IL CAMPIONAMENTO

Tra problematiche applicative delle norme e strumentazioni ad-hoc





Cometec è una Società di controlli, operante nel settore delle commodities da più di 30 anni con numerose sedi operative dirette dall'Ufficio centrale italiano.





Cosa facciamo?

I SURVEYOR...

Verifichiamo e giudichiamo la qualità delle merci per conto dei nostri Clienti



Seguendo i regolamenti e le nostre esperienze adattando il tutto alle situazioni



... Ma pecore nere ... Perché ci assumiamo la responsabilità degli eventuali errori che possano compromettere la qualità della merce ed il loro valore commerciale



... TOPIC TODAY!





La produzione agricola italiana non riesce a soddisfare alla crescente domanda interna, tanto che l'import di materie prime ha ormai superato il 50% del nostro fabbisogno

Molte di queste commodities arrivano nei Porti italiani, dove le Autorità effettuano attenti controlli,



ed i regolamenti e le linee guida per il corretto campionamento sono ben note ed adottate da tutti gli operatori nazionali.



Da qualche anno, però, stanno sempre più crescendo i quantitativi in arrivo su rotaia da Paesi dell'Est Europa come,



Ungheria, Romania, Croazia, Repubblica Ceca, Slovacchia e Serbia

che sfuggono più facilmente ai controlli Ufficiali.



Per questi traffici, i contratti commerciali, prevedono controlli al carico essendo la qualità della merce «final at loading» con prelievo dei campioni effettuato dalla merce caricata sul vagone.



Gli importatori italiani, nominano, a loro spese ed a tutela dei propri interessi, il surveyor, sul quale ricadono tutte le responsabilità in caso di problematiche qualitative riscontrate all'arrivo della merce in Italia.



Qui sotto riportati i dati relativi all'importazioni di cereali 2018, da questi Paesi (dati ANACER e Cometec Group) con un totale che sfiora i

4 milioni di tonnellate di cui l'80% via rotaia/gomma



q.tà = tonn.	ANNO 2018	Principali provenienze	
GRANO TENERO	5.547.033	Ungheria	993.928
GRAING TENERO	3.547.033	Francia	832.344
		Bulgaria	655.530
		Austria	483.160
		Romania	415,556
	1	Croazia	315.090
		Ucraina	284.907
		Moldavia	274.084
		Slovenia	271.323
		Stati Uniti	270.705
		Germania	243.674
		Canada	148.576
		Rep.Ceca	93.253
GRANO DURO	1.789.445	Francia	559.242
		Kazakhstan	270.513
		Canada	219.764
		Stati Uniti	167.292
		Australia	162.855
		Grecia	151.300
		Russia	67.062
		Austria	30.607
MAIS	5.744.460	Ucraina	1.844.527
		Ungheria	1.229.655
	1	Romania	606.733
		Austria	379.977
		Slovenia	351.204
		Croazia	333.483
		Francia	328.234
		Moldavia	230.545
		Sud Africa	145.816
		Canada	113.665
ORZO	575.207	Ungheria	175.566
		Francia	157.502
		Austria	81.563
		Germania	65.204
		Slovenia	18.852
		Croazia	16.572
ATTENTA	20 414		10.050

TRAFFICO SERBIA/ ITALIA				
MERCE	2018			
CORN	159750			
WHEAT	190809			
SB	2299			
SFS	3360			
SFS M	108367			
RAPESEED	1015			
	465600			



Per la merce trasportata su rotaia non è semplice applicare le Norme per i campionamenti

e le cause sono molteplici :

Poca conoscenza dei regolamenti da parte degli operatori stranieri, sia da un punto di vista pratico che sanitario che di sicurezza sul lavoro, pur essendo parte della Comunità Europea; cause strutturali, come l'utilizzo di magazzini fatiscenti, senza elettricità ed acqua, impianti di carico/scarico obsoleti e non manutentati, le cattive condizioni igieniche delle strutture, causa spesso di contaminazioni crociate.



Per la merce trasportata su rotaia non è semplice applicare le Norme per i campionamenti

e le cause sono molteplici :

Poca conoscenza dei regolamenti da parte degli operatori stranieri, sia da un punto di vista pratico che sanitario che di sicurezza sul lavoro, pur essendo parte della Comunità Europea; cause strutturali, come l'utilizzo di magazzini fatiscenti, senza elettricità ed acqua, impianti di carico/scarico obsoleti e non manutentati, le cattive condizioni igieniche delle strutture, causa spesso di contaminazioni crociate.



Considerando le clausole contrattuali e le strutture dove andiamo ad operare, il campionamento che possiamo effettuare è quello STATICO.

