86	M 1-72	0,40
M 1-5	1,06	M 1-39	1,19	M 1-73	2,03
M 1-6	2,30	M 1-40	0,41	M 1-74	0,37
M 1-7	0,46	M 1-41	0,74	M 1-75	0,71
M 1-8	0,91	M 1-42	0,27	M 1-76	0,91
M 1-9	1,35	M 1-43	2,47	M 1-77	0,51
M 1-10	0,40	M 1-44	0,28	M 1-78	0,59
M 1-11	0,50	M 1-45	0,43	M 1-79	0,93
M 1-12	0,43	M 1-46	0,82	M 1-80	0,37
M 1-13	0,48	M 1-47	0,41	M 1-81	0,67
M 1-14	1,79	M 1-48	0,36	M 1-82	0,58
M 1-15	0,74	M 1-49	0,55	M 1-83	0,60
M 1-16	3,63	M 1-50	1,03	M 1-84	0,49
M 1-17	0,51	M 1-51	0,60	M 1-85	0,46
M 1-18	0,65	M 1-52	0,46	M 1-86	0,70
M 1-19	2,60	M 1-53	1,08	M 1-87	0,79
M 1-20	0,40	M 1-54	0,40	M 1-88	0,44
M 1-21	1,33	M 1-55	1,15	M 1-89	0,69
M 1-22	0,31	M 156	0,37	M 1-90	0,81
M 1-23	0,49	M 1-57	0,47	M 1-91	0,40
M 1-24	0,37	M 1-58	1,59	M 1-92	1,49
M 1-25	0,77	M 1-59	0,57	M 1-93	0,38
M 1-26	2,26	M 1-60	1,44	M 1-94	0,60
M 1-27	0,64	M 1-61	0,55	M 1-95	0,65
M 1-28	0,65	M 1-62	1,28	M 1-96	0,46
M 1-29	0,47	M 1-63	0,63	M 1-97	0,67
M 1-30	0,32	M 1-64	0,35	M 1-98	2,57
M 1-31	0,41	M 1-65	0,93	M 1-99	2,47
M 1-32	1,59	M 1-66	0,86	M 1-100	1,10
M 1-33	0,71	M 1-67	0,54		
M 1-34	0,50	M 1-68	0,90		
MEDIA (µg/kg)		SD (µg/kg)		CV (%)	
0,83		0,62		75,2	

* valori corretti per il recupero medio (92 %)

