Aggiornamento da EURL-CEFAO

Maria Ciprotti
European Union Reference Laboratory for Chemical Elements in Food of Animal Origin (EURL-CEFAO)

The European Union

1. Italia
2. Francia
3. Paesi Bassi
4. Germania

Agenda of the Annual European Union Reference Laboratory for chemical elements in food of animal origin , Rome
28 September 2016

8:30-8:45 ***Registration of participants***

8:45-9:00 Welcome and opening of the workshop
(Laura Ciaralli, *EURL-CEFAO*)

9:00-9:30 News from the Commission
(Frank Swartenbroux, *European Commission*)

9.30-10:00 Do we need fresh samples for proficiency testing? Report on two PTs with pig liver
(Timo Kapp, *Federal Office of Consumer Protection and Food Safety, Berlin, Germany)*

10.00-10:30 24th Proficiency Testing on honey: overview of statistical analysis and comments on results
(Angela Sorbo, *EURL-CEFAO*)

10:30-10:45 Determination of inorganic arsenic in mussel tissues by HPLC-ICP-MS
(Marilena D'Amato, *EURL-CEFAO*)

Coffee Break and poster exhibition

11:30-12:30 Selection and Use of Reference Materials
(Marina Patriarca, Laura Ciaralli *Department Of Veterinary Public Health And Food Safety, ISS)*

12:30-13:00 (Maria Ciprotti, *EURL CEFAO)*

Lunch and poster exhibition

14:30-15:00 METROFOOD-RI: a new Pan-EU Research Infrastructure For Promoting Metrology In Food And Nutrition
(Claudia Zoani, *Italian National Agency for New Technologies, Energy and Sustainable Economic Development (ENEA))*

15:00-15:30 Applicability of Commission decision 657/2002 in the analysis of Chemical Elements in Food of Animal Origin
(Andrea Colabucci, *EURL-CEFAO*)

15:30-16:30 Working group on CR 657 Revision

16:30:-16:45 Planning of 2017 PTs
(Laura Ciaralli, *EURL-CEFAO*)

16:45-17:00 Discussion and Closure of the meeting

Annual NRLs - EURL CEFAO Workshop – Rome, 28 September 2016

Modifiche legislative correlate ai Metalli (2015/2016)

✓**Cromo**, **Nichel** e **Mercurio** (discussione ancora in corso)

✓Revisione della Decisione della Commissione 2002/657/CE

✓Revisione della legislazione su “OFFC” (presumibilmente in vigore dal primo quadrimestre del 2017 con applicabilità dal 2020)

Cromo

Cromo III: nutriente essenziale, contribuisce al normale metabolismo del glucosio. EFSA ha stabilito una dose giornaliera tollerabile (DGT) di 0.3 mg per kg di peso corporeo. L'esposizione alimentare di tutti gli individui è minore di tale valore per cui non desta preoccupazione per la salute pubblica

Cromo VI: per lo più prodotto attraverso processi industriali, a volte è presente nell'acqua potabile. Studi su animali dimostrano che elevati livelli di Cr VI possono provocare il cancro, per cui l'EFSA non ha stabilito alcun livello di sicurezza per il Cr VI. Ha inoltre concluso che vi è motivo di preoccupazione per i neonati e bambini piccoli. Tale indecisione è legata comunque alla limitata disponibilità dei dati.

Nichel

Il nichel è presente negli alimenti e nell'acqua per contaminazione dall'ambiente, anche in seguito ad attività umane. Un'esposizione a breve termine (acuta) al nichel provoca reazioni allergiche in alcuni individui, sia per contatto sia per ingestione tramite cibi o acqua che lo contengono. I risultati di studi sugli animali indicano anche i possibili effetti sulla riproduzione e sullo sviluppo derivanti dall'esposizione a lungo termine (cronica) al nichel.

Nell'Unione Europea non sono attualmente previsti tenori massimi di **nichel negli alimenti** mentre nell'acqua potabile destinata al consumo umano e nelle acque minerali naturali, l'elemento non deve superare i 20 µg/l.

