

# **Validazione Mercurio in alimenti in accordo alla DG SANTE/11813/2017**

**Marco Rizzi**

**S.S. Contaminanti Ambientali - IZSPLV**

**Laboratori Nazionali di Riferimento per i Metalli Pesanti e i Composti Azotati negli Alimenti e nei Mangimi  
e Additivi nei Mangimi**

**IX Workshop - Roma, 28-29 Novembre 2019**

WORKSHOP LNR METALLI PESANTI E COMPOSTI AZOTATI NEGLI ALIMENTI E NEI MANGIMI E ADDITIVI NEI MANGIMI  
28-29 NOVEMBRE 2019

# Reg. UE 2018/73 del 16 Gennaio 2018

IT

Gazzetta ufficiale dell'Unione europea

## REGOLAMENTO (UE) 2018/73 DELLA COMMISSIONE

del 16 gennaio 2018

che modifica gli allegati II e III del regolamento (CE) n. 396/2005 del Parlamento europeo e del Consiglio per quanto riguarda i livelli massimi di residui dei composti del mercurio in o su determinati prodotti

Reg. CE 396/2005 - Livelli massimi di residui di antiparassitari nei prodotti alimentari e mangimi di origine vegetale e animale

WORKSHOP LNR METALLI PESANTI E COMPOSTI AZOTATI NEGLI ALIMENTI E NEI MANGIMI E ADDITIVI NEI MANGIMI  
28-29 NOVEMBRE 2019

# Reg. UE 2018/73 del 16 Gennaio 2018

- Modifica Livelli Massimi di Residui (LMR) composti Hg fissati negli all. II e III del Reg. 396/2005.
- La Dir. 79/117/CEE ha vietato il commercio e l'uso di fitosanitari contenenti Hg.
- La commissione ha ricevuto segnalazioni di conc. di residui di composti di Hg più elevata rispetto al limite del Reg. 396/2005 (0,010 mg/Kg)

## Reg. UE 2018/73 del 16 Gennaio 2018

- Frutta a guscio: 0,02 mg/kg
- Erbe fresche: 0,03 mg/kg
- Funghi selvatici: 0,50 mg/kg (Porcini 0,90 mg/kg)
- Semi oleaginosi: 0,020 mg/kg
- Tè, chicchi di caffè, semi di cacao: 0,02 mg/kg
- Spezie: 0,02 mg/kg
- Frattaglie di conghiale: 0,10 mg/kg

**Reg. UE 2018/73**

**Piani di controllo Regione Piemonte**



**Validazione per le nuove matrici**



**Hg considerato come residuo di pesticidi**



EUROPEAN COMMISSION  
DIRECTORATE GENERAL FOR HEALTH AND FOOD SAFETY  
Safety of the Food Chain  
Pesticides and Biocides

**SANTE/11813/2017**

**Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed.**

# Validazione

- DG SANTE/11813/2017 identifica diversi gruppi/categorie di alimenti chiamati "Commodities":
1. High water content (**Mela**)
  2. High acid content and high water content (**Mandarino**)
  3. High sugar and low water content (**Miele**)
  - 4a. High oil content and very low water content (**Mandorle**)
  - 4b. High oil content and intermediate water content (**Avocado**)
  5. High starch and/or protein content and low water and fat content (**Grissini**)
  6. Difficult or unique commodities (**Caffè**)
  7. Meat muscle and Seafood (**Muscolo bovino**)
  8. Milk and milk products (**Latte**)
  9. Eggs (**Uova**)
  10. Fat from food of animal origin (**Strutto**)

