



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA

innovazione e ricerca

IL NUOVO REGOLAMENTO UE 1322 SUI TENORI MASSIMI DI 3-MCPD, RELATIVI ESTERI E GLICIDIL ESTERI DEGLI ACIDI GRASSI

Gennaio 2021

*A cura di Silvia Tagliabue,
Responsabile Laboratorio Gascromatografia, Innovhub SSI*

I 3-MCPD, 2-MCPD, i loro esteri degli acidi grassi e gli esteri del glicidolo sono **contaminanti di processo** che si formano durante le operazioni ad alta temperatura su **prodotti a base di cereali** e durante il processo di **raffinazione degli oli e delle sostanze grasse**, in particolare nella fase di **deodorazione**.

Nel 2016 l'EFSA ha pubblicato un parere sui rischi per la salute umana legati alla presenza di 3 e 2-MCPD e i loro esteri degli acidi grassi e gli esteri del glicidolo negli alimenti. Questi composti, una volta ingeriti, sono completamente convertiti nelle loro forme libere. Nel parere si evidenziavano **timori per la salute** in particolare per il glicidolo in quanto è risultato essere genotossico e cancerogeno.

Nel 2018, l'EFSA ha pubblicato un aggiornamento sulla valutazione dei rischi del 3-MCPD ed in particolare ha evidenziato **potenziali rischi a livello dei reni e sulla fertilità maschile**. La stessa Agenzia ha considerato i livelli di consumo di 3-MCPD attraverso l'alimentazione privi di rischi per la maggior parte dei consumatori, mentre ritiene possa esistere un potenziale problema di salute per i forti consumatori delle **fasce di età più giovani**.

IL NUOVO REGOLAMENTO UE 1322

Il **23 settembre 2020** è stato pubblicato il **Reg. UE 1322**, che modifica il Regolamento CE n. 1881 del 2006 per quanto riguarda i tenori massimi di 3-MCPD, dei suoi esteri con gli acidi grassi e i glicidil esteri degli acidi grassi in alcuni alimenti.

In particolare, proprio sulla base del parere scientifico adottato dall'EFSA nel 2018, vengono stabiliti **dei limiti anche per la somma di 3-MCPD e i suoi esteri degli acidi grassi**. Vengono inoltre stabiliti **dei limiti di tali contaminanti anche per gli oli di pesce e oli da organismi marini**.

I limiti entreranno in vigore da gennaio 2021.

Nella tabella 1 è riportato l'**allegato al Reg. UE 1320** con l'indicazione dei **tenori massimi** ammessi per i diversi prodotti alimentari.

Prodotti alimentari ⁽¹⁾		Tenori massimi (µg/kg)
4.1.	3-monocloropropandiolo (3-MCPD)	
4.1.1.	Proteina vegetale idrolizzata ⁽³⁰⁾	20
4.1.2.	Salsa di soia ⁽³⁰⁾	20
4.2.	Glicidil esteri degli acidi grassi espressi come glicidolo	
4.2.1.	Oli e grassi vegetali, oli di pesce e oli di altri organismi marini immessi sul mercato per il consumatore finale o per l'uso come ingredienti negli alimenti, ad eccezione degli alimenti indicati in 4.2.2 e degli oli di oliva vergini (*)	1 000 (***)
4.2.2.	Oli e grassi vegetali, oli di pesce e oli di altri organismi marini destinati alla produzione di alimenti per bambini e alimenti a base di cereali destinati ai lattanti e ai bambini nella prima infanzia ⁽³⁾	500 (***) (*****)
4.2.3.	Formule per lattanti, formule di proseguimento e alimenti a fini medici speciali destinati ai lattanti e ai bambini nella prima infanzia ⁽³⁾ ⁽²⁹⁾ e formule per la prima infanzia ⁽²⁹⁾ (***) (in polvere)	50 (***)
4.2.4.	Formule per lattanti, formule di proseguimento e alimenti a fini medici speciali destinati ai lattanti e ai bambini nella prima infanzia ⁽³⁾ ⁽²⁹⁾ e formule per la prima infanzia ⁽²⁹⁾ (***) (liquidi)	6,0 (***)
4.3.	Somma di 3-monocloropropandiolo (3-MCPD) e 3-MCPD esteri degli acidi grassi, espressi come 3-MCPD (****)	
4.3.1.	Oli e grassi vegetali, oli di pesce e oli di altri organismi marini immessi sul mercato per il consumatore finale o per l'uso come ingredienti negli alimenti, che rientrano nelle seguenti categorie, ad eccezione degli alimenti indicati in 4.3.2 e degli oli di oliva vergini (*) — oli e grassi di cocco, mais, colza, girasole, soia, palmisti e oli di oliva (composti da oli di oliva raffinati e oli di oliva vergini) (*) e miscele di oli e grassi con oli e grassi appartenenti solo a tale categoria; — altri oli vegetali [compresi gli oli di sansa di oliva (*)], oli di pesce e oli di altri organismi marini e miscele di oli e grassi con oli e grassi appartenenti solo a tale categoria; — miscele di oli e grassi appartenenti alle due categorie summenzionate.	1 250 2 500 — (****)
4.3.2.	Oli e grassi vegetali, oli di pesce e oli di altri organismi marini destinati alla produzione di alimenti per bambini e alimenti a base di cereali destinati ai lattanti e ai bambini nella prima infanzia ⁽³⁾	750 (*****)
4.3.3.	Formule per lattanti, formule di proseguimento e alimenti a fini medici speciali destinati ai lattanti e ai bambini nella prima infanzia ⁽³⁾ ⁽²⁹⁾ e formule per la prima infanzia ⁽²⁹⁾ (***) (in polvere)	125 (*****)
4.3.4.	Formule per lattanti, formule di proseguimento e alimenti a fini medici speciali destinati ai lattanti e ai bambini nella prima infanzia ⁽³⁾ ⁽²⁹⁾ e formule per la prima infanzia ⁽²⁹⁾ (***) (liquidi)	15 (*****)