Nichel (2)

Nel febbraio 2015 l'EFSA ha pubblicato un parere scientifico sui rischi per la salute umana associati al **nichel** presente nei prodotti alimentari, in particolare nei vegetali, ma anche nell'acqua potabile. ***L'EFSA ha stabilito un livello di sicurezza, noto come dose giornaliera tollerabile (DGT), di 2,8 microgrammi per chilogrammo di peso corporeo. Sulla base dei correnti livelli di esposizione medi ed elevati, gli esperti dell'EFSA hanno concluso che l'attuale esposizione alimentare cronica al nichel è motivo di preoccupazione per la popolazione in genere.***

Raccomandazione Commissione Europea 2016/1111 del 6 luglio 2016 in cui si sollecitano gli stati membri a svolgere un attività di monitoraggio della presenza di Ni negli alimenti allo scopo di effettuare una valutazione del rischio per la salute pubblica. Tale monitoraggio è previsto per il periodo **2016, 2017 e 2018** (80% dei dati disponibili è stato ricavato da un unico Stato membro).

Prodotti alimentari sui quali svolgere le attività di monitoraggio del *Ni* (1)

-cereali, e prodotti a base di cereali

-formule per lattanti e formule di proseguimento

-alimenti a base di cereali destinati ai lattanti e ai bambini

-alimenti per bambini

-alimenti a fini medici speciali destinati in modo specifico a lattanti e bambini

-integratori alimentari

-legumi

-frutta a guscio e semi oleosi

Prodotti alimentari sui quali svolgere le attività di monitoraggio del Ni (2)

-**latte e prodotti lattiero caseari**

-bevande alcoliche e analcoliche

-zucchero e caffetteria (compresi cacao e cioccolato)

-frutta, ortaggi e prodotti a base di ortaggi (compresi i funghi)

-foglie secche di tè e parti secche di altre piante destinate alla preparazione di infusioni

-**molluschi bivalve**

26° PT in carne liofilizzata→ Cd, Cu, Pb e Hg totale (compliance per Cd e Pb)

27° PT in alimenti per lattanti polvere e liquido →Arsenico totale, **Cd**, **Pb** e **Ni**

Entrata in vigore al 01/01/2016 della CR 2015/1005 che modifica il regolamento 1881/20016 per quanto concerne i tenori massimi di **Piombo** in taluni prodotti alimentari.
Latte Liquido: ML = 0.010 mg/kg
Latte in polvere ML = 0.050mg/kg

MLs sono definiti al prodotto nella forma in cui vengono messi in vendita

La CR 488/2014 fissa due differenti MLs per il **Cadmio** nel latte in polvere e negli alimenti di proseguimento.
Latte Liquido: ML = 0.005 mg/kg
Latte in polvere ML = 0.010mg/kg

Opinione Scientifica 2015
+
CR 2016/1111 monitoraggio
Ni in alimenti

Modifiche legislative connesse a: Mercurio (1)

-Documento EFSA CONTAM (**Scientific Opinion** 17/03/2004) relativo al rischio per la salute pubblica legato alla presenza di mercurio e metilmercurio negli alimenti.

-Documento EFSA NDA (**Scientific Opinion** 14/07/2014) relativo ai benefici per la salute legato a consumo di pesce in relazione al rischio associato con l'esposizione al metilmercurio.

-Documento EFSA Scientific Commitee **Statement** (22/01/2015) sui benefici legati al consumo di frutti di mare comparato al rischio della presenza di metilmercurio.
Il modo più efficace per ottenere i benefici per la salute legati al consumo di pesce, e al contempo ridurne i rischi da esposizione a metilmercurio è limitare il consumo delle specie ittiche con elevato contenuto di metilmercurio.

