

ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ

**Indagine conoscitiva all'importazione
su spezie ed erbe irradiate, incluse quelle usate
negli integratori alimentari**

Paolo Aureli (a), Concetta Boniglia (a),
Emanuela Bortolin (b), Sandro Onori (b)

*(a) Centro Nazionale per la Qualità degli Alimenti e per i Rischi Alimentari
(b) Dipartimento di Tecnologie e Salute*

ISSN 1123-3117

Rapporti ISTISAN

07/4

Istituto Superiore di Sanità

Indagine conoscitiva all'importazione su spezie ed erbe irradiate, incluse quelle usate negli integratori alimentari.

Paolo Aureli, Concetta Boniglia, Emanuela Bortolin, Sandro Onori
2007, 22 p. Rapporti ISTISAN 07/4

La legislazione comunitaria relativa all'irradiazione degli alimenti prevede che ciascun alimento o ingrediente alimentare, autorizzato nella Comunità Europea, debba riportare in etichetta la dicitura "irradiato" e che ciascuno Stato membro debba effettuare ogni anno controlli sui prodotti in fase di commercializzazione al fine di verificarne la corretta etichettatura. I risultati dei controlli pubblicati dalla Commissione delle Comunità Europee indicano che la maggior parte dei prodotti non conformi è rappresentata da erbe, spezie e integratori alimentari a base di erbe. L'Istituto Superiore di Sanità, in mancanza di risultati di controlli ufficiali effettuati in Italia su alimenti irradiati, di concerto con il Ministero della Salute, ha effettuato una indagine all'importazione su spezie ed erbe, comprese quelle utilizzate negli integratori alimentari, allo scopo di monitorare il flusso di materie prime irradiate che entrano nel nostro Paese. Il presente rapporto riporta i risultati ottenuti nell'indagine insieme a una dettagliata descrizione delle metodiche utilizzate.

Parole chiave: Alimenti irradiati, Erbe, Spezie, Integratori alimentari

Istituto Superiore di Sanità

Survey on importing of irradiated spices and herbs including those used in dietary supplements.

Paolo Aureli, Concetta Boniglia, Emanuela Bortolin, Sandro Onori
2007, 22 p. Rapporti ISTISAN 07/4 (in Italian)

Community legislation, concerning food treated with ionising radiation, states that any food or food ingredients, authorised in the European Union, must be labelled with the word "irradiated" and that every year each Member State has to carry out checks at the product marketing stage to enforce correct labelling. The results of controls, published from the Commission on food irradiation, show that most products, found irradiated and not labelled, are herbs, spices and herbal supplements. Until now no analytical checks on irradiated food have been carried out in our country. The Istituto Superiore di Sanità (the National Institute of Health in Italy), in accordance with the Ministry of Health, performed an analytical survey on the importing of spices and herbs, including herbs used in dietary supplements, to investigate the entry in our country of irradiated raw materials. The current report shows the results of the checks and the detailed description of the analytical methods used.

Key words: Irradiated food, Herbs, Spices, Dietary supplements

Per informazioni su questo documento scrivere a: concetta.boniglia@iss.it

Il rapporto è accessibile online dal sito di questo Istituto: www.iss.it.

Citare questo documento come segue:

Aureli P, Boniglia C, Bortolin E, Onori S. *Indagine conoscitiva all'importazione su spezie ed erbe irradiate, incluse quelle usate negli integratori alimentari*. Roma: Istituto Superiore di Sanità; 2007. (Rapporti ISTISAN 07/4).

Presidente dell'Istituto Superiore di Sanità e Direttore responsabile: *Enrico Garaci*
Registro della Stampa - Tribunale di Roma n. 131/88 del 1° marzo 1988

Redazione: *Paola De Castro, Sara Modigliani e Sandra Salinetti*
La responsabilità dei dati scientifici e tecnici è dei singoli autori.

© Istituto Superiore di Sanità 2007

INDICE

Introduzione	1
1. Trattamento degli alimenti con radiazioni ionizzanti	3
1.1. Quadro giuridico	3
1.2. Controlli	5
2. Monitoraggio di erbe e spezie irradiate all'importazione	7
2.1. Modalità di campionamento e analisi.....	7
2.2. Metodo di screening: luminescenza fotostimolata	8
2.3. Metodo di conferma: termoluminescenza	9
2.4. Risultati e discussione	11
2.4.1. Analisi di screening	14
2.4.2. Analisi di conferma.....	16
Conclusioni	21
Bibliografia	22

INTRODUZIONE

Il trattamento con radiazioni ionizzanti viene effettuato allo scopo di promuovere la sicurezza e la qualità igienica degli alimenti, con conseguente impatto, sia sulla riduzione del rischio di malattie trasmesse con gli alimenti, che sulla riduzione del deterioramento degli alimenti che è causa di perdita di enormi quantità di cibo.

Attualmente, su scala mondiale, il trattamento viene effettuato in circa 80 impianti, distribuiti in poco più di 40 Paesi, e numerose sono le tipologie di alimenti autorizzate al trattamento con radiazioni ionizzanti.

In Europa l'irraggiamento degli alimenti è regolato dalle direttive comunitarie 1999/2/CE e 1999/3/CE relative al ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri, recepite nel nostro Paese con il DL.vo 30 gennaio 2001, n. 94. A partire dal marzo del 2001, tutti gli alimenti irradiati e i loro ingredienti, per essere immessi sul mercato, devono rispondere alle suddette disposizioni di legge.

In particolare, a maggiore tutela del diritto di informazione del consumatore, il DL.vo 30 gennaio 2001, n. 94 dispone che i prodotti trattati con radiazioni ionizzanti debbano riportare la dicitura "irradiato" in etichetta, se venduti confezionati, su un cartello in prossimità del recipiente che li contiene, se venduti sfusi, o su un documento di accompagnamento se di importazione. Viene inoltre richiesto che gli Stati membri effettuino controlli sui prodotti in fase di commercializzazione, al fine di verificarne la rispondenza alle normative vigenti e la corretta etichettatura. I risultati dei controlli e i metodi utilizzati per l'identificazione degli alimenti irradiati, devono essere trasmessi annualmente alla Commissione delle Comunità Europee.

Il primo rapporto pubblicato dalla Comunità Europea nel 2002 riporta che l'1,5% dei campioni sottoposti al controllo è risultato irradiato, ma non etichettato come tale. La maggior parte dei prodotti non conformi è rappresentata da erbe, spezie, alimenti contenenti erbe e spezie, compresi gli integratori alimentari, cosce di rana e gamberetti. In particolare, i controlli effettuati nel Regno Unito hanno evidenziato che il 42% degli integratori alimentari a base di erbe presenti sul mercato è irradiato. Si tratta di prodotti che contengono come ingredienti erbe quali aloe vera, ginkgo biloba, ginseng, guaranà, silymarin, Kava Kava, tè verde.

Dal momento che nella Comunità Europea il trattamento con radiazioni ionizzanti non è consentito né per gli integratori alimentari, né per gli ingredienti utilizzati per la loro preparazione, la Commissione ha invitato tutti gli Stati membri ad effettuare verifiche sui prodotti indicati e a ritirare dal mercato gli integratori irradiati.

L'Italia, come riportato nei rapporti della Comunità Europea, fino al 2004 non ha effettuato nessun controllo per la verifica del trattamento con radiazioni ionizzanti né sugli integratori alimentari né su alcun altro tipo di alimento.

Nell'ambito della propria attività di valutazione della sicurezza e della qualità degli alimenti e sulla base delle competenze acquisite sui metodi di identificazione degli alimenti irradiati, l'Istituto Superiore di Sanità (ISS), di concerto con il Ministero della Salute, ha quindi effettuato nel 2005 un'indagine conoscitiva all'importazione su spezie ed erbe, comprese quelle utilizzate negli integratori alimentari. Lo scopo di tale indagine è stato quello di monitorare il flusso di materie prime, sottoposte al trattamento con radiazioni ionizzanti, che entrano nel nostro Paese e non sono correttamente etichettate e nello stesso tempo di raccogliere dati per una valutazione dell'incidenza di campioni non conformi che vengono commercializzati in Italia.

I risultati di tale indagine sono stati inviati al Ministero della Salute e da questo inoltrati alla Commissione delle Comunità Europee. Il presente rapporto, pertanto, riporta i risultati del gruppo di lavoro, costituito in ISS da esperti del Centro Nazionale per la Qualità degli Alimenti e per i Rischi Alimentari e del Dipartimento di Tecnologie e Salute, al fine di valutare la problematica dell'irraggiamento delle derrate alimentari importate e la loro conformità alla normativa vigente.

1. TRATTAMENTO DEGLI ALIMENTI CON RADIAZIONI IONIZZANTI

1.1. Quadro giuridico

Le direttive comunitarie 1999/2/CE (1) e 1999/3/CE (2), che regolano il trattamento degli alimenti e dei loro ingredienti con radiazioni ionizzanti, nascono essenzialmente dall'esigenza di armonizzare le diverse legislazioni nazionali che potrebbero condizionare la libera circolazione dei prodotti alimentari nel mercato europeo. Inoltre, tali direttive hanno lo scopo di tutelare il diritto di informazione e di libera scelta dei consumatori europei per i quali, tutt'ora, l'uso delle radiazioni ionizzanti costituisce un motivo di preoccupazione e un tema di pubblica discussione.