# Validazione: parametri valutati

<b>SPECIFICITÀ</b>	Valutazione della concentrazione del metallo in campioni di matrici differenti, utilizzati per le successive positivizzazioni.
<b>LOD/LOQ</b>	Valutazione del segnale di 20 campioni bianchi, calcolo del LOD e del LOQ. Criteri di accettabilità: $LOD \leq 0,0033 \text{ mg/kg}$ $LOQ \leq 0,010 \text{ mg/kg}$
<b>RECUPERO</b>	6 prove al livello del LOQ Calcolare il recupero percentuale medio e lo scarto tipo. Criteri di accettabilità: recupero 70-120%
<b>RIPETIBILITÀ</b>	Sulle prove effettuate per il recupero eseguire il calcolo dell'HORRAT. Criteri di accettabilità: $HORRAT < 2$
<b>INCERTEZZA DI MISURA</b>	Calcolo incertezza di misura con il metodo di HORWITZ Criteri di accettabilità: $\leq 50\%$
<b>STABILITÀ</b>	Verifica stabilità della soluzione standard contenente mercurio per tre mesi. Criteri di accettabilità: variaz .max 10%

# Materiali utilizzati

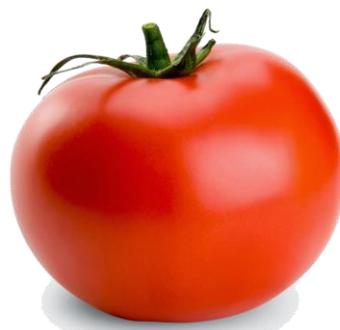
Materiali di Riferimento Certificati (MRC):

Peach Leaves SRM1547:  $0,0317 \pm 0,0043$  mg/kg Hg

Tomato Leaves SRM1573a:  $0,0341 \pm 0,0015$  mg/kg Hg

Lichen BCR482:  $0,48 \pm 0,02$  mg/kg Hg

Rye Grass ERMCD281  $0,0164 \pm 0,0022$  mg/kg Hg



# Procedura d'analisi

- Omogeneizzazione campione
- Peso campione tra 0,0500 g e 0,2000 g
- Analisi strumentale  
(Analizzatore diretto di Hg)