Modifiche legislative connesse a: Mercurio (2)

Concentrare tutti i limiti (MLs, MRLs) relativi al mercurio in un singolo atto legislativo che racchiuda:

- ✓**Contaminanti**
- ✓**Pesticidi ambientali**
- ✓**Alimenti per bambini**

Considerare il Mercurio come contaminante ambientale ed inserirlo in un quadro legislativo relativo all'inquinamento ambientale

Discussione in corso connessa a: Mercurio (1)

Proposta di differenziazione di MLs per pesce:

- 0.5 mg/kg “default value”
- 1.0 mg/kg “pesci predatori”
- 0.3 mg/kg (lista specie)
- 2.0 mg/kg “pesce spada & squalo”
- 0.1 mg/kg per integratori alimentari (limite mantenuto a differenza di quanto riportato lo scorso anno: passaggio da 0.1 a 0.04 mg/kg)

Segue - Mercurio

Stato dell'arte:

- **Concluse discussioni con Stati Membri**
- **Concluse consultazioni con gli stakeholder**
- **Fase iniziale delle consultazioni interne**
- **Verifiche legislative**

Revisione Decisione 2002/657/CE

Premessa

Giugno 2015: riunione del comitato di esperti sui residui di farmaci veterinari

Output:

✓Necessità di revisione della Decisione della Commissione (CD) 2002/657 / CE.

✓CE chiede assistenza ai quattro EURL per i residui

✓Inviato questionario dai tre EURL residui "organici" alla loro rete NRL in cui è stato chiesto di valutare la necessità di revisione della Decisione per ciascuno dei punti interessati

Laboratori comunitari di riferimento per i residui (CE 882_2004)

- ✓ Rijksinstituut voor Volksgezondheid en Milieu (RIVM)
  Bithoven, **Paesi Bassi**

- ✓ Laboratoires d'études et de recherches sur les médicaments vétérinaires et les désinfectants
  AFSSA –Site de Fougères, **Francia**

- ✓ Bundesamt für Verbrauchershutz und Lebensmittelsicherheit (BVL)
  Bonn, **Germania**

- ✓ Istituto Superiore di Sanità – Roma **- Italia**

✓Per il campo di competenza dell' EURL-CEFAO (gruppo B3c in Dir. 96/23 / CE), secondo l'articolo 1 della decisione, ciò che viene affermato nel CD 2002/657 non si applica alle sostanze per le quali sono presenti norme più specifiche come per gli elementi chimici (333/2007).

✓L'EURL-CEFAO, consapevole del fatto che alcuni dei laboratori della propria rete utilizzano la stessa procedura di validazione metodi sia per gli analiti organici che per gli inorganici, ha inviato ai propri NRL un breve questionario per chiedere se e in che modo applica la CD 2002/657.

✓Il questionario EURL-CEFAO è stato strutturato per essere complementare a quello preparato dagli EURL dei residui "organici" allo scopo di individuare quali aspetti la rete dei laboratori "inorganici" avrebbe voluto modificare.

L'analisi dei questionari ha dimostrato che un numero non trascurabile (**12 su 28**) dei NRL della rete EURL-CEFAO **segue le prescrizioni della CD 657/2002**

Questionnaire
Use of CD 2002/657/EC by B3c NRLs

1) Do you consider the provisions of Commission Decision 2002/657/EC in any part of your method validation procedure?

☐ Yes
☐ No

1.1) If No, please report the reference document(s) (excluding CR 333/2007)

1.2) If Yes, please tick the relevant fields:

3.1.1 Model-independent performance characteristics:

☐ 3.1.1.1 Specificity
☐ 3.1.1.2 Trueness
☐ 3.1.1.3 Applicability/Ruggedness (minor changes)
☐ 3.1.1.4 Stability
☐ 3.1.1.5 Calibration curves

3.1.2 Conventional validation procedure

☐ 3.1.2.1 Recovery
☐ 3.1.2.2. Repeatability
☐ 3.1.2.3 Within laboratory reproducibility
☐ 3.1.2.5 Decision limit (CCα)
☐ 3.1.2.6 Detection capability (CCβ)

For any selected item, please fill the relevant field in the "organic" residue EURLs questionnaire.