Più precisamente, la direttiva quadro 1999/2/CE copre gli aspetti generali e tecnici dell'attuazione del processo, mentre la direttiva di applicazione 1999/3/CE stabilisce un elenco comunitario di alimenti e loro ingredienti che possono essere trattati con radiazioni ionizzanti.

Allo stato attuale l'elenco di prodotti che, ad esclusione di tutti gli altri, possono essere irradiati comprende una sola categoria di alimenti "erbe aromatiche essiccate, spezie e condimenti vegetali" che possono essere irradiati alla dose massima di 10 kGy. Ciò in considerazione del fatto che le erbe e le spezie risultano essere frequentemente contaminate da numerose specie di muffe, batteri e loro spore termoresistenti e l'irraggiamento in questo caso può sostituire il trattamento con fumiganti, quali l'ossido di etilene, i cui residui si sono dimostrati tossici.

In realtà in Europa possono essere irradiati anche altri alimenti o loro ingredienti, oltre quelli inclusi nella lista comunitaria, per i quali, avendo il Comitato Scientifico dell'Alimentazione umana espresso parere favorevole, sono state rilasciate in precedenza le relative autorizzazioni. In Italia, in particolare, nel 1973 è stata rilasciata l'autorizzazione per l'irradiazione di patate, aglio e cipolle (3) e nel 1996 per le erbe e le spezie (4). In virtù di quanto previsto dalla direttiva quadro, ciascuno Stato membro può mantenere le proprie autorizzazioni, in attesa che venga completata la lista positiva comunitaria. In Tabella 1 viene riportato l'elenco delle tipologie alimentari autorizzate nei diversi Stati membri che è stato pubblicato nel 2002 sulla *Gazzetta Ufficiale Europea* (5).

Tabella 1. Alimenti autorizzati al trattamento con radiazioni ionizzanti nei diversi Stati membri della UE (in aggiunta a erbe aromatiche essiccate, spezie e condimenti vegetali)

Nazione	Tipologie alimentari
Belgio	Patate, cipolle, aglio, scalogno, pollame, cosce di rana e gamberi surgelati, albume d'uovo
Francia	Piante aromatiche surgelate, cipolle, aglio, scalogno, frutta e verdura secca, fiocchi e germi di cereali, farina di riso, gomma arabica, pollame, cosce di rana e gamberi surgelati, albume d'uovo, caseina e caseinati
Regno Unito	Patate, cipolle, aglio, scalogno, legumi, frutta e verdura fresca e secca (inclusi funghi e pomodori), cereali, pollame, pesci e molluschi
Italia	Patate, aglio, cipolle
Paesi Bassi	Legumi, frutta e verdura secca, fiocchi di cereali, gomma arabica, cosce di rana e gamberi surgelati, pollame, albume d'uovo

Sempre nello spirito di assicurare la conformità dei prodotti alle disposizioni vigenti, proteggere gli interessi del consumatore, tra cui quelli inerenti alla corretta informazione, e assicurare la lealtà delle transazioni commerciali, la direttiva comunitaria 1999/2/CE stabilisce inoltre che tutti i prodotti trattati con radiazioni ionizzanti debbano riportare in etichetta la dicitura “irradiato”, accompagnata dall’indicazione della denominazione e dell’indirizzo dell’impianto che ha effettuato l’irraggiamento, e che ogni Stato membro debba effettuare controlli sui prodotti in fase di commercializzazione.

Ciascuno stato membro quindi, indipendentemente dalla circostanza che venga effettuato o meno il trattamento con radiazioni ionizzanti sul proprio territorio, si trova costretto, in base alle suddette disposizioni, ad affrontare la possibile immissione sul mercato interno di tutte le diverse tipologie di prodotti trattati negli altri Paesi europei e ad espletare i controlli su tali prodotti in fase di commercializzazione. Considerando inoltre che negli altri Paesi extracomunitari, in particolare negli Stati Uniti e nei Paesi asiatici, l’irraggiamento degli alimenti è indiscutibilmente più accettato e diffuso, l’Europa deve difendersi, non solo dai prodotti non conformi circolanti nel mercato interno, ma anche da quanto proviene dal resto del mondo.

Nell’ambito dei controlli, la direttiva stabilisce inoltre che i metodi di analisi, adottati per l’identificazione degli alimenti irradiati in fase di commercializzazione, devono essere conformi ai criteri di valutazione dei metodi di analisi riportati nelle relative direttive comunitarie, cioè devono essere valutati e validati e, ai fini del controllo ufficiale, applicati solo nei laboratori autorizzati.

Nel corso degli ultimi dieci anni il Comitato Europeo di Normalizzazione (CEN), in base ai dati sperimentali relativi ai metodi sottoposti a verifica da diversi laboratori internazionali e alla valutazione della conformità ai diversi criteri di validazione, ha standardizzato un numero sufficiente di metodi in grado di identificare un alimento irradiato (Tabella 2).

Tabella 2. Metodi per la rivelazione del trattamento con radiazioni ionizzanti standardizzati dal CEN

Riferimenti	Tipologie alimentari	Metodo
EN 1784:2003	Pollo, maiale e manzo, camembert, avocado, papaya e mango	Gasromatografia degli idrocarburi
EN 1785:2003	Pollo e maiale, uova	Gasromatografia /spettrometria di massa dei 2-alchilciclobutanoni
EN 1786:1996	Pollo, manzo, trote contenenti osso	Risonanza di spin elettronico dell'idrossiapatite
EN 1787:2000	Pistacchi, paprika, fragole	Risonanza di spin elettronico della cellulosa
EN 1788:2001	Erbe, spezie, gamberetti, patate, frutta e vegetali	Termoluminescenza
EN 13708/2001	Fichi, mango e papaya secchi, uvetta	Risonanza di spin elettronico degli zuccheri
EN 13783/2001	Erbe e spezie	Conta diretta su filtro in epifluorescenza/ conta in piastra (DEFT/APC)
EN 13784/2001	Vari tipi di carni, semi, frutta secca e spezie	DNA Comet Assay
EN 13751:2002	Erbe, spezie, molluschi e crostacei	Luminescenza stimolata otticamente
EN 14569: 2004	Pollo	Lisato di amebociti di <i>Limulus</i> / batteri gram negativi (LAL/GNB)

Un contributo alla ricerca in questo campo è stato fornito da ricercatori dell’ISS dei laboratori del Centro Nazionale per la Qualità degli Alimenti e per i Rischi Alimentari, del Dipartimento di Tecnologie e Salute e del Dipartimento di Ambiente e Connessa Prevenzione

Primaria, attraverso la partecipazione ai progetti europei e internazionali del BCR (*Community Bureau of Reference*) e dell'ADMIT (*Analytical Detection Methods for the Irradiation Treatment*). In Italia, le disposizioni riportate nelle direttive comunitarie, relative agli alimenti irradiati e loro ingredienti, sono state recepite con il DL.vo 30 gennaio 2001, n. 94 (6). In particolare, per quanto riguarda i controlli sugli alimenti irradiati in fase di commercializzazione, la normativa nazionale prevede che essi debbano essere effettuati dalle autorità sanitarie territorialmente competenti, così come predisposto dal DL.vo 3 marzo 1993, n. 123 (7) che disciplina il controllo ufficiale degli alimenti.

All'ISS è invece demandato il compito di indicare i metodi analitici atti a rilevare il trattamento con radiazioni ionizzanti e di fornire il supporto tecnico-scientifico ai laboratori deputati al controllo ufficiale. All'ISS, in base all'art. 1 della Legge n. 283 del 30 aprile 1962 (8), è inoltre affidato il compito delle analisi di revisione che si esplica attraverso l'esame del campione prelevato dalle strutture di vigilanza, qualora risulti non conforme alle normative vigenti.

1.2. Controlli

Dalla data di applicazione delle direttive comunitarie ad oggi, sulla Gazzetta Ufficiale delle Comunità Europee sono state pubblicate le relazioni della Commissione Europea relative ai risultati dei controlli, trasmessi annualmente da ciascuno Stato membro, effettuati sia sugli impianti di irraggiamento che sui prodotti in fase di commercializzazione. Il primo rapporto pubblicato dalla Comunità Europea nel 2002 (9) e relativo ai controlli effettuati nel periodo settembre 2000–dicembre 2001, indica che in Europa sono state irradiate circa 22000 tonnellate di alimenti, differentemente suddivise tra i Paesi che hanno effettuato il trattamento.

Tra gli alimenti irradiati, o loro ingredienti, un'alta percentuale è rappresentata dalle spezie, dalle erbe e dal pollame, seguiti dalle cosce di rana; una piccolissima percentuale di alimenti irradiati è costituita invece da gamberi, frutti essiccati e albume d'uovo (Figura 1).