Qui di seguito alcuni estratti dei vari regolamenti che trattano questi tipo di campionamento :

Sampling Rules No.124



Effective for contracts dated from 1st September 2018

Prelievi dal vagone ...
Con sonda....

4.6 Contracts for Road and Rail Transport

Where grain samples are required to be taken from wagons or vehicles at loading, the increment samples shall be taken by spear from the required number of sampling points from each wagon or vehicle. For wagons or vehicles weighing up to 15 tonnes from 5 sampling points, for 16-30 tonnes from 8 sampling points and for over 30 tonnes 11 sampling points. As an alternative samples of grains can also be taken from a moving stream. Where feedingstuffs samples are required to be taken from wagons or vehicles at loading, the increment samples shall be drawn by hand scoop or by other mutually agreed equipment, from the moving stream at the outlet of the filling hopper. At discharge grain and feedingstuffs increment samples shall be drawn by hand scoop, or by any mutually agreed equipment, from the moving stream at the outlet(s) of the wagons or vehicles.

Per i vagoni 11 prelievi di campioni elementari.



REGOLAMENTO (UE) N. 519/2014 DELLA COMMISSIONE

del 16 maggio 2014

che modifica il regolamento (CE) n. 401/2006 per quanto riguarda i metodi di campionamento per le grandi partite, per le spezie e gli integratori alimentari, i criteri di rendimento per le tossine T-2 e HT-2 e per la citrinina, nonché i metodi di analisi di screening

(Testo rilevante ai fini del SEE)

(2) Il campionamento contribuisce in maniera cruciale alla precisione della determinazione dei tenori di micotossine, distribuite in modo eterogeneo in una partita. Occorre quindi fissare i criteri che i metodi di campionamento devono soddisfare.

Rea.to EU 401/2006

B.2. Riepilogo del metodo di campionamento per i cereali e i prodotti derivati

Tabella 1

Suddivisione delle partite in sottopartite in funzione del prodotto e del peso della partita

Prodotto	Peso della partita (t)	Peso o numero delle sottopar- tite	Numero di campioni ele- mentari	Peso del cam- pione globale (kg)
Cereali e prodotti derivati	≥ 1 500	500 t	100	10
	> 300 e < 1 500	3 sottopartite	100	10
	≥ 50 e ≤ 300	100 t	100	10
	< 50	_	3-100 (*)	1-10

^(*) In funzione del peso della partita — cfr. tabella 2.



Non abbiamo troppe indicazioni

INTERNATIONAL STANDARD ISO 24333

Cereals and cereal products — Sampling

Céréales et produits céréaliers - Échantillonnage

REGOLAMENTO (UE) N. 691/2013 DELLA COMMISSIONE

del 19 luglio 2013

che modifica il regolamento (CE) n. 152/2009 per quanto riguarda i metodi di campionamento e di analisi

L 197/4		IT Gazzetta ufficiale dell'Unione europea	20.7.2013
	÷.2.1.2.	STRUMENTI Gli strumenti utilizzati per il campionamento sono realizzati con materiali che non possono contaminare i prodotti da campionare. Se destinati ad essere riutilizzati varie volte, gli strumenti sono di agevole pulizia, per evitare una contaminazione crociata. Strumenti raccomandati per il prelievo di campioni di alimenti solidi per animali Campionamento manuale Pala a fondo piatto e a bordi laterali verticali Sonda a lungo setto o a partizioni. Le dimensioni della sonda sono adeguate alle caratteristiche della partita campionata (profondità del recipiente, misure del sacco ecc.) e alla dimensione delle particelle costituenti l'alimento. Se la sonda presenta diverse aperture per fare sì che il campione sia prelevato in diversi punti lungo la sonda, le aperture sono separate da compartimenti o scalate in sequenza.	

5.2.3 Sampling of static bulk products

For static sampling, the means and methods of taking samples shall take into account the height of the product to be sampled.

Up to a depth of 2 m, manual probes can be used. Up to a depth of 2,5 m, mechanical sampling devices can be used if the principle of sampling according to which they function does not create any segregation at the probe tube intake and does not cause damage to the grains. Otherwise, if the height of the product exceeds 2.5 m, only suction sampling devices shall be used.

Sample lots of bulk grain which are more than 9 m deep when they are flowing.

The lot should be sampled over its entire depth using a grid method (see Figures 1 and 2).

In the current state-of-the-art, the sampling probes used for grain are not correctly adapted to the powdery nature of flours.

Quali ??

E come le facciamo funzionare senza elettricità??

