

Attività degli LNR Laboratorio nazionale di riferimento per i metalli pesanti negli alimenti



M. Patriarca

LNR Metalli pesanti negli alimenti

Dipartimento di Sanità pubblica veterinaria e sicurezza alimentare

Istituto Superiore di Sanità

Attività

- Collaborazione con gli EURL
 - Commenti al documento “LOD/LOQ guidance” (relazione dedicata)
 - Partecipazione ai PT organizzati dagli EURL
 - Partecipazione ai Workshop degli EURL
 - EURL-CEFAO, ISS, Roma, 28 Settembre 2016
 - EURL-HM, EC JRC IRMM, 5 ottobre 2016
- Trasmissione delle informazioni
 - Sito Web – aggiornamenti e comunicazioni
 - VI Workshop degli LNR per i metalli pesanti negli alimenti e nei mangimi e per gli additivi nei mangimi. IZS PLV, Torino, 1-2 dicembre 2016.
 - Indagine relativa ai metodi per la determinazione dell'arsenico disponibili ai laboratori
- Organizzazione di PT e follow-up (relazione dedicata)
- Aggiornamenti sui metodi di prova

Poster!!!

Partecipazione a PT

Organizzato da	Circuito	Anno	Matrice	Elementi determinati	Esito
EURL HM	EURL-HM-22	2016	Pesce	Cadmio, mercurio e piombo	Positivo
EURL HM	IRMM-PT-43	2016	Riso	Arsenico inorganico	Positivo (Recupero)*
EURL-CEFAO	24 th PT	2016	Miele	Cadmio e piombo	Positivo

*segue discussione del dettato del Reg. (CE) 333/2007 e s.m. punto D.1.2 in merito alla correzione per il recupero

Reg. (CE) 333/2007 e s. m.

D.1.2. Calcoli del recupero

Se il metodo analitico prevede **una fase di estrazione**, occorre correggere il risultato analitico per il fattore di recupero. In questo caso deve essere segnalato il tasso di recupero.

Se il metodo analitico **non prevede una fase di estrazione** (ad esempio nel caso dei metalli), il risultato può essere presentato non corretto per il recupero purché si dimostri, preferibilmente mediante adeguati materiali di riferimento certificati, il raggiungimento della concentrazione certificata tenendo conto dell'incertezza di misura (ovvero accuratezza di misura elevata). Va indicato il fatto che il risultato è presentato non corretto per il recupero.

Estrazione acida: correzione per il recupero obbligatoria?

- Il protocollo dello IRMM-PT-43 (arsenico inorganico) prevedeva di indicare la correzione per il recupero, se effettuata.
- Il metodo normato UNI CEN/TS 16731 utilizzato dal LNR prevede un'estrazione acida ma non indica che il risultato debba essere corretto per il recupero. Tuttavia la formulazione del punto D.1.2 del Reg. (CE) 333/2007 e s.m. (riportato nella diapositiva precedente) sembra richiederla, nel caso in cui il metodo includa una procedura di estrazione.
- Il quesito, inoltrato all'EU-RL HM, non aveva ancora ottenuto risposta. Il risultato è stato quindi corretto per il recupero, per ottemperare al dettato letterale del Regolamento, ottenendo uno z-score di 2.0.

Estrazione acida: correzione per il recupero obbligatoria? NO

- Nel corso del 11° Workshop dell'EURL HM (Geel, 5 ottobre 2016) la questione è stata chiarita dalla dott.ssa B. De La Calle, organizzatrice della prova valutativa, secondo la quale, durante la discussione per la revisione del Reg. (CE) 333/2007 in seguito all'introduzione dei tenori massimi per l'arsenico inorganico nel riso, (poi pubblicata come Reg. (UE) 582/2016) con il termine estrazione si è inteso riferirsi solo all'«estrazione con solventi».
- Il risultato dell'LNR, non corretto per il recupero, ha ottenuto un esito pienamente soddisfacente (z-score di 0,79).
- Tuttavia durante la discussione è stato sollevato il problema di una scarsa selettività del metodo UNI CEN/TS 16731 relativamente a specie metilate dell'arsenico che, se presenti, possono essere co-estratte e partecipare alla reazione di generazioni di idruri.