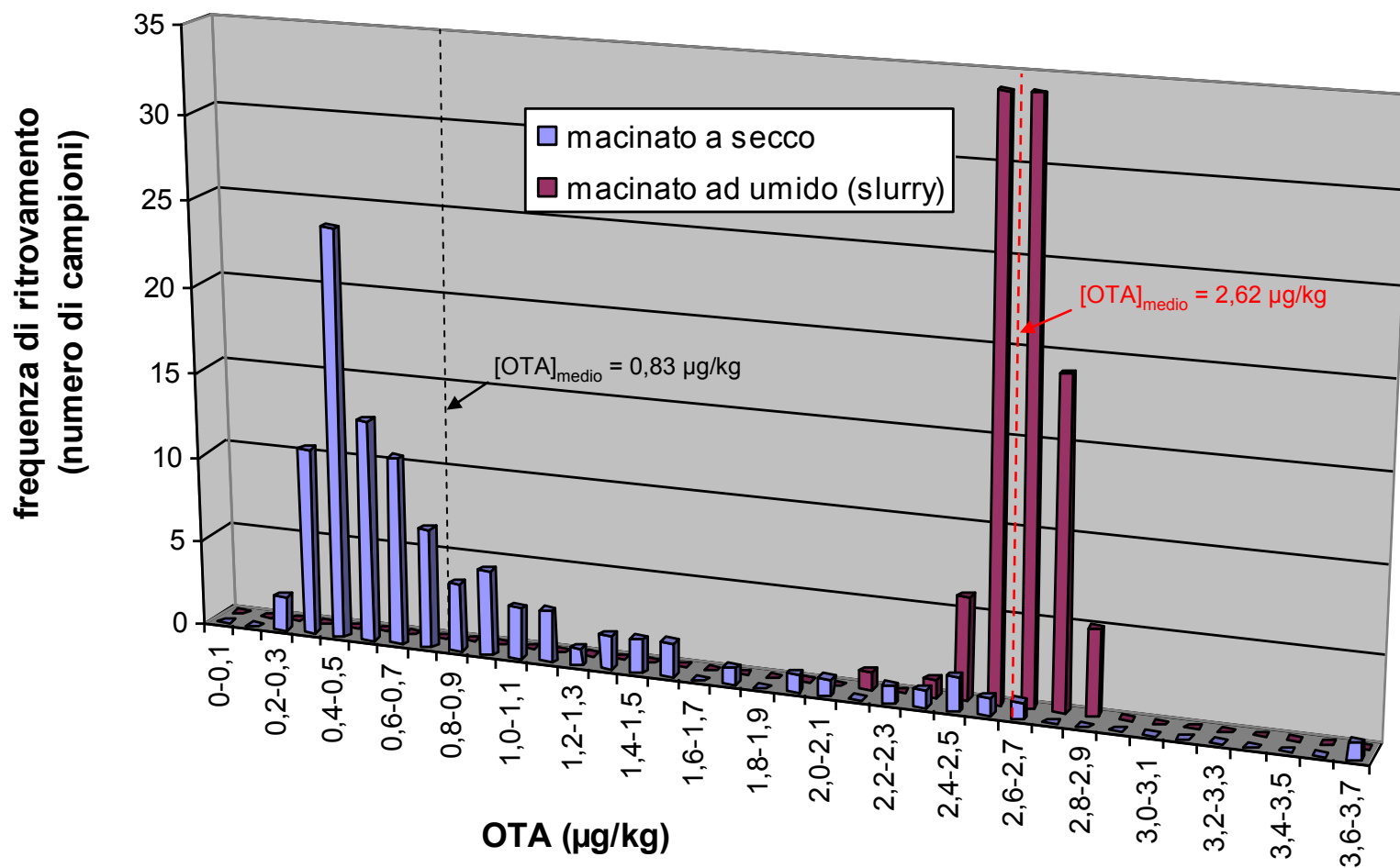
Slurry

#	OTA (µg/kg)*	#	OTA (µg/kg)*	#	OTA (µg/kg)*
SL 2-1	2,74	SL 2-35	2,83	SL 2-69	2,68
SL 2-2	2,71	SL 2-36	2,71	SL 2-70	2,66
SL 2-3	2,71	SL 2-37	2,71	SL 2-71	2,65
SL 2-4	2,75	SL 2-38	2,80	SL 2-72	2,64
SL 2-5	2,74	SL 2-39	2,73	SL 2-73	2,65
SL 2-6	2,71	SL 2-40	2,50	SL 2-74	2,68
SL 2-7	2,69	SL 2-41	2,40	SL 2-75	2,50
SL 2-8	2,73	SL 2-42	2,59	SL 2-76	2,56
SL 2-9	2,71	SL 2-43	2,48	SL 2-77	2,56
SL 2-10	2,67	SL 2-44	2,44	SL 2-78	2,56
SL 2-11	2,71	SL 2-45	2,65	SL 2-79	2,54
SL 2-12	2,75	SL 2-46	2,51	SL 2-80	2,53
SL 2-13	2,59	SL 2-47	2,56	SL 2-81	2,66
SL 2-14	2,72	SL 2-48	2,34	SL 2-82	2,71
SL 2-15	2,67	SL 2-49	2,40	SL 2-83	2,70
SL 2-16	2,66	SL 2-50	2,63	SL 2-84	2,63
SL 2-17	2,61	SL 2-51	2,54	SL 2-85	2,62
SL 2-18	2,64	SL 2-52	2,51	SL 2-86	2,69
SL 2-19	2,56	SL 2-53	2,60	SL 2-87	2,58
SL 2-20	2,64	SL 2-54	2,58	SL 2-88	2,49
SL 2-21	2,76	SL 2-55	2,60	SL 2-89	2,62
SL 2-22	2,54	SL 2-56	2,54	SL 2-90	2,56
SL 2-23	2,51	SL 2-57	2,61	SL 2-91	2,64
SL 2-24	2,82	SL 2-58	2,67	SL 2-92	2,65
SL 2-25	2,62	SL 2-59	2,45	SL 2-93	2,68
SL 2-26	2,16	SL 2-60	2,51	SL 2-94	2,63
SL 2-27	2,54	SL 2-61	2,53	SL 2-95	2,68
SL 2-28	2,86	SL 2-62	2,62	SL 2-96	2,62
SL 2-29	2,56	SL 2-63	2,59	SL 2-97	2,68
SL 2-30	2,58	SL 2-64	2,54	SL 2-98	2,65
SL 2-31	2,58	SL 2-65	2,51	SL 2-99	2,72
SL 2-32	2,53	SL 2-66	2,52	SL 2-100	2,70
SL 2-33	2,88	SL 2-67	2,54		
SL 2-34	2,58	SL 2-68	2,58		
MEDIA (µg/kg)		SD (µg/kg)		CV (%)	
2,62		0,11		4,2	

* valori corretti per il recupero medio (92 %)

Confronto slurry vs molitura a secco

Distribuzione del contenuto di OTA



Molitura a secco

10 kg di cariossidi (#4)