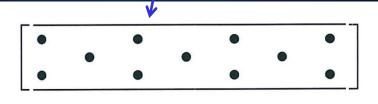


ISO 24333:2009(E)

Table 2 — Sampling procedure to obtain the minimum mass of laboratory sample for static grain

Sampling of static bulk grain (mechanical sampling systems recommended) in trailers or lorries, wagons, ships or bulk tankers, silos or warehouses Size of lot or sub-lot Range of mass of Minimum number of Minimum mass of Minimum mass of increments^b incrementa laboratory sample laboratory sample for contaminants for other analyses 3 sampling points *m* ≤15 t 15 < m ≤30 t 8 sampling points For ochratoxin A and 11 sampling points 30 < *m* ≤45 t aflatoxins: 10 kg 15 sampling points 1 kg to 3 kg according 45 < m ≤100 t For pesticides, heavy 400 g to 3 000 g to the analytical metals, dioxins: 1 kg 100 < m ≤300 t 18 sampling points requirements For other 300 < m ≤500 t 20 sampling points contaminantsc: 3 kg 500 < m ≤1 500 t 25 sampling points Per lot or sub-lot of 1 500 t 25 sambling points

Schema di campionamento vagoni



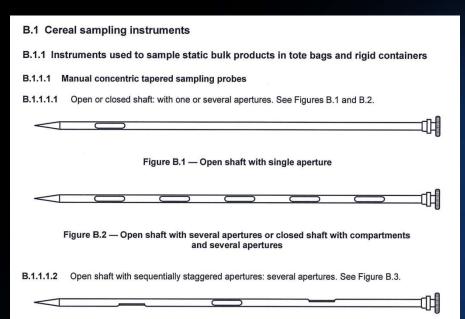


a If taken mechanically, the mass of the sample can be appropriate to the equipment.

b For grain bulks of great depth, a sample taken every 2 n over a sampling height corresponds to one increment. Repeat the procedure as many times as necessary.

Other contaminants like DON, fumonisins, zearalenone; for the determination of DON, the mass of laboratory sample can be 1 kg.

Strumenti



Non abbiamo dettagli tecnici





COSA CI DICONO I REGOLAMENTI ???

- IL NUMERO DELLE SOTTOPARTITE
- IL NUMERO DEI CAMPIONI ELEMENTARI
- IL NUMERO DEI CAMPIONI GLOBALI
- IL PESO DEI CAMPIONI GLOBALI E DA LABORATORIO

Poi ???



QUANTI CAMPIONI PRELEVARE LO SAPPIAMO, MA CON QUALI STRUMENTAZIONI ???

In commercio si trovano sonde manuali di varie lunghezze – 1,50, 1,80, 2,00 mt. che non consentono di campionare in un'unica attività tutta la partita, avendo i vagoni un'altezza di 3 mt ca. Sarebbero, quindi, necessari diversi interventi durante la caricazione, a metà carico e a fine carico di ciascun vagone.

Questo rallenta le operazioni di carico con problemi logistici per ritardi nelle partenze e successive perdite delle tracce ferroviarie. Costi che nessun operatore vuol sostenere.





Il campionamento gioca un ruolo fondamentale nelle analisi e, considerando le nostre responsabilità di fronte ad eventuali problematiche qualitative, dobbiamo ottenere campioni VERAMENTE rappresentativi il lotto campionato.

COME ???



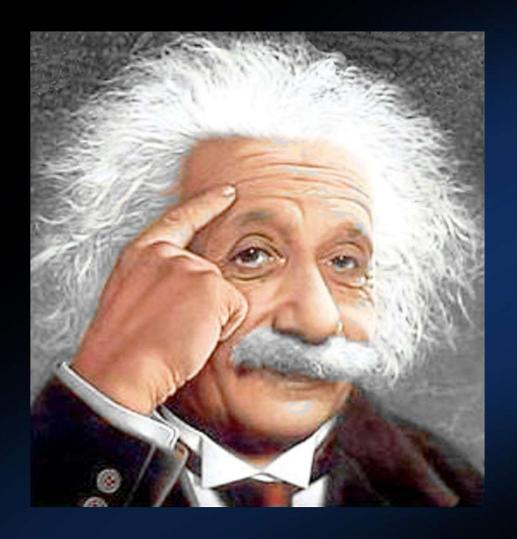


Tailored approach



Estrapolando da ciascun regolamento, le informazioni necessarie per costruire una procedura su misura, che preveda anche strumentazioni idonee per un campionamento rappresentativo.