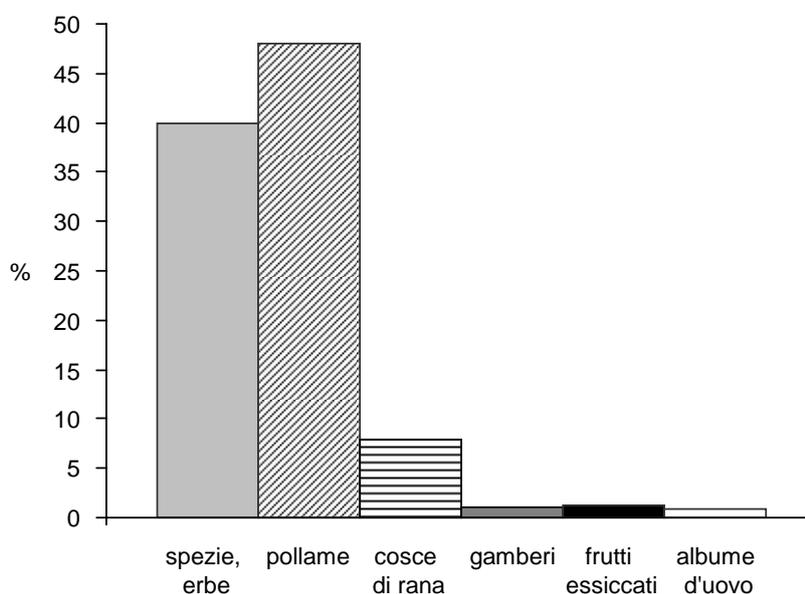


Figura 1. Tipologie di alimenti irradiati nell'UE nel 2001

Globalmente, nello stesso periodo sono stati sottoposti ad analisi circa 6500 campioni di alimenti, suddivisi tra otto Stati membri che hanno effettuato i controlli previsti dalla normativa. L'1,5% dei campioni analizzati è risultato irradiato ma non etichettato come tale: si tratta di erbe, spezie o alimenti che le contengono, cosce di rana, gamberi e gamberetti. La maggior parte dei campioni (1%) non conformi è rappresentata da alcuni integratori alimentari. Tale problema è stato evidenziato in particolare dal Regno Unito dove il 42% degli integratori a base di erbe presenti sul mercato è risultato irradiato.

Negli anni successivi (10-12), i dati riportati dalla Commissione indicano che non c'è stata una significativa variazione nel quantitativo di alimenti trattati con radiazioni ionizzanti, benché sia aumentato il numero degli impianti autorizzati nei diversi Paesi europei. Si è invece osservato un leggero e costante incremento della percentuale di alimenti trattati con radiazioni ionizzanti che al controllo sono risultati non correttamente etichettati. Da un valore dell'1,5%, relativo ai controlli effettuati nel 2001, si è, infatti, raggiunto un valore del 3,9% di campioni non conformi nel 2004. Si tratta sempre di erbe e spezie essiccate, integratori alimentari a base di erbe e, in percentuale minore, funghi e verdure essiccate, pesce e prodotti della pesca. Tale incremento è probabilmente da imputare al carattere più mirato del campionamento e al fatto che un numero sempre maggiore di Stati membri, nel corso di questi ultimi anni, ha effettuato i controlli previsti per legge.

Tra il 2002 e il 2004 alcuni Stati membri hanno deciso di concentrare i loro controlli in particolare nel settore degli integratori alimentari, data l'elevata percentuale (42%) di questi prodotti che nei controlli effettuati nel 2001 nel Regno Unito è risultata irradiata e priva di etichettatura.

Nel 2002 il Regno Unito, l'Irlanda, la Germania e i Paesi Bassi hanno evidenziato ancora un 30% di integratori irradiati e non correttamente etichettati. Nel 2003 tale percentuale si è abbassata al 16% fino ad arrivare al 14% di integratori irradiati e non etichettati individuati nel 2004. Ciò a dimostrazione che l'invito della Commissione ad indirizzare i controlli su questa categoria di prodotti ha avuto come conseguenza positiva una diminuzione di integratori alimentari presenti sul mercato europeo non conformi alla normativa.

L'Italia fino al 2004 non ha fornito alcun dato relativo al controllo degli alimenti irradiati, comunicando alla Commissione di non avere a disposizione le risorse necessarie per effettuare tali analisi. In ottemperanza al DL.vo 30 gennaio 2001, l'ISS ha indicato i metodi che le autorità sanitarie territorialmente competenti debbono utilizzare per l'identificazione degli alimenti irradiati.

Inoltre l'ISS ha organizzato un corso su tali metodiche, rivolto specificatamente al personale tecnico dei laboratori del Servizio Sanitario Nazionale (SNN) e pubblicato e inviato a tutti gli Assessorati alla Sanità un Rapporto in cui vengono descritte tutte le metodiche applicabili per il rilevamento del trattamento con radiazioni ionizzanti sugli alimenti (13).

Allo stato attuale risulta che solo alcuni laboratori del controllo ufficiale (Regione Lombardia: ASL di Milano, Como, Cremona, Lecco) si sono attivati per effettuare questo tipo di controlli e comunque limitandosi solo alle analisi di screening. Risulta altresì che l'Istituto Zooprofilattico della Puglia e Basilicata di Foggia sta implementando alcune metodiche da utilizzare per l'analisi di conferma.

Le motivazioni di questo ritardo sono da attribuire alle difficoltà che i laboratori del controllo ufficiale incontrano nella messa a punto dei metodi ufficiali che richiedono strumentazione complessa, costosa e gestita da personale altamente qualificato. Inoltre la situazione è complicata dal fatto che non esiste un metodo unico applicabile a tutte le matrici alimentari interessate, ma metodi diversi che possono essere applicati ciascuno a gruppi specifici di alimenti (come già riportato nella Tabella 2).

2. MONITORAGGIO DI ERBE E SPEZIE IRRADIAE ALL'IMPORTAZIONE

In mancanza di controlli, effettuati nel nostro Paese, sugli alimenti trattati con radiazioni ionizzanti e in base alla problematica messa in evidenza da alcuni Stati membri sulla presenza in commercio di integratori alimentari non conformi alla normativa vigente, l'ISS ha proposto un monitoraggio all'importazione di spezie ed erbe, comprese quelle utilizzate negli integratori alimentari, al fine di valutare il flusso di materie prime, sottoposte al trattamento con radiazioni ionizzanti, che entrano nel nostro Paese e non sono correttamente etichettate. La Direzione Generale della Sanità Veterinaria e degli Alimenti del Ministero della Salute, nell'ottica di disporre di dati sull'irradiato di erbe alimentari essiccate, comprese quelle utilizzate negli integratori e su spezie provenienti da Paesi terzi, ha concordato sull'opportunità dell'iniziativa e ha contattato a tale scopo tutti gli Uffici di Sanità Marittima, Aerea e di Frontiera (USMAF), presenti sul territorio nazionale.

Gli USMAF, attualmente 12, omogeneamente distribuiti su tutto il territorio nazionale, ognuno con precisi ambiti e relative unità territoriali, dipendono direttamente dal Ministero della Salute che esercita, per tramite di questi Uffici e per quanto riguarda gli aspetti sanitari, un controllo all'importazione da Paesi extracomunitari su tutte le partite dei prodotti di origine vegetale destinate all'alimentazione umana.

Gli USMAF sono stati invitati ufficialmente a partecipare all'indagine mediante l'invio di una lettera con allegato un documento tecnico dell'ISS, che descrive il programma e fornisce le modalità operative per la sua attuazione. In tale documento sono state riportate le tipologie di alimenti e/o ingredienti da sottoporre a campionamento e le modalità di prelievo, confezionamento, conservazione e invio dei campioni all'ISS, dove sono state effettuate le analisi per il rilevamento dell'eventuale trattamento con radiazioni ionizzanti.

2.1. Modalità di campionamento e analisi

Il campionamento delle matrici alimentari è stato effettuato dagli Uffici di Sanità Marittima, Aerea e di Frontiera che hanno aderito all'invito, secondo quanto riportato nel protocollo tecnico appositamente stilato dall'ISS. In particolare sono state seguite le seguenti modalità:

- *Matrici del campionamento*
Sono state selezionate erbe essiccate, comprese quelle utilizzate negli integratori alimentari, e spezie.
- *Campionamento*
Gli Uffici di Sanità Marittima, Aerea e di Frontiera del Ministero della Salute hanno provveduto a campionare a sondaggio le matrici alimentari sopra indicate provenienti da Paesi terzi, selezionate in modo da avere una campionatura comprendente diverse tipologie di erbe e spezie. Al fine di evitare che matrici identiche e di identica provenienza fossero campionate da uffici diversi, presso l'ISS è stato censito e reso disponibile per gli USMAF un elenco continuamente aggiornato dei campionamenti effettuati.

– *Prelievo*

È stato effettuato con il criterio della casualità prelevando possibilmente il campione dalla parte centrale del contenitore. Durante tutte le fasi del campionamento è stata posta attenzione nel limitare, il più possibile, l'esposizione diretta del campione alla luce solare o artificiale. Non è stato necessario effettuare il prelievo in asepsi.