NAME: _____

INTITUTE: _____

Contact details (*email*): _____

Risultati del questionario

TOPIC	Number of answers	Average of the scores
3. Validation	9	3,0
3.1 Validation procedures	10	2,7
3.1.1 Model-independent performance characteristics:		
3.1.1.1 Specificity	9	2,1
3.1.1.2 Trueness	11	1,5
3.1.1.3 Applicability/Ruggedness (minor changes)	7	2,0
3.1.1.4 Stability	6	1,7
3.1.2 Conventional validation procedure		
3.1.2.1 Recovery	11	2,4
3.1.2.2 Repeatability	11	1,6
3.1.2.3 Within laboratory reproducibility	9	1,8
3.1.2.5 Decision limit (CCα)	5	2,6
3.1.2.6 Detection capability (CCβ)	5	2,6
Additional questions:		
Recommendation for the extension of methods	8	3,75
Recommendation for change in method applicability	8	3,63
Recommendation for ongoing quality control	8	2,75
Recommendation for the evaluation of matrix effect as part of a validation	9	3,89

Conclusioni

I risultati dei questionari hanno dimostrato che gli NRL richiedono principalmente:

✓Revisione validazione (**punto 3**) e procedura di validazione (**punto 3.1**)

✓Modifica/semplificazione **tabella 9** relativa alla "*Classificazione dei metodi analitici in base alle caratteristiche di rendimento che devono essere determinate*"

3. VALIDAZIONE

La validazione dimostra che il metodo analitico è conforme ai criteri applicabili per le caratteristiche di rendimento pertinenti.

Finalità di controllo differenti richiedono categorie di metodi differenti. Nella tabella che segue sono illustrate le caratteristiche di rendimento da verificare per ogni tipo di metodo.

Tabella 9

Classificazione di metodi analitici in base alle caratteristiche di rendimento che devono essere determinate

		Limite di rilevazione CCβ	Limite di decisione CCα	Esattezza/Recupero	Precisione	Selettività/Specificità	Applicabilità/Robustezza/Stabilità
Metodi qualitativi	S	+	–	–	–	+	+
	C	+	+	–	–	+	+
Metodi quantitativi	S	+	–	–	+	+	+
	C	+	+	+	+	+	+

S = metodi di screening; C = metodi di conferma; + = la determinazione è obbligatoria.

3.1. PROCEDURE DI VALIDAZIONE

Nel presente capitolo sono illustrati esempi e/o riferimenti per le procedure di validazione dei metodi analitici. Per dimostrare che il metodo analitico è conforme ai criteri di rendimento per le caratteristiche di rendimento possono essere utilizzati altri approcci, a patto che forniscano informazioni di pari livello e qualità.

La validazione può inoltre essere eseguita attraverso uno studio inter-laboratorio, quali quelli istituiti dal Codex Alimentarius, dall'ISO o dall'IUPAC (12) oppure in base a metodi alternativi, quali studi condotti in singoli laboratori o attraverso la validazione interna (13)(14). In questa parte ci si concentra sugli studi condotti in singoli laboratori (o validazione interna) utilizzando una strategia modulare. Questo approccio prevede:

1) un gruppo di caratteristiche di rendimento comuni indipendenti dal modello di validazione utilizzato; e

2) procedure dipendenti dal modello più specifiche descritte nella tabella 10.

✓Modifica/semplificazione tabella 10 relativa ai "*Parametri di rendimento dipendenti e indipendenti dal modello*"

Tabella 10

Parametri di rendimento dipendenti e indipendenti dal modello

Validazione		
Parametri di rendimento indipendenti dal modello	Parametri di rendimento dipendenti dal modello	
Caratteristiche di rendimento comuni (3.1.1)	Approccio di validazione convenzionale (3.1.2)	Approccio di validazione interno (3.1.3)
Specificità	Recupero	Recupero
Esattezza	Ripetibilità	Ripetibilità
Robustezza: cambiamenti lievi	Riproducibilità intralaboratorio	Riproducibilità intralaboratorio
Stabilità	Riproducibilità	Riproducibilità
	Limite di decisione (CCα)	Limite di decisione (CCα)
	Capacità di rilevazione (CCβ)	Capacità di rilevazione (CCβ)
	Curve di calibrazione	Curva di calibrazione
	Robustezza: cambiamenti significativi	Robustezza

✓Per quanto riguarda il "*Recupero*" (3.1.2.1), sono richieste informazioni più dettagliate quando non siano disponibili "Materiali di Riferimento Certificati"