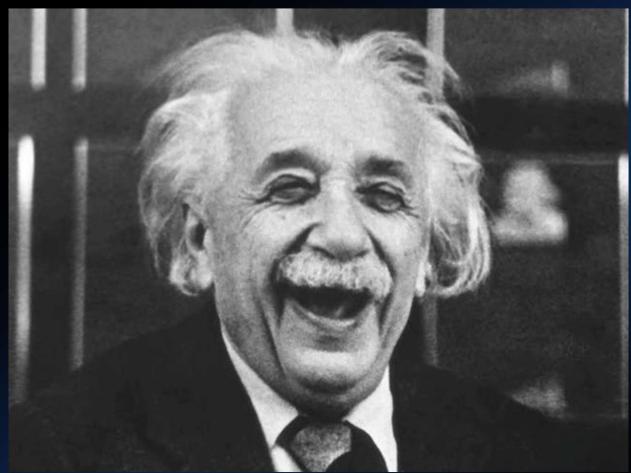




Occorre pensare ad una soluzione per le sonde

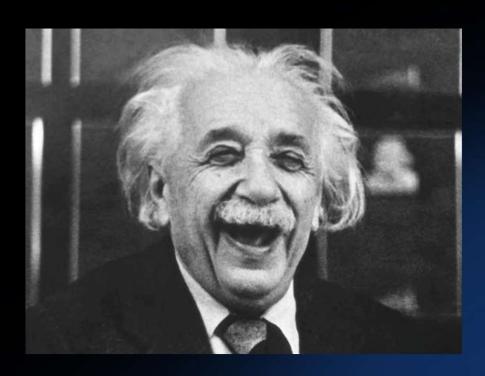


Trovata !!!



Sonde più lunghe e vacuum





MA NON FACCIAMOCI INGANNARE DAL SORRISO SODDISFATTO

L'IDEA DI UTILIZZARE UNA SONDA ADATTA AL CAMPIONAMENTO DEI VAGONI E' NATA IN SEGUITO AD UNA RICHIESTA DI DANNI DA NOI RICEVUTA PER MERCE NON CONFORME AL CONTRATTO E CON ALTE CONCENTRAZIONI DI AFLATOSSINA.
I VAGONI ERANO STATI CAMPIONATI A FINE CARICO, CON LE COMUNI SONDE IN COMMERCIO - SONDA DA 2 MT. - E LE ANALISI DELLE MICOTOSSINE SUI CAMPIONI PRELEVATI AL CARICO ERANO CONFORMI AL CONTRATTO ED AI REGOLAMENTI.



ALL' ARRIVO DEL TRENO IN ITALIA LA BELLA SORPRESA !!!

A FONDO CASSA DI CIASCUN VAGONE ERA STATA CARICATA MERCE CON ALTA CONCENTRAZIONE DI AFLATOSSINA.

VI CHIEDERETE NON POTEVATE VERIFICARE DURANTE IL CARICO ???

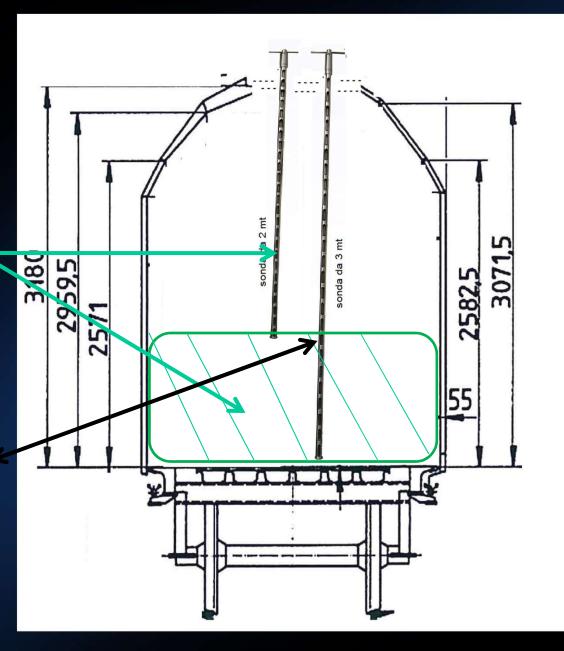
NO!

LA MERCE VENNE CARICATA CON UNA PALA BOBCAT E NON POTEVAMO PRELEVARE CAMPIONI O VISIONARE IL MAIS, PER DI PIU' LE OPERAZIONI DI CARICO AVVENNERO DURANTE LA NOTTE!!