1 kg

1 kg

1 kg

1 kg

1 kg

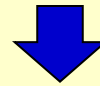
1 kg

1 kg

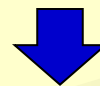
1 kg

1 kg

1 kg



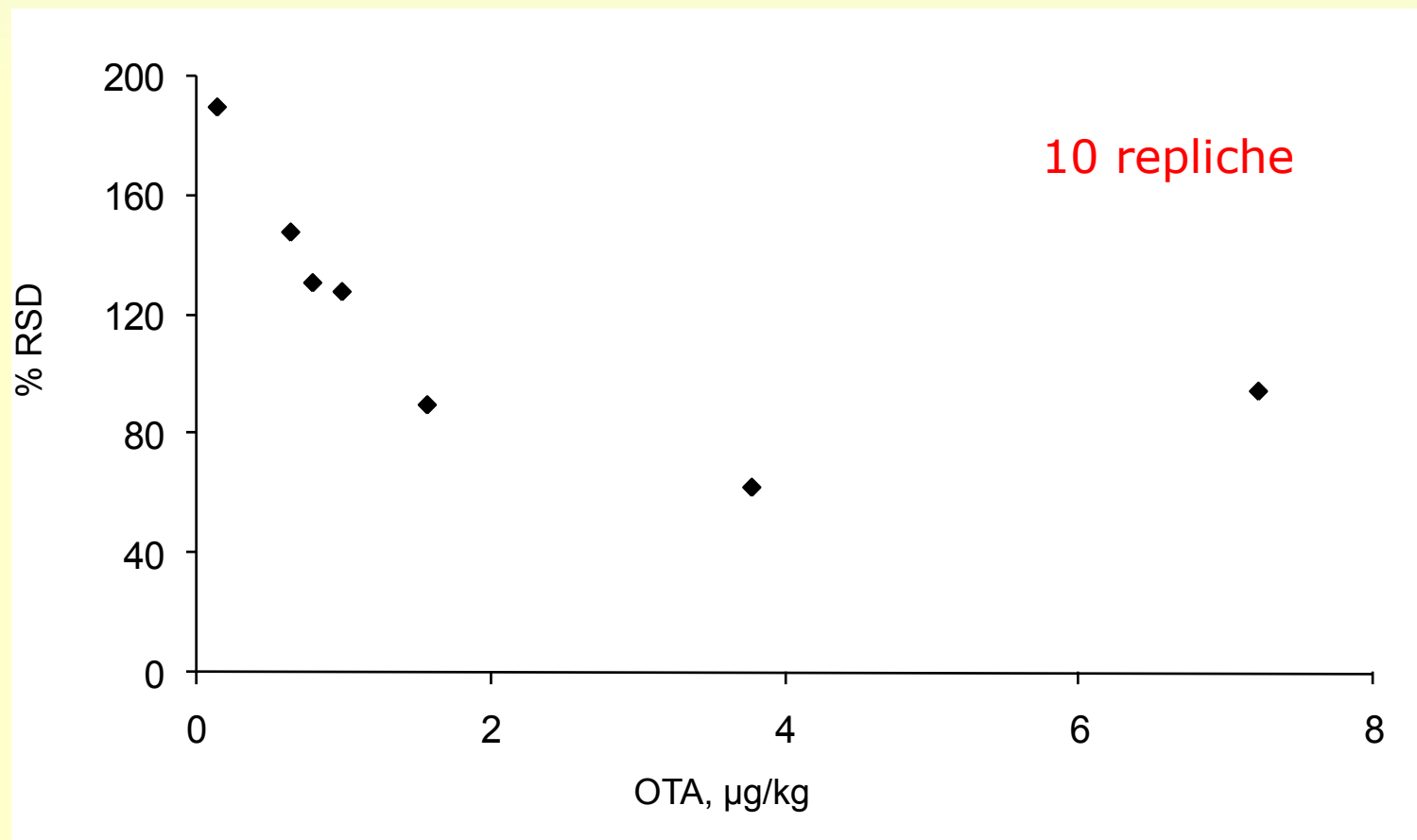
Macinazione



10 gruppi composti da 10 aliquote (100 g di macinato)

Relazione tra incertezza (RSD%) e contenuto di OTA

- 7 gruppi di campioni risultavano contaminati nell'intervallo 0,13 e 7,22 $\mu\text{g/g}$;
- 3 gruppi di campioni risultavano non contaminati ($\text{OTA} < \text{LOD} = 0,2 \mu\text{g/g}$)



Confronto slurry vs molitura a secco

10 kg di cariossidi (#5)



Molitura a secco



1 kg (10%)

9 kg (90%)

Macinato
secco
(dry)

3 aliquote

Slurry I



3 aliquote

Slurry II



3 aliquote

Confronto slurry vs molitura a secco