Tab. 1 – Tenori massimi nei prodotti alimentari (Parte 4 dell'Allegato al Reg. UE 2020/1322)

I METODI PER LA DETERMINAZIONE DEI CONTAMINANTI

I **metodi AOCS** per la determinazione di 3-MCPD, 2-MCPD e loro esteri e gli esteri del glicidolo si basano sulla **determinazione indiretta** del glicidolo e 3-, 2-MCPD per rilascio dai loro esteri, derivatizzazione e determinazione mediante GC-MS. I **metodi AOCS Cd 29 a, b e c-13 sono validati** e corredati dei parametri di precisione.

Il nostro laboratorio si è da sempre indirizzato all'applicazione del **metodo AOCS Cd 29b-13** in quanto ritenuto **più attendibile** e per questo oggetto di un proficiency test anche in ambito UNI e maggiormente richiesto dalle aziende. Nel 2020 abbiamo acquisito una **workstation che consente l'automatizzazione** delle operazioni di preparazione del campione (transesterificazione, estrazione, purificazione e derivatizzazione) prima della determinazione mediante GC-MS, riducendo così l'impegno manuale dell'operatore e **ottimizzando i tempi di analisi**. Con il sistema di

preparazione automatico dei campioni abbiamo riprodotto le singole fasi previste dal metodo AOCS Cd 29b, automatizzando tutte le operazioni ad eccezione di quelle che vengono eseguite a temperatura ridotta (transesterificazione a -22°C per 16 h), che viene svolta manualmente.

Per la determinazione GC-MS abbiamo impiegato una workstation SRA-Gerstel, installata su un GC Agilent 7890A corredato da un iniettore split/splitless, una colonna Rxi-17-Sil-MS (30 m di lunghezza, 0.25 mm di diametro interno, 0.25 µm di spessore del film) e un detector di massa a singolo quadrupolo Agilent 5977.



Immagine 1- strumentazione utilizzata da Innovhub per le analisi dei contaminanti

Nella Tabella 2 si riportano i dati relativi allo **studio di ripetibilità** ottenuti da 10 determinazioni indipendenti di 3-MCPD, 2-MCPD e glicidolo su un **campione di olio di palma**. In tabella sono indicati i valori medi delle 10 determinazioni, la deviazione standard (DS) e la deviazione standard relativa (CVr%).

	GLYCIDOL (mg/kg)	2-MCPD (mg/kg)	3-MCPD (mg/kg)
Prova 1	1,055	0,402	1,037
Prova 2	1,011	0,378	0,982
Prova 3	1,030	0,416	1,034
Prova 4	1,016	0,377	0,985
Prova 5	0,978	0,380	1,010
Prova 6	0,999	0,349	0,993
Prova 7	0,970	0,373	1,003
Prova 8	1,028	0,356	0,972
Prova 9	0,975	0,365	0,978
Prova 10	0,940	0,345	0,970
Media	1,000	0,374	0,996
DS	0,035	0,022	0,024
CVr%	3,5	6,0	2,4

Tabella 2 – Studio di ripetibilità del metodo di analisi

I dati ottenuti dimostrano la **buona ripetibilità del metodo** eseguito con la preparazione automatizzata dei campioni.

La partecipazione a **proficiency test** organizzati da enti certificati (**FOSFA, COI, DGF, BIPEA**) ha confermato l'allineamento dei nostri risultati con quelli degli altri partecipanti.

Allo scopo di **valutare eventuali interferenze** legate alla presenza di acidi grassi a diversa lunghezza della catena di atomi di carbonio abbiamo **analizzato differenti tipi di oli vegetali**, quali olio di girasole, colza, vinaccioli, germe di grano, cocco, burro di karitè e oli di origine animale, quali olio di pesce.

Nella Tabella 3 si riportano, a titolo di esempio, i valori ottenuti su alcuni di questi oli.