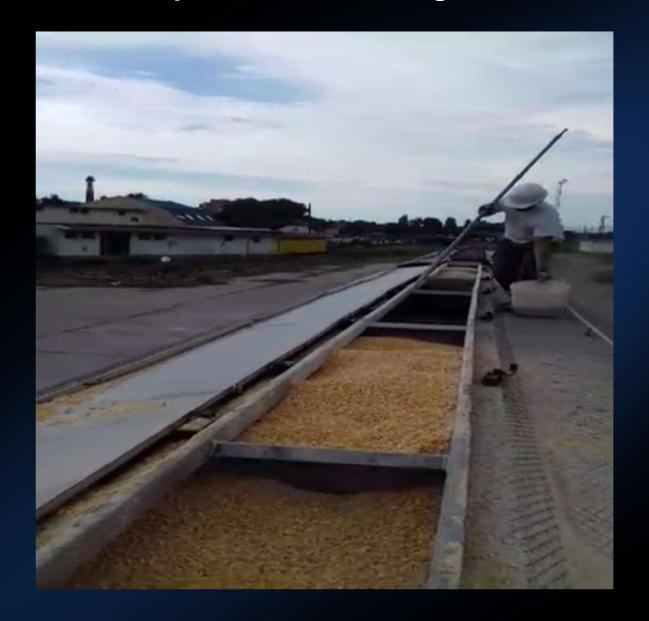
Da questa immagine riusciamo a vedere chiaramente la parte non campionata con sonda da 2 mt.

Con sonda da 3 mt, invece riusciamo a raggiungere il fondo cassa del vagone





Supporto video: campionamento dei vagoni con sonda da 3 mt.





Comunemente i treni sono formati da 20 a 28 vagoni per un totale compreso tra 1000 e 1500 tonnellate di merce.

Utilizzando sonde da 3,00 mt, fatte costruire appositamente per permettere il campionamento fino a fondo cassa dei vagoni,

e

Mantenendo il prelievo di 11 campioni elementari per ciascun vagone,

otteniamo, una quantità di campioni elementari DOPPIA o TRIPLA rispetto a quanto indicato nel Reg.to (UE) 519/2014.



Continuando a «seguire» le indicazioni del Regolamento (UE) 519/2014, dove sono previste 3 sottopartite, per lotti FINO a 1500 mt, quindi nel nostro caso sottopartite da 350 o 500 mt.

Noi suddividiamo la partita in sottopartite per 1 vagone, 3 vagoni o 5 vagoni, pari a circa 50, 150 o 250 tonnellate a seconda delle richieste del Cliente.

Quindi assai più capillare.

Otteniamo così, campioni globali VERAMENTE rappresentativi l'intero lotto.



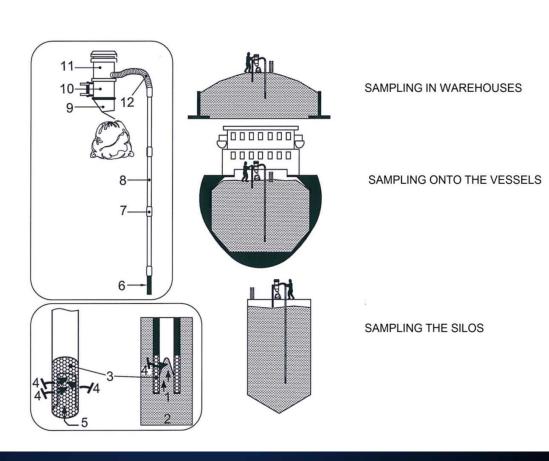
ULTERIORE DIFFICOLTA' LA TROVIAMO NEL CAMPIONARE LA MERCE STOCCATA IN SILOS

PERCHE' ????



Dalla norma EN ISO 24333:2009

VACUUM SAMPLING DEVICE



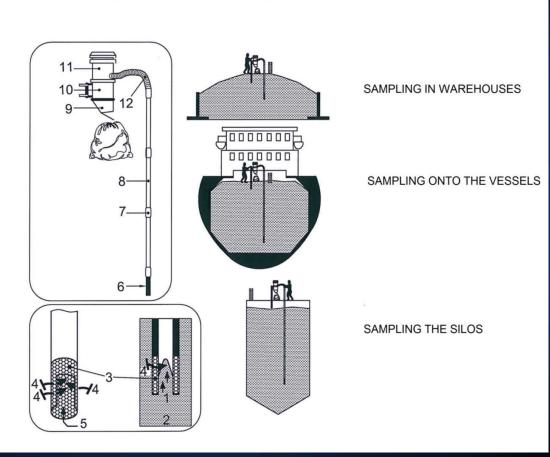


... MA NON E' FACILE REPERIRE LE SONDE VACUUM IN EUROPA



Dalla norma EN ISO 24333:2009

VACUUM SAMPLING DEVICE





... MA NON E' FACILE REPERIRE LE SONDE VACUUM IN EUROPA



E quali sono le soluzioni per campionare abitualmente la merce nei silos ??