Sito Web – www.iss.it/meta

aggiornamenti e comunicazioni

- “Modifica al Regolamento (CE) n. 333/2007 per quanto riguarda i metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di alcuni contaminanti nei prodotti alimentari”.
- Pubblicazione sul sito web e comunicazione via e-mail in data 30.04.2016 della “Modifica al Regolamento (CE) n. 333/2007 per quanto riguarda i metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di alcuni contaminanti nei prodotti alimentari” e relativo documento. Data di pubblicazione: 30.04.2016.
- Pubblicazione sul sito web www.iss.it/meta della nota “Eurachem Workshop on Method Validation in Analytical Science. Current Practices and Future Challenges. Gent, 9-10 May 2016” e relativo link. Data di pubblicazione: 20.01.2016.
- Pubblicazione sul sito web www.iss.it/meta della nota “Raccomandazione della Commissione (EU) 2016/1111 del 6 luglio 2016 sul monitoraggio del nickel negli alimenti.” e relativo documento. Data di pubblicazione: 14.07.2016.

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

VI Workshop

Organizzato da

**Istituto Zooprofilattico Sperimentale
del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta**



**Centro di Riferenza Nazionale
per la Sorveglianza e il Controllo degli Alimenti
per gli Animali (C.Re.A.A.)**

e



Istituto Superiore di Sanità

**Dipartimento di Sanità Pubblica Veterinaria
e Sicurezza Alimentare (SPVSA)**

1-2 Dicembre 2016

**Sala conferenze
Istituto Zooprofilattico Sperimentale
del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta**

via Bologna 148, 10154 Torino

OBIETTIVI DEL WORKSHOP

L'Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta (IZSTO), Centro di Riferenza Nazionale per la Sorveglianza e il Controllo degli Alimenti per gli Animali (C.Re.A.A.), e l'Istituto Superiore di Sanità, Dipartimento di Sanità Pubblica Veterinaria e Sicurezza Alimentare (ISS-SPVSA), in qualità di laboratori nazionali di riferimento (LNR) per i metalli pesanti negli alimenti e nei mangimi e per gli additivi nei mangimi, organizzano l'annuale workshop di aggiornamento tecnico-analitico in merito alle attività condotte dai LNR nell'ambito del sistema di controllo degli alimenti e dei mangimi.

L'incontro rappresenta un momento di confronto fra le varie figure coinvolte nei controlli ufficiali (rete degli Istituti Zooprofilattici Sperimentali, AASSLL e Agenzie Regionali per l'Ambiente, ICQRF) al fine di condividere eventuali criticità e ottimizzare le attività svolte.

RELATORI E MODERATORI

Maria Cesarina Abete, IZSTO – C.Re.A.A.
Alessandro Benedetto, IZSTO – C.Re.A.A.
Paola Brizio, IZSTO – C.Re.A.A.
Laura Ciaralli, EURL-CEFAO
Silvia Ciardullo, ISS-SPVSA
Maria Ciprotti, EURL-CEFAO
Cinzia Civitareale, ISS-SPVSA
Maurizio Fiori, ISS-SPVSA
Francesco Ingravalle, IZSTO – BEAR
Stefania Morelli, ISS – SPVSA
Augusto A. Pastorelli, ISS – SPVSA
Marina Patriarca, ISS – SPVSA
Valeria Patriarca, ISS – SPVSA
Antonella Semeraro, ISS – SPVSA
Stefania Squadrone, IZSTO – C.Re.A.A.
Paolo Stacchini, ISS – SPVSA

RESPONSABILI SCIENTIFICI

Maria Cesarina Abete, Centro di Riferenza Nazionale per la Sorveglianza e il Controllo degli Alimenti per gli Animali (C.Re.A.A.)
Paolo Stacchini, Reparto Metodologie e indicatori per la sicurezza chimica nelle filiere alimentari e salute umana, SPVSA, Istituto superiore di sanità
Marina Patriarca, LNR Metalli Pesanti negli Alimenti, SPVSA, ISS
Stefania Squadrone, LNR Metalli Pesanti e Additivi nei Mangimi, IZSTO, C.Re.A.A.