Campioni	GLYCIDOL (mg/kg)	2-MCPD (mg/kg)	3-MCPD mg/kg)
Olio di girasole 1	0,21	0,22	0,52
Olio di girasole 2	0,16	0,06	0,20
Olio di girasole AO	0,21	0,04	0,17
Olio di soia	0,16	0,06	0,14
Olio di colza	0,38	0,06	0,26
Olio di germe di mais 1	0,26	0,04	0,14
Olio di germe di mais 2	0,41	0,09	0,34
Olio di arachide	0,16	0,07	0,31
Olio di cocco	0,31	0,10	0,23
Olio di vinacciolo	0,44	0,31	1,08
Olio di mandorle	0,05	0,02	0,17
Stearina	0,17	0,71	1,58
Margarina vegetale	1,92	0,56	2,49
Burro di Karitè 1	3,44	0,18	0,74
Burro di Karitè 2	1,19	0,20	0,89
Olio di pesce 1	0,02	0,03	0,13
Olio di pesce 2	0,03	0,09	0,31

Tabella 3 – Concentrazioni di 3-, 2-MCPD e Glicidolo in oli vegetali e animali

I valori riportati non sono da considerarsi rappresentativi dei prodotti in commercio, in quanto abbiamo scelto tipologie diverse di prodotti solo per verificare l'applicabilità del metodo automatizzato sulle diverse matrici.

I tracciati gascromatografici **non evidenziano interferenze**, confermando come l'impiego di una colonna mediamente polare (tipo 50% fenil-metilpolisilossano), a differenza di una colonna apolare (tipo 5% fenil-metilpolisilossano), permetta di separare eventuali interferenti, in particolare, l'acido laurico risulta ben separato dal 3-MBPD (derivante dalla trasformazione del glicidolo), consentendone una corretta integrazione e quantificazione.

Successivamente, abbiamo focalizzato l'attenzione su alcuni dei **prodotti maggiormente consumati dai consumatori più giovani**, ed in particolare biscotti, merendine e creme alla nocciola. I prodotti erano di diversa composizione, alcuni contenevano burro, panna o cioccolato. Abbiamo estratto la sostanza grassa con l'impiego di un estrattore sotto pressione, utilizzando come solvente metiliterbutiletere e operando a 50°C. La sostanza grassa estratta è stata sottoposta ad analisi secondo metodo AOCS Cd 29b-13.

Nella Tabella 4 che segue si riportano i risultati ottenuti.

Campioni	GLYCIDOL (mg/kg)	2-MCPD (mg/kg)	3-MCPD (mg/kg)
Biscotti con panna	0.09	0.04	0.16
Biscotti con cioccolato	0.10	0.05	0.20
Biscotti con crema al cacao	0.07	0.04	0.18
Merendina con marmellata	0.06	0.07	0.28
Brioche di pasta sfoglia con burro, emulsionanti e margarina vegetale	0.36	0.12	0.65
Brioche con olio di palma	0.30	0.54	1.94
Crema di cacao con nocciole con olio di girasole	0.05	0.05	0.23

Tabella 4 – Concentrazioni di 3-, 2-MCPD e Glicidolo in diversi prodotti alimentari

Nonostante la variabilità delle materie prime contenute nei prodotti finiti analizzati, la procedura di estrazione utilizzata e il sistema automatizzato di analisi hanno consentito di ottenere **cromatogrammi privi di interferenze** ed integrabili correttamente.

Il sistema disponibile nel nostro laboratorio consente quindi di determinare in modo efficiente e ripetibile il contenuto di 3-MCPD, 2-MCPD, loro esteri e gli esteri del glicidolo su matrici di varia natura, oltre agli oli e grassi vegetali e animali e **il nostro personale è a disposizione per approfondire specifiche esigenze o necessità di chiarimenti** al fine di mettere i nostri clienti in grado di rispettare le nuove disposizioni.

CHI SIAMO

Innovhub SSI è l'Azienda interamente partecipata dalla Camera di commercio di Milano, Monza Brianza e Lodi che nasce dall'unione delle ex-Stazioni Sperimentali per l'Industria dei **settori cartario, tessile, dei combustibili e degli oli e dei grassi**. Le Aree, specializzate per settore di riferimento e con laboratori interni, svolgono attività di: **servizi di analisi, assistenza tecnica e certificazione; ricerca applicata; consulenza tecnico-scientifica; formazione; normazione**. Innovhub SSI partecipa a numerosi **progetti di ricerca, sviluppo e innovazione** cofinanziati a livello regionale, nazionale e internazionale ed è **partner di Enterprise Europe Network**, rete nata nel 2008 per volontà della Commissione Europea, che offre servizi per aiutare le aziende a individuare nuovi partner commerciali, produttivi e tecnologici all'estero, sostiene l'innovazione e il trasferimento tecnologico e promuove la partecipazione delle PMI a Horizon 2020, Programma europeo per la Ricerca e Sviluppo Tecnologico.

www.innovhub-ssi.it

CONTATTI

Per ulteriori informazioni o approfondimenti sul tema:

silvia.tagliabue@mi.camcom.it
liliana.folegatti@mi.camcom.it