CAMPIONAMENTO STATICO:

- Prelevare campioni dalle bocchette d'ispezione delle celle
- Far scendere dalla porta inferiore della cella un quantitativo di merce

CAMPIONAMENTO DINAMICO:

- fare il ricircolo della cella in altra cella vuota



Solo nell'ultimo caso abbiamo la possibilità di effettuare un campionamento rappresentativo la partita campionata.

Ma è il più difficoltoso perché non facilmente attuabile

Quindi spesso abbiamo campioni non rappresentativi pur seguendo i regolamenti.

Infatti:

L.4. Campionamento di grandi partite immagazzinate in depositi

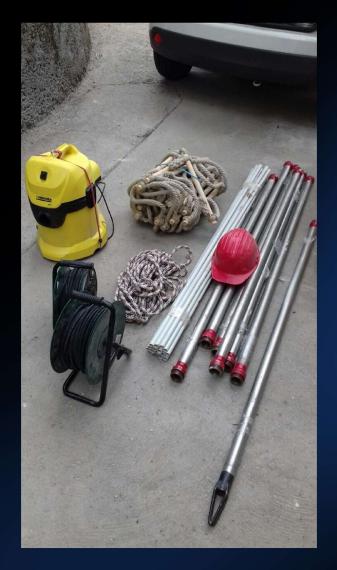
Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile della partita. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.

- L.5. Campionamento di strutture di stoccaggio (sili)
- L.5.1. Campionamento di sili (facilmente) accessibili dall'alto

Il prelievo del campione va eseguito dalla parte accessibile della partita. Il numero di campioni elementari è determinato tenendo conto delle dimensioni della porzione campionata.



Ecco allora un Vacuum sampling device... sicuramente migliorabile esteticamente ma assolutamente efficiente







... dobbiamo adattare le procedure in base alle varie necessita'





Quale regolamento seguiamo per i campionamenti ???





Le uniche certezze sono:



numero dei prelievi



peso dei campioni elementari e globali



taglie delle sottopartite



Numero delle analisi effettuate

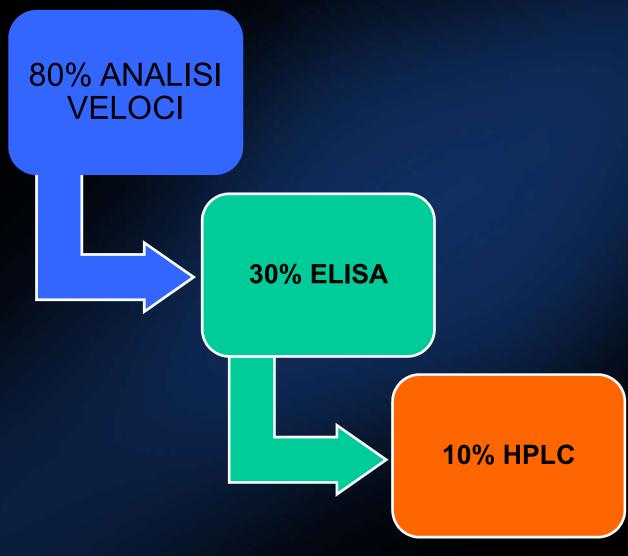


Come facciamo a determinare se il metodo di campionamento adottato è efficace ??

IL RESPONSO ANALITICO



SUI CAMPIONI RAPPRESENTATIVI LE SOTTOPARTITE EFFETTUIAMO ANALISI DI MICOTOSSINE CON DIVERSI METODOLOGIE:





Menicagli Michela - Cometec Group - Roma, 10 Giugno 2019

L' 80% delle nostre ANALISI viene eseguito CON KIT VICAM – LATERAL FLOW.

Kit quantitativi basati sull'immuno-cromatografia a flusso laterale, che permette di determinare a livello quantitativo la presenza delle varie tossine in diverse matrici. Grazie alla sensibilità e alla selettività degli anticorpi monoclonati presenti nelle strip, il kit è in grado di quantificare la presenza delle varie micotossine.

Con una sola estrazione possiamo analizzare la presenza di 5 micotossine in soli 7 minuti. (afla/don/ota/zea/fumo)

Le metodiche proposte da Vicam sono state approvate da: AOAC International (Association of Official Analytical Communities) USDA-FGIS (United States Department of Agriculture- Federal Grain Inspection Service)





Effettuiamo i controlli interni, analizzando:

- 30 % di campioni prelevati con Metodologia Elisa, nei nostri laboratori
- 10% dei nostri campioni vengono inviati a Laboratori accreditati per analisi con HPLC.
- confrontando i nostri dati con quelli pubblicati su riviste specializzate del settore



I risultati che otteniamo da questi controlli ci consentono di verificare :

- l'esattezza delle analisi effettuate con le metodologie veloci
- l'operato dell'ispettore
- la rappresentatività del campione e quindi il metodo di campionamento utilizzato