– *Confezionamento*

Il campione finale, di circa 100 g complessivi, è stato confezionato in due buste di cartone o plastica non trasparente in modo da proteggerlo dalla luce.

– *Conservazione*

Il campione finale è stato conservato al riparo dalla luce solare e artificiale, a temperatura ambiente (non superiore a 50°C).

– *Indicazioni*

Per ogni campione sono state riportate le seguenti informazioni:

- codice identificativo;
- numero del verbale di prelievo;
- nome botanico della specie campionata;
- provenienza e origine;
- quantità complessiva della partita;
- data di scadenza del prodotto;
- nome e indirizzo dell'impresa cui il prodotto è destinato o della società importatrice.

Le analisi sono state effettuate applicando i metodi di identificazione di tipo fisico, descritti negli Standard Europei CEN, specifici per la tipologia dei prodotti in esame. In particolare, tutti i campioni sono stati sottoposti ad una prima analisi di screening mediante l'applicazione della tecnica di luminescenza fotostimolata (metodo EN 13751) (14). Successivamente, solo i campioni risultati non negativi allo screening sono stati sottoposti all'analisi di conferma mediante la tecnica di termoluminescenza (metodo EN 1788) (15). Entrambi i metodi si basano sulla misura della luce di luminescenza emessa dai minerali silicati presenti come contaminanti negli alimenti, erbe e spezie in questo caso. Tali minerali, che sono in grado di immagazzinare per lungo tempo l'energia depositata dalla radiazione ionizzante, rilasciano questa energia sotto forma di luce dopo stimolazione ottica (metodo EN 13751) o termica (metodo EN 1788). L'intensità della luce emessa è indicativa dello stato del campione (trattato con radiazioni ionizzanti o non trattato).

2.2. Metodo di screening: luminescenza fotostimolata

Le analisi di screening con il metodo basato sulla luminescenza fotostimolata (*PhotoStimulated Luminescence*, PSL) sono state effettuate con il lettore "SURRC PPSL System, dotato di software di acquisizione e prodotto dallo *Scottish Universities Environmental Research Centre* (Glasgow), seguendo la procedura indicata nel metodo EN 13751. Le misure PSL sono state effettuate direttamente sul prodotto tal quale, inserito nello strumento all'interno di una capsula Petri di dimensioni idonee all'apparato di lettura (50 mm di diametro, 20 mm di altezza). Le analisi di screening sui campioni sono state condotte in doppio, utilizzando per

ciascuna aliquota una quantità di prodotto, variabile a seconda del campione usato, ma tale da coprire interamente, con un sottile strato, il fondo della capsula. Tutte le operazioni di manipolazione dei campioni, preparazione delle aliquote da saggio e misura sono state eseguite in condizioni di semioscurità. La luce, artificiale o naturale, provoca, infatti, una rapida diminuzione del segnale PSL (*fading* ottico) che può modificare in modo significativo il risultato dell'analisi. Per evitare la contaminazione fra campioni trattati e non trattati (*cross contamination*) le operazioni relative alla preparazione delle aliquote da saggio sono state effettuate sotto cappa, utilizzando cucchiaini di plastica monouso.

Durante la misura PSL il campione viene stimolato con radiazione infrarossa: un ciclo di lettura prevede la stimolazione attraverso 60 impulsi della durata di 1 secondo ciascuno. Il risultato della misura è rappresentato dal grafico dell'intensità della luce di luminescenza in funzione del tempo e dal numero totale di conteggi registrati (conteggi/60 s). Quest'ultimo dato viene utilizzato come parametro indicativo dello stato del campione (trattato o non trattato) nelle analisi di screening basate su questa tecnica. In particolare, come indicato nel metodo EN 13751, in questa indagine sono stati utilizzati due valori di soglia, $T_1=700$ conteggi/60 s, che rappresenta il numero massimo di conteggi per campioni non trattati e $T_2=5000$ conteggi/60 s che è il numero minimo di conteggi per campioni trattati con radiazioni ionizzanti. L'esito di una misura PSL può essere uno dei seguenti:

- *esito negativo*: conteggi/60 s < T_1
- *esito intermedio*: T_1 < conteggi/60 s < T_2
- *esito positivo*: conteggi/60 s > T_2

In base al risultato della misura di screening la valutazione dello stato del campione è stata ottenuta secondo lo schema seguente (Tabella 3):

Tabella 3. Schema di classificazione sulla base dell'esito dello screening PSL

	Esito screening PSL		
	<i>negativo</i>	<i>intermedio</i>	<i>positivo</i>
Classificazione	Non irradiato	Possibilmente irradiato	Probabilmente irradiato

Come risulta evidente dalla Tabella 3, in caso di esito intermedio o positivo la classificazione del campione non è possibile, la tecnica fornisce solo un'indicazione che va confermata con ulteriori analisi, per esempio utilizzando il metodo basato sulla tecnica della termoluminescenza. Tale metodo è stato applicato nella presente indagine come metodo di conferma.

2.3. Metodo di conferma: termoluminescenza

Le misure di TermoLuminescenza (TL) sono state eseguite sui minerali estratti dai campioni seguendo la procedura di separazione descritta nel metodo EN 1788 (15). Durante una misura TL, infatti, il campione viene riscaldato fino a temperature che superano i 400°C, non è quindi possibile eseguire la lettura sul prodotto tal quale perché la presenza di materiale organico potrebbe dare origine, in seguito alla combustione, a luminescenza spuria. Per l'estrazione dei minerali è stata utilizzata una quantità di campione variabile a seconda del tipo di prodotto in esame. Erbe e spezie possono presentare, infatti, un diverso grado di contaminazione; il pepe ad

esempio, è conosciuto come una spezia “pulita” con un ridotto contenuto di silicati. Quantità comprese nell’intervallo 3-20 g sono state sufficienti per ottenere campioni di silicati adeguati da tutti i prodotti esaminati. La procedura di estrazione è stata condotta in due fasi. Durante la prima fase, di preconcentrazione, il campione è stato filtrato e sottoposto a numerosi risciacqui con acqua bidistillata. Il filtrato, contenente i silicati, è stato raccolto in un *beaker*. Eliminata la maggior parte dell’acqua insieme al materiale organico, i silicati rimasti in pochi ml di acqua sono stati sottoposti alla successiva fase di separazione per densità con una soluzione di sodio politungstato. Dopo ulteriori risciacqui con acqua, effettuati per eliminare il materiale organico residuo, la soluzione di sodio politungstato è stata allontanata avendo cura di lasciare i silicati sul fondo. Terminata l’ estrazione, i minerali sono stati raccolti in pochi ml di acetone e, infine, depositati su piattelli di acciaio inossidabile di dimensioni adatte all’alloggiamento del lettore TL. Per evidenziare l’eventuale contaminazione dovuta ai reattivi e alla vetreria, è stato preparato un bianco seguendo la stessa procedura adottata per i campioni.

Le misure sono state effettuate con un lettore TL della Harshaw (modello 3500) dotato di software per l’acquisizione, l’archiviazione e l’elaborazione dei dati. I parametri di misura adottati sono i seguenti:

- temperatura iniziale: 70°C
- rateo di riscaldamento: 6°C/s per 60 s
- temperatura finale: 430°C

Durante la misura TL è stata registrata l’intensità della luce di luminescenza emessa, in funzione del tempo di acquisizione. La successiva elaborazione dei dati, che tiene conto delle condizioni di misura e, in particolare, del rateo di crescita della temperatura, permette di ottenere la curva di luminescenza, o *glow curve*, che rappresenta il grafico dell’intensità della luce di termoluminescenza in funzione della temperatura di riscaldamento.

Seguendo la procedura descritta nel metodo EN 1788, l’analisi è stata condotta effettuando una prima lettura TL (Glow1) sui minerali estratti e una seconda lettura TL (Glow2) sugli stessi minerali ma dopo irradiazione alla dose di 1 kGy da ⁶⁰Co. La seconda lettura, di taratura, è necessaria per interpretare correttamente il risultato della prima, dal momento che la sensibilità del campione (che dipende dalla quantità e qualità dei minerali estratti) e, di conseguenza, l’intensità del segnale TL possono variare da aliquota ad aliquota oltre che da campione a campione e non permette quindi una misura assoluta della risposta TL.

Prima della lettura il campione è stato riscaldato in forno per qualche ora (2-3 h) per eliminare i contributi al segnale TL presenti a basse temperature, soprattutto nella Glow2. Durante il riscaldamento, l’irradiazione e la conservazione, il campione è stato mantenuto all’interno di un contenitore, realizzato in plastica, in grado di contenere più piattelli e dotato di coperchio per la protezione da luce e contaminanti.

In generale, campioni irradiati forniscono curve TL molto diverse da quelle dei campioni non irradiati, sia nella forma che nell’intensità. La *glow curve* ottenuta da silicati estratti da un campione trattato con radiazioni ionizzanti presenta normalmente un picco di emissione nella regione 150-250°C, non presente nei campioni non trattati, ed eventualmente un picco secondario, di minore intensità, nella regione delle temperature superiori a 250°C, dovuto al fondo naturale e osservabile anche nei campioni non trattati.