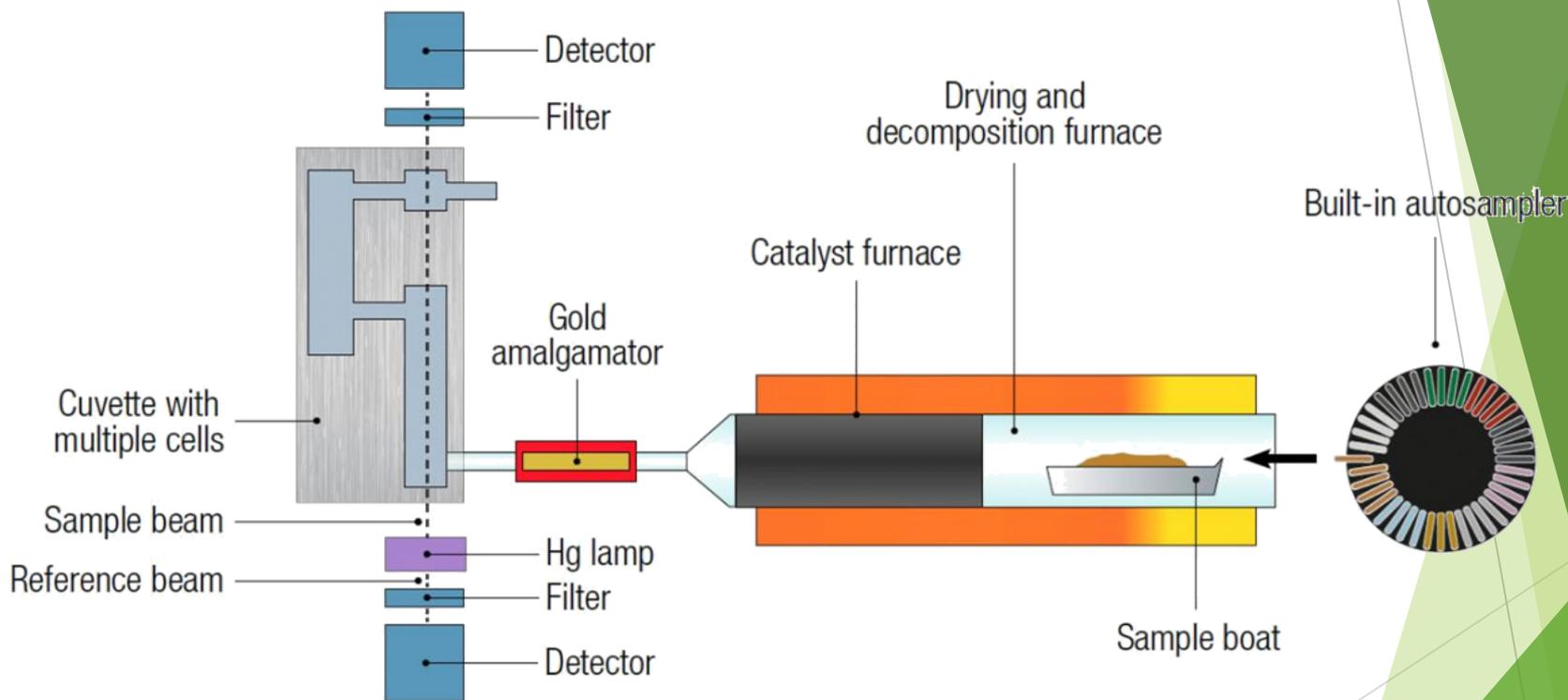
# Direct Mercury Analyzer – DMA-80



- Analisi diretta sul campione tal quale, senza alcun pre-trattamento
- Decomposizione termica del campione e successiva determinazione tramite assorbimento atomico
- Campioni solidi, liquidi e gassosi
- Sensibilità e accuratezza
- Tempi di analisi rapidi
- Utilizzo e manutenzione semplici



# Direct Mercury Analyzer – DMA-80



WORKSHOP LNR METALLI PESANTI E COMPOSTI AZOTATI NEGLI ALIMENTI E NEI MANGIMI E ADDITIVI NEI MANGIMI  
28-29 NOVEMBRE 2019

# PRISA 2019

## Piano di campionamento analisi chimiche

Macrocategoria	Matrice	Dettaglio matrice	Determinazioni chimiche	campioni produzione	campioni distribuzione
CARNE FRESCA, PRODOTTI A BASE DI CARNE, PREPARAZIONI DI CARNE CARNI SEPARATE MECCANICAMENTE	carne fresca	carne, fegato e reni di bovini, ovini, suini, pollame e cavallo	Cd (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	24	12
		carne e frattaglie di bovini, ovini, suini, pollame	Pb (Reg.1881/2006 e s.m.i.)		
		muscolo, fegato, rene e frattaglie commestibili di suini, bovini, ovini, caprini, equidi, pollame, altri animali terrestri da allevamento	<u>Hg (Reg. 73/2018)</u>	7	7
		Animali vertebrati terrestri selvatici (tipo cinghiali)	<u>Hg (Reg. 73/2018)</u>	6	4
	carni macinate, preparazioni a base di carne, carni separate meccanicamente	carne, fegato e reni di bovini, ovini, suini, pollame e cavallo	Cd (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	0	0
		carne e frattaglie di bovini, ovini, suini, pollame	Pb (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	0	0
		muscolo, fegato, rene e frattaglie commestibili di suini, bovini, ovini, caprini, equidi, pollame, altri animali terrestri da allevamento	<u>Hg (Reg. 73/2018)</u>	0	0
PESCI, E PRODOTTI DELLA PESCA, ANFIBI, RETTILI	molluschi bivalvi vivi, echinodermi e tunicati vivi e rane	molluschi bivalvi	Cd (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	0	12
		molluschi bivalvi	Pb (Reg.1881/2006 e s.m.i.)		
		molluschi bivalvi	Ni (Race. 1111/2016)		
		molluschi bivalvi, anfibi	<u>Hg (Reg.1881/2006 e s.m.i. e Reg. 73/2018)</u>	0	3