BIOMIN World Mycotoxin Survey 2018 - EUROPE

Mycotoxins in main commodities

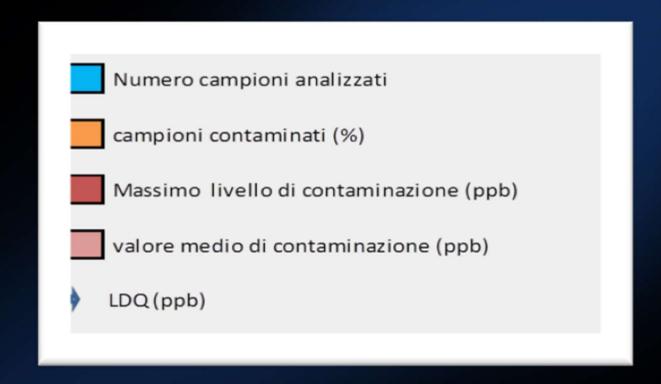
	Total samples: 4 392	Afla	ZEN	DON	T-2	FUM	OTA
Finished feed	Number of samples tested	1146	1447	1472	1256	1174	1184
	% Contaminated samples	12%	77%	71%	42%	78%	40%
	Average of positives (ppb)	5	30	249	30	512	4
	Median of positives (ppb)	2	15	131	10	159	2
	Maximum (ppb)	136	1420	8559	721	26204	90
Corn	Number of samples tested	371	537	571	354	462	359
	% Contaminated samples	18%	51%	65%	44%	74%	13%
	Average of positives (ppb)	9	76	816	256	1540	156
	Median of positives (ppb)	2	25	348	49	550	2
	Maximum (ppb)	76	2056	40700	6062	26114	5912
Cereals*	Number of samples tested	743	1372	1503	987	760	770
	% Contaminated samples	11%	38%	59%	47%	25%	12%
	Average of positives (ppb)	2	40	912	35	206	19
	Median of positives (ppb)	1	25	280	20	77	3
1	Maximum (ppb)	19	615	22984	2113	2354	569