Per l’identificazione del campione come irradiato ci si è basati, pertanto, in accordo con quanto suggerito nel metodo EN 1788, sull’osservazione della Glow1 e sul confronto fra le intensità delle *glow curve* ottenute nelle due misure. In particolare, come indice del rapporto fra le intensità delle due curve, è stato utilizzato il rapporto G1/G2 fra gli integrali, calcolati nell’intervallo 150-250°C, delle curve Glow1 e Glow2 rispettivamente.

Sulla base di quanto discusso in precedenza, la classificazione del campione è stata ottenuta seguendo lo schema seguente:

- *Classificazione: campione irradiato*
 - a) rapporto $G1/G2 > 0,1$
 - b) presenza di un picco TL nella regione 150-250°C
- *Classificazione: campione non irradiato*
 - a) rapporto $G1/G2 < 0,1$
 - b) picco non presente nella regione 150-250°C
- *Classificazione: campione contenente uno o più ingredienti irradiati*
 - a) rapporto $G1/G2 < 0,1$
 - b) presenza di un picco TL nella regione 150-250°C.

L'analisi è stata ripetuta ogni volta che è stata osservata contaminazione del bianco, o in presenza di una quantità di minerali insufficienti (intensità della Glow2 paragonabile al minimo segnale rivelabile) o in eccesso (saturazione del segnale TL).

2.4. Risultati e discussione

Nel periodo luglio-ottobre 2005, gli USMAF che hanno aderito all'indagine hanno inviato all'ISS 52 campioni, rappresentati da diversi tipi di spezie, erbe essiccate ed estratti vegetali, ciascuno accompagnato dal verbale di prelevamento e dalle relative informazioni, così come era stato richiesto nel protocollo operativo.

Nella Figura 2 vengono evidenziati gli Uffici di Sanità Marittima, Aerea e di Frontiera che hanno effettuato il campionamento. Come si può notare, c'è stata un'ampia adesione all'invito del Ministero, considerando comunque che la partecipazione era volontaria. Gli Uffici principali coinvolti nell'indagine sono stati 10, ciascuno ha partecipato con le proprie unità territoriali distribuite uniformemente sul territorio nazionale e ciascuno in base ai volumi e alle tipologie delle merci in entrata presso i propri porti e aeroporti.

Il campionamento, effettuato selezionando le tipologie di alimenti specificatamente indicate nel protocollo, ha permesso di raccogliere una larga varietà di erbe e spezie provenienti da diversi Paesi extraeuropei.

Il 50% delle matrici campionate è costituito da spezie ed erbe aromatiche essiccate, quali pepe, origano, salvia, timo, peperoncino, rosmarino, cannella, ortica, semi di finocchio, cumino e anice.

Il restante 50% risulta costituito da erbe essiccate ed estratti vegetali quali tè, tè verde, *Artemisia dracunculus*, *Radix angelica*, *Garcinia cambogia*, *Glycine max*, *Echinacea purpurea*, *Silybum marianum*. che vengono utilizzati specificatamente nella preparazione degli integratori alimentari.

Per l'indagine è stato sottoposto ad analisi anche un integratore di tè "tonificante" costituito, così come riportato in etichetta, da 6 tipi di erbe diverse e confezionato in bustine di 1,5 g contenute a loro volta in scatole dal peso netto di 60 g. Tale prodotto rappresenta l'unico integratore alimentare campionato dagli USMAF.



Figura 2. USMAF presenti sul territorio nazionale suddivisi in Uffici principali e Unità territoriali (in riquadro quelli coinvolti nel campionamento)

Nella Tabella 4 vengono riportati gli USMAF che hanno effettuato il campionamento, la tipologia del prodotto campionato e la provenienza della partita di origine.

Tabella 4. Prodotti campionati con indicazione della provenienza e degli USMAF che hanno effettuato il campionamento

N. Id.	USMAF (Uffici Principali)	Prodotto	Provenienza
1	Bari	<i>Glycyrrhiza glabra</i>	Iran
2	Bari	<i>Artemisia dracunculus</i>	Iran
3	Bari	<i>Herba pilosellae</i>	Bulgaria
4	Bari	<i>Radix angelica</i>	Bulgaria
5	Bari	<i>Strobili lupulu</i>	Bulgaria
6	Bari	<i>Flores tiliae</i>	Bulgaria
7	Brindisi	Origano con stelo	Bulgaria
8	Genova	Scorza di arancia in polvere	Marocco
9	Genova	Timo	Marocco
10	Genova	Bulbi di giaggiolo	Marocco
11	Genova	<i>Salvia tribola</i>	Turchia
12	Genova	Origano	Turchia
13	Genova	Foglie di menta	Egitto
14	Genova	Cannella	Egitto
15	Genova	Cardamomo	Egitto
16	Genova	Semi di cumino	Egitto
17	Genova	Foglie di carcadè	Egitto
18	Genova	Curry	Egitto
19	Genova	Rosa rossa secca	Pakistan
20	Livorno	Origano tipo kekic	Turchia
21	Livorno	<i>Matricaria camomilla</i>	Egitto
22	Livorno	Menta	Egitto
23	Milano Malpensa	<i>Crocus sativus</i>	Iran
24	Milano Malpensa	<i>Glycine max</i> (estratto)	Cina
25	Milano Malpensa	<i>Cassia angustifolia</i> (estratto)	India
26	Milano Malpensa	<i>Andrographis panicolata</i> (estratto)	Cina
27	Milano Malpensa	<i>Garcinia cambogia</i> (estratto)	India
28	Milano Malpensa	Tè verde (estratto)	USA
29	Milano Malpensa	<i>Echinacea purpurea</i> (estratto)	USA
30	Milano Malpensa	<i>Silybum marianum</i> (estratto)	USA
31	Napoli	<i>Rosmarinus officinalis</i>	Tunisia
32	Napoli	Origano	Cile
33	Palermo	Semi di sesamo bianco	Etiopia
34	Palermo	Semi di papavero bianco	Turchia
35	Pescara	Semi di finocchio	Egitto
36	Pescara	Semi di anice	Siria
37	Pescara	Peperoncino rosso tritato	India
38	Roma Fiumicino	Integratore di tè (Tianshi antilipemic tea)	Cina
39	Roma Fiumicino	<i>Scutellaria baicalensis</i> (estratto)	Cina
40	Roma Fiumicino	<i>Evodia rutaecarpa</i> (estratto)	Cina
41	Venezia	Pepe nero in grani	Vietnam
42	Venezia	Fiori di Hibiscus	Egitto
43	Venezia	Menta piperita	Egitto
44	Venezia	Camomilla	Egitto
45	Venezia	Origano	Turchia
46	Venezia	<i>Curcuma longa</i>	India
47	Venezia	Pepe rosa in grani	Perù
48	Venezia	Tè verde	Sri Lanka
49	Venezia	Tè	Sri Lanka
50	Venezia	Pepe nero in grani	Malesia
51	Venezia	Camomilla setacciata	Croazia
52	Venezia	Ortica in polvere	Croazia

2.4.1. Analisi di screening

Le analisi di screening sono state condotte in doppio, per ogni prodotto sono state preparate, infatti, due aliquote da sottoporre a lettura PSL. Nella maggior parte dei campioni le due aliquote esaminate hanno fornito risposte concordi (entrambe positive, o negative o intermedie), fornendo per il campione in esame lo stesso esito. Per quattro prodotti, tuttavia, da una delle due aliquote è stato ottenuto un esito negativo e dall'altra intermedio. In questi casi, seguendo le indicazioni dello Standard EN 13751, per ogni campione sono state esaminate altre 4 aliquote ed è stato adottato come esito definitivo dello screening quello ottenuto dalle due aliquote, fra le quattro esaminate, con i conteggi più elevati. In Tabella 5 sono riportati i quattro prodotti che hanno presentato questa anomalia, i risultati ottenuti nelle prime due misure e l'esito definitivo dopo esame delle ulteriori quattro aliquote.

Tabella 5. Prodotti che hanno richiesto un supplemento di analisi in fase di screening

N. Id.	Prodotto	Esito preliminare (2 aliquote)	Esito definitivo (4 aliquote)
14	Cannella	Neg/Intermedio	Negativo
16	Semi di cumino	Neg/Intermedio	Intermedio
19	Rosa rossa secca	Neg/Intermedio	Negativo
28	Tè verde (estratto)	Neg/Intermedio	Intermedio

Per la maggior parte dei campioni analizzati (40 su 52), l'esito dello screening PSL è stato negativo. Tali prodotti sono stati classificati come “non irradiati” e non sono stati sottoposti ad ulteriori analisi. Tra i 12 campioni non negativi allo screening, soltanto 3 sono risultati positivi mentre la maggior parte, 9, hanno avuto esito intermedio, come indicato in Tabella 6.