9 Crediti



Indagine disponibilità nei laboratori di metodi per l'arsenico negli alimenti

1. Comunicazione del Ministero della salute, Direzione generale per l'igiene e la sicurezza degli alimenti e la nutrizione, Ufficio VI – ex DGISAN, Direttore generale Dr. Giuseppe Ruocco, prot. DGISAN 0000031-P-04/01/2016
2. predisposta, con e-mail del 20.01.2016 e successivo richiamo in data 16.02.2016, un'indagine sulla disponibilità nei laboratori incaricati del controllo ufficiali di metodi accreditati per la determinazione a) dell'arsenico inorganico b) dell'arsenico totale, nel riso; e inoltre sulla disponibilità nei laboratori incaricati del controllo ufficiali di metodi anche non accreditati per la determinazione c) dell'arsenico inorganico d) dell'arsenico totale, in altri alimenti.
3. Alla data del 16.03.2016, la disponibilità dei metodi indicati risultava come segue:
 - a) due laboratori + due con metodo in corso di validazione; b) sei laboratori+ uno con metodo in corso di validazione; c) tre laboratori+ tre con metodo in corso di validazione; d) diciassette laboratori.

Disponibilità di metodi normati / studi collaborativi per l'arsenico

SPECIFICA TECNICA	Prodotti alimentari Determinazione dei composti dell'arsenico reagenti all'idruro nel riso mediante spettrometria ad assorbimento atomico (AAS-idruro) in seguito di estrazione acida	UNI CEN/TS 16731 DICEMBRE 2014
----------------------	---	--

1

Norma numero : UNI EN 16802:2016

2

Titolo : Prodotti alimentari - Determinazione di elementi e loro specie chimiche - Determinazione di arsenico inorganico nei prodotti alimentari di origine marina e vegetale per scambio anionico HPLC-ICP-MS

Data entrata in vigore : 28 aprile 2016

[Food Chem.](#) Dec 15 2016;213:169-79. doi: 10.1016/j.foodchem.2016.06.033.

Accuracy of a method based on atomic absorption spectrometry to determine inorganic arsenic in food: Outcome of the collaborative trial IMEP-41.

[Fiamegkos I](#)¹, [Cordeiro F](#)¹, [Robouch P](#)¹, [Vélez D](#)², [Devesa V](#)², [Raber G](#)³, [Sloth JJ](#)⁴, [Rasmussen RR](#)⁴, [Llorente-Mirandes T](#)⁵, [Lopez-Sanchez JF](#)⁵, [Rubio R](#)⁵, [Cubadda F](#)⁶, [D'Amato M](#)⁶, [Feldmann J](#)⁷, [Raab A](#)⁷, [Emteborg H](#)¹, [de la Calle MB](#)⁸.

3

Abstract

A collaborative trial was conducted to determine the performance characteristics of an analytical method for the quantification of inorganic arsenic (iAs) in food. **The method is based on (i) solubilisation of the protein matrix with concentrated hydrochloric acid to denature proteins and allow the release of all arsenic species into solution, and (ii) subsequent extraction of the inorganic arsenic present in the acid medium using chloroform followed by back-extraction to acidic medium. The final detection and quantification is done by flow injection hydride generation atomic absorption spectrometry (FI-HG-AAS).** The seven test items used in this exercise were reference materials covering a broad range of matrices: mussels, cabbage, seaweed (hijiki), fish protein, rice, wheat, mushrooms, with concentrations ranging from 0.074 to 7.55mg kg⁻¹. The relative standard deviation for repeatability (RSDr) ranged from 4.1 to 10.3%, while the relative standard deviation for reproducibility (RSDR) ranged from 6.1 to 22.8%.

- **KEYWORDS:** Algae; Cereals; Collaborative trial; Fish; Inorganic arsenic; Mushrooms; Mussels; Vegetables