TOTAL ANALYSIS:
AFLA 1114
ZEN 1909
DON 2074
FUM 1222
OTA 1129



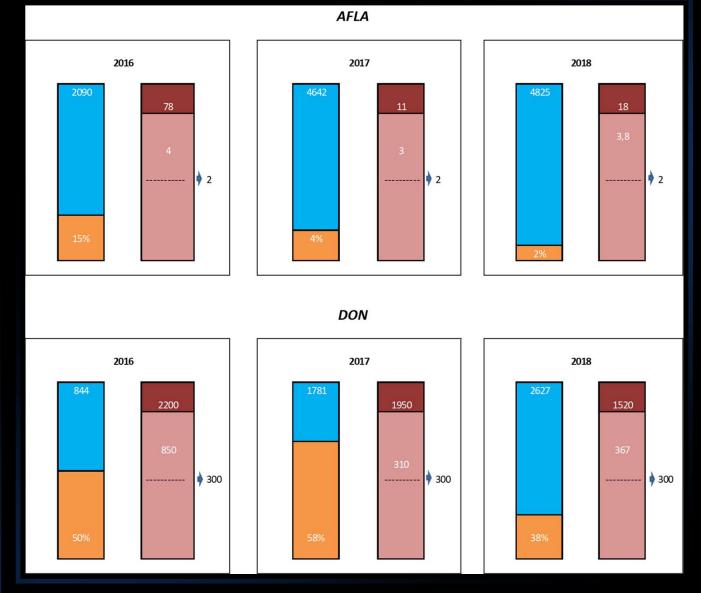
ANALISI MICOTOSSINE

Statistiche COMETEC



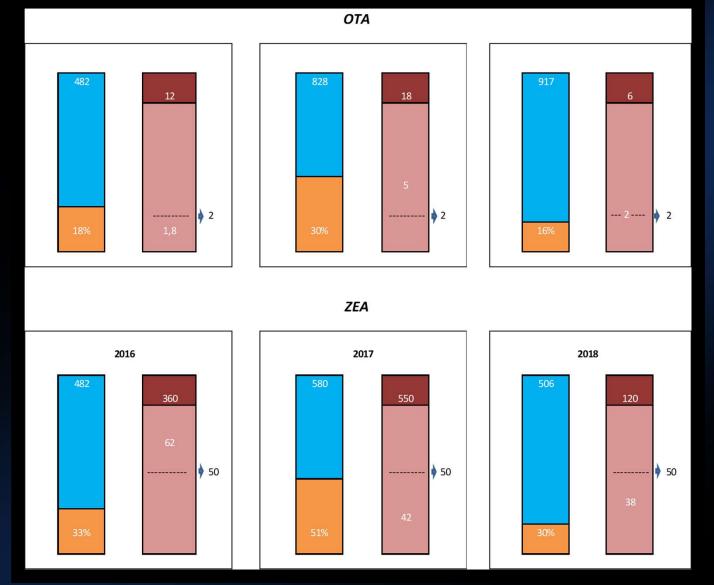








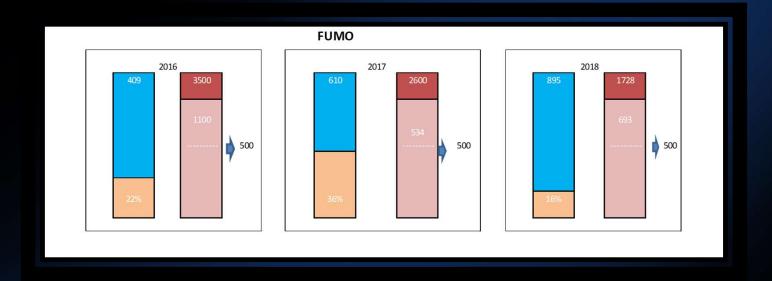






Menicagli Michela - Cometec Group - Roma, 10 Giugno 2019







MYCOTOXIN	%	NBR OF ANALYSIS	AVERAGE OF
	CONTAMINATION		CONTAMINATION

BIOMIN 2018

AFLA	12%	1114	6,8
DON	61%	2074	584
ZEA	42%	1909	50
FUMO	23%	1222	1063
OTA	11%	1129	17

COMETEC 2018

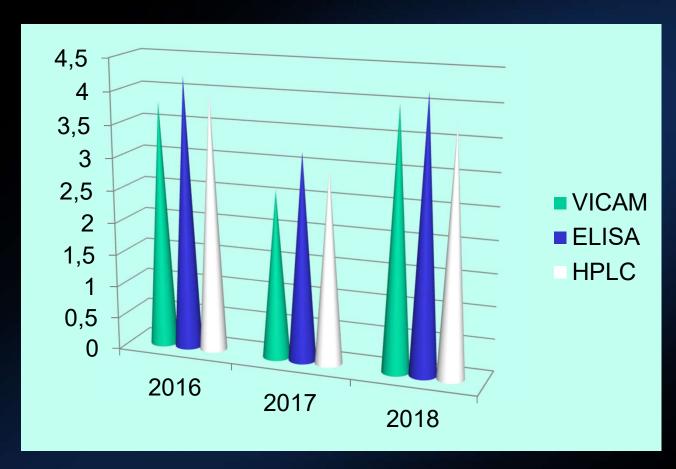
AFLA	9%	4825	3,8
DON	38%	2627	367
ZEA	30%	506	38
FUMO	16%	895	693
OTA	16%	917	2





Diversa diagnostica: uguali risultati

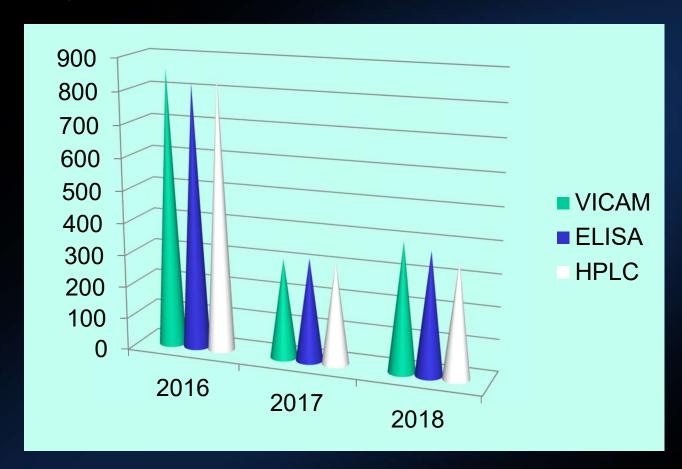
AFLA







DON





Utilizzando differenti tecniche diagnostiche, Vicam, Elisa e Hplc, su campioni identici, i risultati risultano essere sovrapponibili ed in linea con le medie europee pubblicate dai maggiori enti di riferimento nel settore cerealicolo.





Si evince quindi, che:

i campioni prelevati erano veramente rappresentativi il lotto esaminato e

CONSEQUENTEMENTE i metodi di campionamento corretti.





Ma perché dobbiamo giocare la partita da soli ??

Il nostro lavoro non è solo per salvaguardare I nostri interessi ma lavoriamo per la salute di chi consumerà questi prodotti

E perché in Europa non si seguono regole comuni??



Take home message



team play to get a good result