In linea di principio, è possibile ottenere un esito intermedio sia da campioni trattati che da campioni non trattati. Il pepe, per esempio, è ben conosciuto come una spezia “pulita”, caratterizzata cioè, da un ridotto contenuto di minerali contaminanti e quindi da una bassa sensibilità (16).

Accanto al pepe “pulito”, esistono però esempi di erbe e spezie, quali il timo, il prezzemolo, la cayenna, con comportamento opposto, che sono note per la loro elevata sensibilità e che possono dare esito intermedio alla misura PSL anche se non trattate.

Un comportamento simile al pepe può essere osservato anche negli estratti vegetali, generalmente utilizzati come ingredienti per integratori a base di erbe, che hanno subito un processo di estrazione ed essiccazione a partire dalla materia prima vegetale. Una buona parte dei campioni della presente indagine, risultati intermedi allo screening PSL, appartiene a questa categoria.

È opportuno sottolineare come il numero di campioni risultati negativi all'analisi PSL possa essere stato determinato in eccesso a causa del possibile *fading* del segnale di luminescenza dovuto alle condizioni di conservazione ed esposizione alla luce del campione. Inoltre, prodotti molto puliti potrebbero dar luogo anch'essi a falsi negativi. Tuttavia, così come riportato nei test di validazione del metodo (14), nella presente indagine abbiamo considerato trascurabile l'incidenza dei falsi negativi e abbiamo sottoposto all'analisi di conferma solo i campioni risultati positivi o intermedi.

Tabella 6. Risultati dello screening PSL su tutti i prodotti campionati (in grassetto quelli risultati intermedi o positivi e quindi sottoposti a successiva conferma)

N. Id.	Prodotto	Esito PSL
1	<i>Glycyrrhiza glabra</i>	Negativo
2	<i>Artemisia dracunculus</i>	Negativo
3	<i>Herba pilosellae</i>	Negativo
4	Radix angelica	Intermedio
5	<i>Strobili lupulu</i>	Negativo
6	<i>Flores tiliae</i>	Negativo
7	Origano con stelo	Negativo
8	Scorza di arancia in polvere	Intermedio
9	Timo	Negativo
10	Bulbi di giaggiolo	Negativo
11	Salvia tribola	Negativo
12	Origano	Negativo
13	Foglie di menta	Negativo
14	Cannella	Negativo
15	Cardamomo	Negativo
16	Semi di cumino	Intermedio
17	Foglie di carcadè	Negativo
18	Curry	Negativo
19	Rosa rossa secca	Negativo
20	Origano tipo kekie	Negativo
21	<i>Matricaria camomilla</i>	Negativo
22	Menta	Negativo
23	<i>Crocus sativus</i>	Negativo
24	Glycine max (estratto)	Intermedio
25	<i>Cassia angustifolia (estratto)</i>	Negativo
26	<i>Andrographis panicolata (estratto)</i>	Negativo
27	<i>Garcinia cambogia (estratto)</i>	Negativo
28	Tè verde (estratto)	Intermedio
29	Echinacea purpurea (estratto)	Positivo
30	Silymarin (estratto di Silybum marianum)	Intermedio
31	<i>Rosmarinus officinalis</i>	Negativo
32	Origano	Negativo
33	Semi di sesamo bianco	Negativo
34	Semi di papavero bianco	Negativo
35	Semi di finocchio	Negativo
36	Semi di anice	Negativo
37	Peperoncino rosso tritato	Negativo
38	Integratore di tè (Tianshi antilipemic tea)	Positivo
39	<i>Scutellaria baicalensis (estratto)</i>	Negativo
40	Evodia rutaecarpa (estratto)	Intermedio
41	Pepe nero in grani	Negativo
42	Fiori di Hibiscus	Negativo
43	Menta piperita	Negativo
44	Camomilla	Negativo
45	Origano	Intermedio
46	Curcuma longa	Negativo
47	Pepe rosa in grani	Positivo
48	Tè verde	Negativo
49	Tè	Negativo
50	Pepe nero in grani	Negativo
51	Camomilla setacciata	Negativo
52	Ortica in polvere	Intermedio

2.4.2. Analisi di conferma

Sulla base dei risultati delle misure PSL, le analisi di conferma con la tecnica TL sono state eseguite sui tre campioni positivi allo screening e sui nove intermedi, riportati in Tabella 6. Le misure TL hanno confermato come irradiati tutti e tre i campioni risultati positivi allo screening, cioè l'integratore di tè (Tianshi antilipemic tea), l'estratto di *Echinacea purpurea* e il pepe rosa in grani. Tra i campioni risultati intermedi allo screening soltanto due, l'estratto di *Evodia rutaecarpa* e di *Silybum marianum*, sono stati classificati come irradiati all'analisi di conferma. I risultati delle misure TL sono mostrati in Tabella 7 dove è indicato anche l'esito dello screening.

Tabella 7. Risultati delle misure dell'analisi di conferma TL con relativo esito finale dei prodotti risultati non negativi allo screening PSL (in grassetto quelli risultati irradiati)

N. Id.	Prodotto	Esito screening	G1/G2	Glow1	Esito conferma
4	<i>Radix angelica</i>	Intermedio	0,001	Picco non presente	Non irradiato
8	Scorza di arancia in polvere	Intermedio	0,004	Picco non presente	Non irradiato
16	Semi di cumino	Intermedio	0,001	Picco non presente	Non irradiato
38	Integratore di tè	Positivo	3,399	Picco a 217°C	Irradiato
40	<i>Evodia rutaecarpa</i> (estratto)	Intermedio	0,544	Picco a 214°C	Irradiato
24	<i>Glycine max</i> (estratto)	Intermedio	0,005	Picco non presente	Non irradiato
28	Tè verde (estratto)	Intermedio	0,002	Picco non presente	Non irradiato
29	<i>Echinacea purpurea</i> (estratto)	Positivo	1,055	Picco a 223°C	Irradiato
30	<i>Silybum marianum</i> (estratto)	Intermedio	1,117	Picco a 227°C	Irradiato
45	Origano	Intermedio	0,001	Picco non presente	Non irradiato
47	Pepe rosa in grani	Positivo	2,036	Picco a 230°C	Irradiato
52	Ortica in polvere	Intermedio	0,002	Picco non presente	Non irradiato

Nelle Figure 3-5 sono riportate le *glow curve* ottenute dall'integratore di tè (Tianshi antilipemic tea), dall'estratto di *Echinacea purpurea* e dal pepe rosa in grani, risultati positivi allo screening.