3.1.2.1. *Recupero*

Se non esiste alcun MRC, il recupero deve essere determinato per mezzo di esperimenti che impiegano una matrice bianca fortificata ricorrendo, ad esempio, al seguente schema:

— selezionare 18 aliquote di un materiale bianco e fortificare 6 aliquote a 1, 1,5 e 2 volte ciascuna il limite di rendimento minimo richiesto oppure a 0,5, 1 e 1,5 volte il limite consentito,

— analizzare i campioni e calcolare la concentrazione presente in ciascun campione,

— utilizzando l'equazione che segue, calcolare il recupero per ciascun campione,

— calcolare il recupero medio e il CV derivante dai 6 risultati a ciascun livello,

— recupero % = 100 × Contenuto misurato/Livello di fortificazione.

Questo metodo convenzionale per la determinazione del recupero è una variante del metodo di aggiunta dello standard descritto al punto 3.5, quando:

— il campione è considerato un campione bianco anziché un campione da analizzare,

— si considera che il componente finale ([1]) e il recupero ([2]) per le due porzioni di analisi siano simili,

— i campioni da analizzare hanno la stessa massa e gli estratti dell'aliquota hanno lo stesso volume,

— la quantità di standard di calibrazione aggiunta alla seconda aliquota (drogata) da analizzare è rilevata xADD. (xADD = ρA.VA),

— x1 è il valore misurato per il bianco e x2 è il valore misurato per la seconda aliquota (drogata) da analizzare,

— pertanto, % recupero = 100 (x2 – x1)/xADD.

Ove non sia soddisfatta (o si presuma) di non soddisfare una qualsiasi delle condizioni elencate in precedenza, si deve eseguire la procedura completa per la determinazione del recupero per mezzo del metodo di aggiunta dello standard, come descritto al punto 3.5.

Revisione Decisione 2002/657/CE

Step successivo →Inserimento dell'argomento nei Workshop annuali dei 4 EURL Residui.

✓**Berlino 14-16 Giugno**: Gruppi di discussione sui punti: 3.1.2.5 e 3.1.2.6 della CD 2002/657/CE relativi al CC α and CC β

✓**Roma 28 Settembre**: Applicabilità della CD 2002/657/CE all'analisi degli Elementi chimici in alimenti di origine animale.

✓ **Fougeres 6-7 Ottobre**: Aggiornamento sulle risposte al questionario dedicato ai metodi di screening

✓**Waegeningen 14-16 Novembre**: Rimozione di tecniche obsolete ed aggiunta di nuove, aggiornamento dei criteri di identificazione, idee generali sulla convalida dei metodi multiresidui, ecc.

1. Completa revisione della 2002/657/CE
2. Redazione linea guida da parte degli EURLs in accompagnamento ad una versione light della CD

anses
French agency for food, environmental and occupational health & safety
Investigate, evaluate, protect

- Q1 - 2017 : Version 1 of revised documents

  => Draft by EU-RLs of a first sacrificed version to be submitted to DG-SANTE, FVO, CAs-RWG and NRLs

- Q2 - 2017 : Version 2 of revised documents

  => Update of draft version 1 in line with recommendations collected

- Q3 - 2017 : Final Version in 2 pieces

  1 – Piece of Regulation replacing 657/2002

  2 - Technical document to be updated every 3 or 4 years

European Commission

SANTE No XXXX/2017 => 2020 => 2023

Revisione della legislazione sui Controlli Ufficiali

Il Parlamento Europeo di concerto con il Consiglio Europeo hanno raggiunto un "agreement" politico sulla nuova regolamentazione sui controlli ufficiali il 15 Giugno 2016. Tale accordo è parte di un pacchetto di proposte presentato dalla commissione in Maggio 2013 allo scopo di rinforzare l'applicazione di un ampio insieme di regole nel contesto della sicurezza alimentare.
La nuova regolamentazione sostituirà la 882/2004/CE sui controlli ufficiali e sarà pubblicata il primo quadrimestre del 2017 con applicabilità dal 2020.

Tale nuova legislazione abrogherà la Direttiva 96/23/EC anche se parte di essa sarà riportata integralmente nei nuovi documenti.

Grazie per l’attenzione!!!!