

Il nuovo Regolamento UE 1322 sui tenori massimi di 3-MCPD, relativi esteri e glicidil esteri degli acidi grassi

**Silvia TAGLIABUE
Daniela BAGLIO**

INNOVHUB-SSI
Area Oli e Grassi
Via Giuseppe Colombo, 79
20133 Milano, Italy

3-MCPD, 2-MCPD, their fatty acid esters and glycidol esters are process contaminants that form during high temperature operations on cereal products and during the refining process of oils and fats, particularly in the deodorizing phase.

In 2016, EFSA published an opinion on the risks to human health related to the presence of 3 and 2-MCPD and their fatty acid esters and glycidol esters in food. These compounds, during digestion, are completely converted into their free forms. Where highlighted are the opinions of health concerns, in particular for glycidol, because it was found to be genotoxic and carcinogenic. In 2018, EFSA published an update on the risk assessment of 3-MCPD and in particular highlighted to the kidneys and male fertility potential risks. The same Agency has considered the levels of consumption of 3-MCPD through nutrition to be risk-free for most consumers, while it believes there may be a potential health problem for high consumers of the younger age groups.

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 esistere un potenziale problema di salute per i forti consumatori delle fasce di età più giovani.

INTRODUZIONE

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.

La nuova normativa entrerà in vigore da gennaio 2021.

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

*CORRISPONDENZA AUTORE:
E-mail: silvia.tagliabue@mi.camcom.it*

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

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 — (*****)
	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 (*****)



Figura 1 - Strumentazione utilizzata dal laboratorio per le analisi dei contaminanti

MATERIALI E METODI

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.

METODI

Per la determinazione di 3-MCPD, 2-MCPD e loro esteri e gli esteri del glicidolo GC-MS abbiamo applicato il metodo AOCS Cd 29b-13, impiegando la 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 (Fig. 1).

L'estrazione della sostanza grassa da biscotti, me-

Tabella II - Studio di ripetibilità del metodo di analisi

	Glicidolo (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 III - Concentrazioni di 3-, 2-MCPD e Glicidolo in oli vegetali e animali

Campioni	Glicidolo (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 Karité 1	3,44	0,18	0,74
Burro di Karité 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

rendine e creme alla nocciola è stata eseguita impiegando un estrattore sotto pressione, utilizzando come solvente metil-terbutiletere e operando a 50°C. La sostanza grassa estratta è stata sottoposta ad analisi secondo metodo AOCS Cd 29b-13.

MATERIALI

Sono stati impiegati i reagenti, soluzioni standard e solventi richiesti dal metodo AOCS Cd 29b-13.

Per lo studio di ripetibilità è stato utilizzato un campione di olio di palma, mentre per la verifica dell'applicazione del metodo su matrici diverse sono stati utilizzati oli e grassi vegetali e animali di diversa origine, biscotti, merendine e creme alla nocciola.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Nella Tabella II 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%).

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 karité e oli di origine animale, quali olio di pesce.

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

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. Nella Tabella IV si riportano i risultati ottenuti.

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 ha consentito 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.

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

Campioni	Glicidolo (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