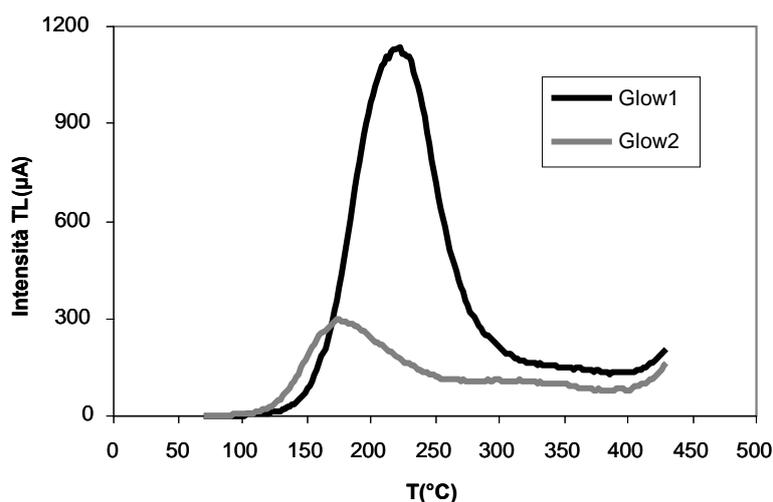


Figura 3. Glow curve dell'integratore di tè

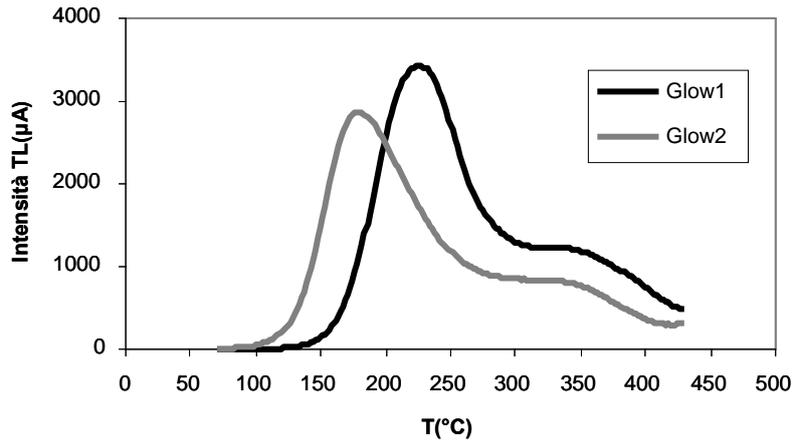


Figura 4. Glow curve dell'estratto di *Echinacea purpurea*

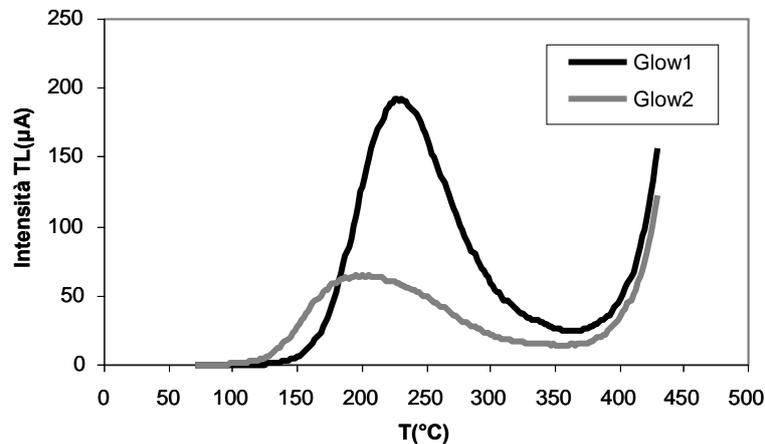


Figura 5. Glow curve del pepe rosa in grani

Come si vede, in tutti i casi, in entrambe le curve è ben visibile il picco TL principale, localizzato nella regione 150-250°C, che è quello cui si fa riferimento per identificare i campioni trattati. Nelle curve dell'*Echinacea* e, in misura minore, in quelle dell'integratore di tè, è riconoscibile anche un picco secondario, nella regione $T > 300^\circ\text{C}$. Quest'ultimo picco è presente, con intensità molto ridotta, anche nei campioni non trattati, dove rappresenta il segnale residuo dovuto al fondo naturale (cfr. Figura 10). L'intensità relativa delle due glow curve, misurata dal rapporto $G1/G2$, risulta diversa per i tre prodotti dipendendo dalla dose impartita durante il trattamento, dal tempo trascorso fra il trattamento e l'indagine e dalle modalità di stoccaggio. Oltre che nell'intensità, le due curve (Glow1 e Glow2) differiscono anche nella posizione del picco principale che, nella Glow1, a causa del *fading* termico, attivo anche a temperatura ambiente, risulta spostato verso le temperature più elevate in tutti i campioni esaminati. L'entità di tale spostamento, che appare pressoché la stessa per tutti i prodotti, circa

40°C, dipende dal tempo trascorso tra il trattamento e la misura e dalle condizioni di conservazione.

Le Figure 6-8 riportano le *glow curve* ottenute dai due campioni con esito intermedio allo screening PSL, l'estratto di *Evodia rutaecarpa* e di *Silybum marianum*. Come si vede confrontando le scale delle ordinate, dove è riportata l'intensità TL, in entrambi i casi, ma in modo più evidente nell'*Evodia*, il segnale TL registrato nella Glow2 risulta molto meno intenso rispetto a quello dei tre campioni in precedenza discussi. Questo conferma l'ipotesi, già avanzata, che si tratti di campioni caratterizzati da una ridotta sensibilità: si tratta infatti di estratti vegetali che, durante la fase di estrazione, vengono parzialmente "puliti" e presentano quindi un basso livello di contaminazione in minerali. Per questo motivo, nel caso dell'estratto di *Evodia*, è stata ripetuta l'estrazione di una seconda aliquota, partendo da una quantità maggiore di campione. In Figura 7 la seconda aliquota (aliquota B) dell'estratto di *Evodia rutaecarpa* mostra una Glow1 tipica di un prodotto trattato, ma con un'intensità molto ridotta rispetto alla Glow2. Il rapporto $G1/G2 > 0,1$, consente, tuttavia, di escludere l'ipotesi di miscela contenente soltanto una parte di prodotto irradiato.

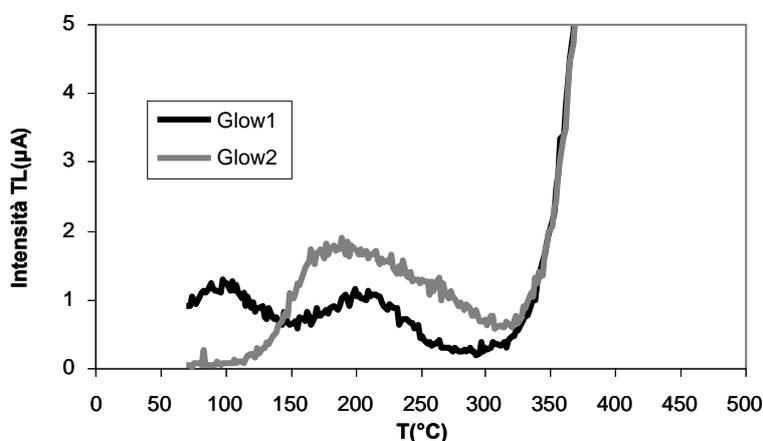


Figura 6. *Glow curve* dell'estratto di *Evodia rutaecarpa* – aliquota A

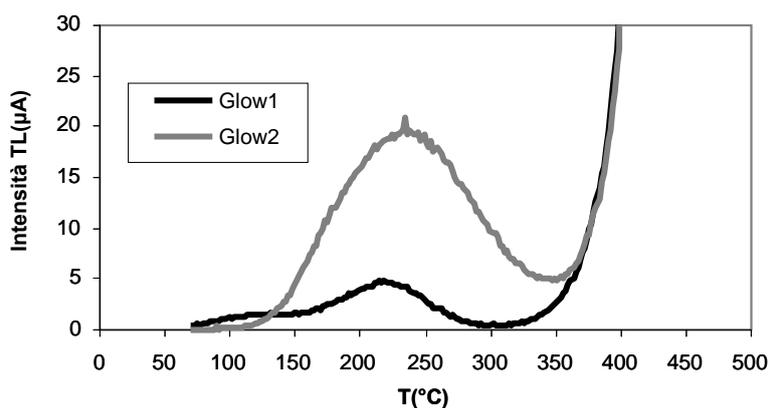


Figura 7. *Glow curve* dell'estratto di *Evodia rutaecarpa* – aliquota B

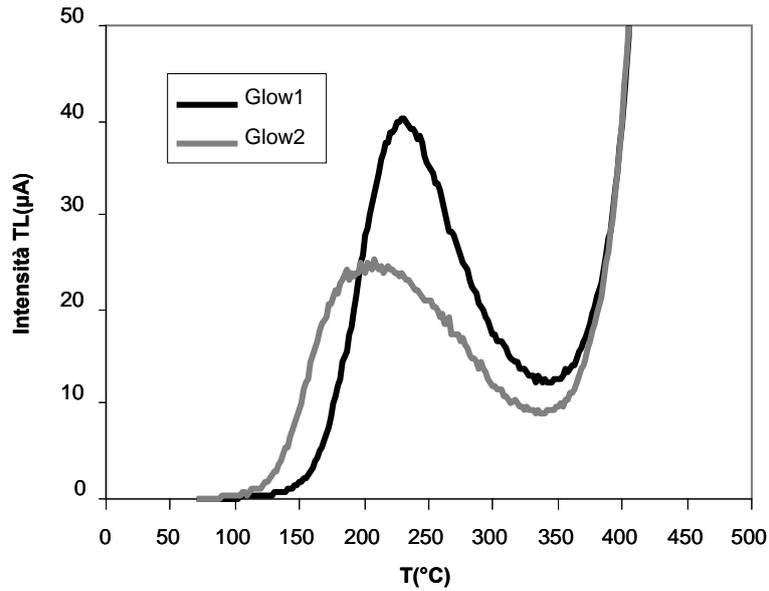


Figura 8. *Glow curve* dell'estratto di *Silybum marianum*

Sette dei nove campioni con esito intermedio all'analisi di screening sono risultati non trattati. In questi casi le *glow curve* ottenute hanno avuto un comportamento simile. Nella Figura 9 sono riportate, a titolo di esempio, le curve TL ottenute con l'estratto di soia (*Glycine max*) classificato come non trattato. Come è tipico per campioni non trattati, la Glow1 non presenta alcun segnale nella regione di interesse 150-250°C. Nella visione a scala espansa mostrata in Figura 10, è possibile riconoscere il picco a temperature >300°C dovuto al fondo naturale.