# PRISA 2019

## Piano di campionamento analisi chimiche

Macrocategoria	Matrice	Dettaglio matrice	Determinazioni chimiche	campioni produzione	campioni distribuzione
LATTE E PRODOTTI A BASE DI LATTE		Latte crudo Latte crudo, latte trattato termicamente e latte destinato alla fabbricazione di prodotti a base di latte	Pb (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	5	7
		Latte di Bovini, Pecora, Capra, Cavallo e Altri	Hg (Reg. 73/2018)	3	0
		Uova di Galline, Anatre, Oche, Quaaglie e Altri	Hq (Reg. 73/2018)	6	2
		Miele e altri prodotti dell'apicoltura	Hg (Reg.73/2018)	9	0
		Miele	Pb (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	0	12
GRASSI E OLI DI ORIGINE ANIMALE		Oli e grassi, compreso il grasso del latte	Pb (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	4	8
		Tessuto adiposo di suini, bovini, ovini, caprini, equidi, pollame, altri animali terrestri da allevamento	Hg (Reg. 73/2018)	9	0
VEGETALI FRESCHI E TRASFORMATI		Spinaci, lattuga fresca, lattuga tipo iceberg, rucola	Nitrati (1881/2006 e s.m.i.)	11	10
		Ortaggi, alghe marine (NO erbe fresche)	Pb (Reg. 1881/2006 e s.m.i.)	5	12
		Ortaggi, erbe fresche	Cd (Reg.1881/2006 e s.m.i.)	11	12
		Ortaggi a radice e tubero, ortaggi a bulbo, a frutto, a stelo e a foglia, erbe fresche e fiori commestibili, cavoli (escluse le radici di brassica e i prodotti baby leaf di brassica), alghe	Hg (Reg. 73/2018)	0	3
FRUTTA FRESCA E TRASFORMATA		frutta fresca	Pb (Reg. 1881/2006 e s.m.i.)	15	28
		frutta fresca	Cd (Reg.1881/2006 e s.m.i.)		
		frutta fresca	Ni (Race. 1111/2016)	0	0
		frutta fresca	Hg (Reg. 73/2018)	1	1
		frutta a guscio	Hg (Reg. 73/2018)	0	5

# 40 Campioni pervenuti al laboratorio (2019)

TIPO CAMPIONI	DETTAGLIO TIPO	RISULTATO
CARNI FRESCHE	BOVINIO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
GRASSI	STRUTTO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
UOVA		<0.01 mg/Kg (LOQ)
MIELE		<0.01 mg/Kg (LOQ)
LATTE		<0.01 mg/Kg (LOQ)
MIELE		<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	EQUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	CINGHIALE	<0.01 mg/Kg (LOQ)
FRUTTA	ARACHIDI	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	CINGHIALE	(0,010 ± 0,005 mg/Kg), K= 2, P= 95%,

# 40 Campioni pervenuti al laboratorio (2019)

TIPO CAMPIONI	DETTAGLIO TIPO	RISULTATO
GRASSI	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	CERVO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	BOVINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
FRUTTA	ARACHIDI	<0.01 mg/Kg (LOQ)
FRUTTA	NOCCIOLE	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	BOVINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	BOVINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
VERDURA	TOPINAMBUR	<0.01 mg/Kg (LOQ)
FRUTTA	ARANCIE	<0.01 mg/Kg (LOQ)
GRASSI	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
ORGANI	MUSCOLO	<0.01 mg/Kg (LOQ)

# 40 Campioni pervenuti al laboratorio (2019)

TIPO CAMPIONI	DETTAGLIO TIPO	RISULTATO
FRUTTA	NOCCIOLE	<0.01 mg/Kg (LOQ)
VERDURA	POMODORI	<0.01 mg/Kg (LOQ)
ORGANI	MUSCOLO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
MIELE		<0.01 mg/Kg (LOQ)
MIELE		<0.01 mg/Kg (LOQ)
MIELE		<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	COTENNA	<0.01 mg/Kg (LOQ)
FRUTTA	MANDORLE	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	CINGHIALE	(0,01 ± 0,005 mg/Kg), K= 2, P= 95%,
MIELE		<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	RANE	<0.01 mg/Kg (LOQ)
CARNI FRESCHE	BOVINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)
GRASSI	SUINO	<0.01 mg/Kg (LOQ)

# GRAZIE PER L'ATTENZIONE