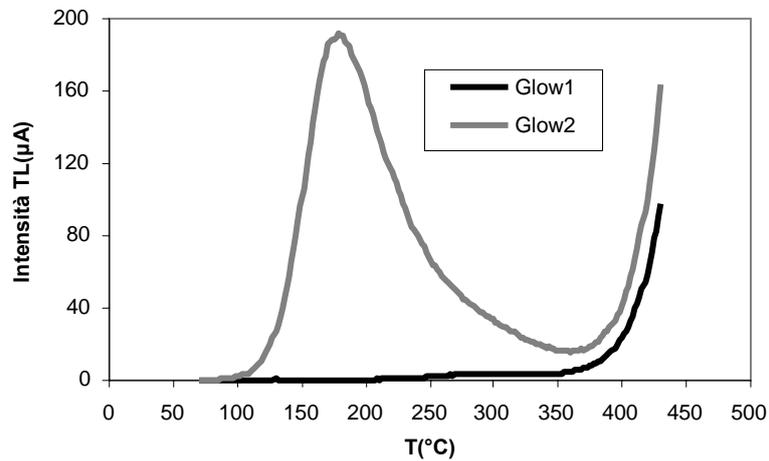


Figura 9. *Glow curve* dell'estratto di *Glycine max*

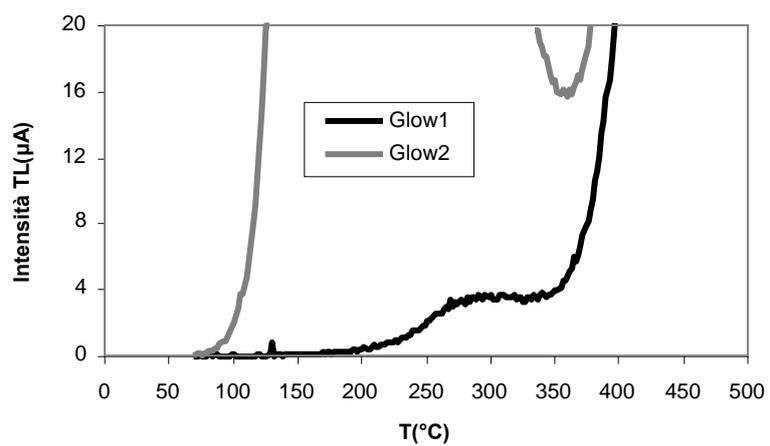


Figura 10. Dettaglio della glow curve di *Glycine max* a scala espansa che mostra il picco a circa 300°C

CONCLUSIONI

L'indagine su erbe e spezie irradiate, concordata con il Ministero della Salute, ha portato al campionamento, nel periodo luglio-ottobre 2005, di 52 partite comprendenti diversi tipi di spezie, erbe essiccate ed estratti vegetali. Gli USMAF che hanno aderito all'invito hanno svolto con perizia e sollecitudine il campionamento, selezionando le tipologie di alimenti specificatamente indicate nel protocollo.

Il campionamento, comprendente una larga varietà di erbe e spezie provenienti da diversi Paesi extraeuropei, si è dimostrato idoneo ad evidenziare l'ingresso nel nostro territorio di materie prime sottoposte al trattamento con radiazioni ionizzanti ma non correttamente etichettate.

I campioni inviati in ISS sono stati sottoposti ad analisi con le tecniche di luminescenza fotostimolata, per lo screening, e di termoluminescenza, per la conferma, secondo i metodi standardizzati a livello europeo dal CEN (EN 13751, EN 1788). Il metodo di screening ha permesso di escludere dalla successiva analisi di conferma il 77% delle matrici campionate. Tra i 12 campioni risultati non negativi allo screening, soltanto 5 sono stati confermati come irradiati dalle analisi effettuate con la termoluminescenza. In definitiva il 10% di tutti i prodotti analizzati è risultato trattato con radiazioni ionizzanti.

Oltre al pepe rosa proveniente dal Perù, unica spezia risultata trattata, i campioni positivi sono un integratore di tè, proveniente dalla Cina, e tre estratti vegetali, importati dagli USA. Contrariamente a quanto previsto dalla normativa vigente per i prodotti d'importazione, nessuno dei campioni irradiati era accompagnato da un documento che ne attestasse il trattamento.

Nel caso del pepe rosa, la non conformità è dovuta alla mancata dichiarazione, nel documento di importazione, dell'avvenuto trattamento. Tale mancanza, oltre a ledere il diritto del consumatore alla scelta informata, impedisce la rintracciabilità del prodotto e non consente di accertare l'idoneità dell'impianto e la qualità del processo produttivo.

Nel caso, invece, dell'integratore di tè e degli estratti vegetali risultati irradiati nella presente indagine, la non conformità è dovuta, non solo alla mancata dichiarazione, ma anche all'applicazione del trattamento stesso, non autorizzato in alcun Paese della comunità europea per questo tipo di prodotti.

Nella presente indagine, il campionamento effettuato all'importazione ha permesso di individuare direttamente le materie prime irradiate che vengono poi utilizzate nella produzione dei prodotti alimentari. I risultati ottenuti suggeriscono la possibilità che anche nel nostro Paese, in analogia con quanto già rilevato in altri Paesi dell'UE, siano presenti in commercio erbe, spezie e integratori a base di erbe non conformi alla vigente legislazione relativa al trattamento con radiazioni ionizzanti. Anche se i risultati dell'indagine non evidenziano alcun problema legato alla sicurezza alimentare, è auspicabile che anche in Italia, così come richiesto dalla legislazione attuale e sollecitato dalla Commissione delle Comunità Europee, vengano effettuati controlli sui prodotti in fase di commercializzazione. L'indagine condotta da questo Istituto, può costituire un riferimento per programmare, da parte degli organi preposti al controllo ufficiale degli alimenti, ulteriori e più mirate indagini.

BIBLIOGRAFIA

1. Unione Europea. Direttiva 1999/2/CE del Parlamento Europeo e del Consiglio del 22 febbraio 1999 relativa al ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri concernenti gli alimenti e i loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti. *Gazzetta Ufficiale delle Comunità europee* n. L 66/16 del 13 marzo 1999.
2. Unione Europea. Direttiva 1999/3/CE del Parlamento Europeo e del Consiglio del 22 febbraio 1999 che stabilisce un elenco comunitario degli alimenti e i loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti. *Gazzetta Ufficiale delle Comunità europee* n. L 66/24 del 13 marzo 1999.
3. Italia. Decreto Ministeriale 30 agosto 1973. Autorizzazione al trattamento mediante radiazioni gamma, a scopo anti-germogliativo di patate, cipolle ed aglio. *Gazzetta Ufficiale* n. 254, 1° ottobre 1973.
4. Italia. Decreto Ministeriale 18 luglio 1996, n. 454. Regolamento riguardante il trattamento con radiazioni ionizzanti di erbe aromatiche essiccate, spezie e condimenti a base di erbe aromatiche essiccate e di spezie. *Gazzetta Ufficiale* n. 204, 31 agosto 1996.
5. Unione Europea. List of Member State's authorization of foods and ingredients which may be treated with ionising radiation. *Official J. EC.* 2002/C 174/03.
6. Italia. Decreto legislativo 30 gennaio 2001, n. 94. Attuazione delle direttive 1999/2/CE e 1999/3/CE concernenti gli alimenti e i loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti. *Gazzetta Ufficiale* n. 79, supplemento ordinario, 4 aprile 2001.
7. Italia. Decreto legislativo 3 marzo 1993, n. 123. Attuazione della direttiva 89/397/CEE relativa al controllo ufficiale microbiologico dei prodotti alimentari (1). *Gazzetta Ufficiale* n. 97, 27 aprile 1993.
8. Italia. Legge 30 aprile 1962, n. 283. Disciplina igienica della produzione e della vendita delle sostanze alimentari e delle bevande. *Gazzetta Ufficiale* n. 139, 4 giugno 1962.
9. Relazione della Commissione delle Comunità Europee relativa al trattamento mediante irradiazione degli alimenti nel periodo da settembre 2000 a dicembre 2001 (2002/C 255/02) *Gazzetta Ufficiale delle Comunità europee* C 255/2 del 23 ottobre 2002.
10. Relazione della Commissione delle Comunità Europee relativa all'irradiazione degli alimenti nell'anno 2002. Bruxelles, 25.2.2004 COM(2004) 69 definitivo.
11. Relazione della Commissione delle Comunità Europee relativa all'irradiazione degli alimenti nell'anno 2003. (2006/C 230/07) *Gazzetta Ufficiale delle Comunità europee* C 230/12 del 23 settembre 2006.
12. Relazione della Commissione delle Comunità Europee relativa all'irradiazione degli alimenti nell'anno 2004. (2006/C 230/08) *Gazzetta Ufficiale delle Comunità europee* C 230/28 del 23 settembre 2006.
13. Boniglia C, Onori S, Saponi O (Ed.). *Trattamento degli alimenti con radiazioni ionizzanti*. Roma: Istituto Superiore di Sanità; 2004. (Rapporti ISTISAN 04/21).
14. European Standard EN 13751. *Foodstuffs-Detection of irradiated food using photostimulated luminescence*. Brussels: European Committee for Standardization; 2003.
15. European Standard EN 1788. *Foodstuffs-Thermoluminescence detection of irradiated food from which silicate minerals can be isolated*. Brussels: European Committee for Standardization; 2001.
16. Sanderson DCW, Carmichael LA, Fisk S. Photostimulated luminescence detection of irradiated herbs, spices, and seasonings: international interlaboratory trial. *Journal of AOAC International* 2003; 86:990-7.

*La riproduzione parziale o totale dei Rapporti e Congressi ISTISAN
deve essere preventivamente autorizzata.
Le richieste possono essere inviate a: pubblicazioni@iss.it.*

*Stampato da Litografia Chicca di Fausto Chicca
Via di Villa Braschi 143, 00019 Tivoli (Roma)*

Roma, marzo 2007 (n. 1) 3° Suppl.