



Aggiornamenti dall'EU-RL-CEFAO

Laura Ciaralli

*Laboratorio Europeo di Riferimento per gli Elementi Chimici
in Alimenti di Origine Animale*

Torino 13-14 Dicembre 2018

MEETING OF THE DIRECTORS OF EU REFERENCE LABORATORIES IN THE FIELD OF ANIMAL HEALTH AND FOOD AND FEED SAFETY

8 EURLs in the UK finiranno il loro mandato il 31-12-2018.

Le attribuzioni di certi EURL sono state assegnate ad altri EURL operanti nelle stesse aree.

REGOLAMENTO DI ESECUZIONE (UE) 2018/1587 DELLA COMMISSIONE del 22 ottobre 2018 che revoca la designazione dell'Istituto Superiore di Sanità, Roma, Italia, quale laboratorio europeo di riferimento per i residui di cui all'allegato I, categoria B, punto 3 c), della direttiva 96/23/CE del Consiglio

European Union Reference Laboratory for Metals and Nitrogenous Compounds in Feed and Food

24 anni di attività come organizzatore di Prove Valutative

1994: As, Cd, Hg e Pb in soluzioni acquose

1995-1996: As, Cd, Hg e Pb in soluzioni acquose (II esercizio)

As, Cd, Hg e Pb in soluzioni acquose arricchite con sali

1997: As, Cd, Hg e Pb in soluzioni acquose (II esercizio)

As, Cd, Hg e Pb in mineralizzati di muscolo bovino

1998-1999: As, Cd, Cu, Hg e Pb in sol. acquose arricchite con sali

As, Cd, Cu, Hg e Pb in liofilizzato di muscolo bovino (IRMM)

2000: As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Se e Zn in sol. acquose con sali

As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Se e Zn liofilizzato di muscolo bovino (IRMM)

2001: As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Ni, Pb, Se e Zn in sol. acquose con sali

As, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Se nel miele (eucalyptus e acacia)



2005: As, Cd, Pb e Hg in liofilizzato di pesce

2006: As, Cd e Pb in liofilizzato di carne bovina (2 livelli)
As, Cd e Pb in latte liofilizzato (2 livelli)

2007: As, Cd e Pb in latte liofilizzato (2 livelli)
As, Cd e Pb in liofilizzato di carne suina
As, Cd, Hg e Pb in liofilizzato di pesce

2008: As, Cd e Pb in latte liofilizzato (2 livelli) As, Cd e Pb in liofilizzato di pesce
As, Cd , Hg e Pb in liofilizzato di carne bovina

2009: As, Cd e Pb e Hg latte liofilizzato (2 livelli)
As, Cd , Hg e Pb in liofilizzato di pesce

ACCREDITAMENTO ISO 17045

2010: As, Cd, Hg e Pb in liofilizzato di pesce
As, Cd e Pb in latte
As, Cd, Hg e Pb pesce congelato

2011: As, d e Pb in fegato bovino congelato
As, Cd e Pb in liofilizzato di carne

2012: As, Cd ed Pb in latte
Cd e Pb in “latte” in polvere per lattanti

2013: Cd, Pb, Cu e Hg carne congelata
Cd e Pb in miele

2014: Cd, Pb, Cu e Hg in rene congelato
As, Cd, Hg e Pb in liofilizzato di mitili



2015: Cd, Mo e Pb in “latte” in polvere per lattanti;
As, Cd, Hg e Pb in liofilizzato di pesce



2016: Hg, Cd e Pb in miele;
As, Cd e Pb in latte;

2017: Cd, Cu, Hg e Pb liofilizzato di carne;
As, Cd, Ni e Pb in “latte” per lattanti in polvere e liquido

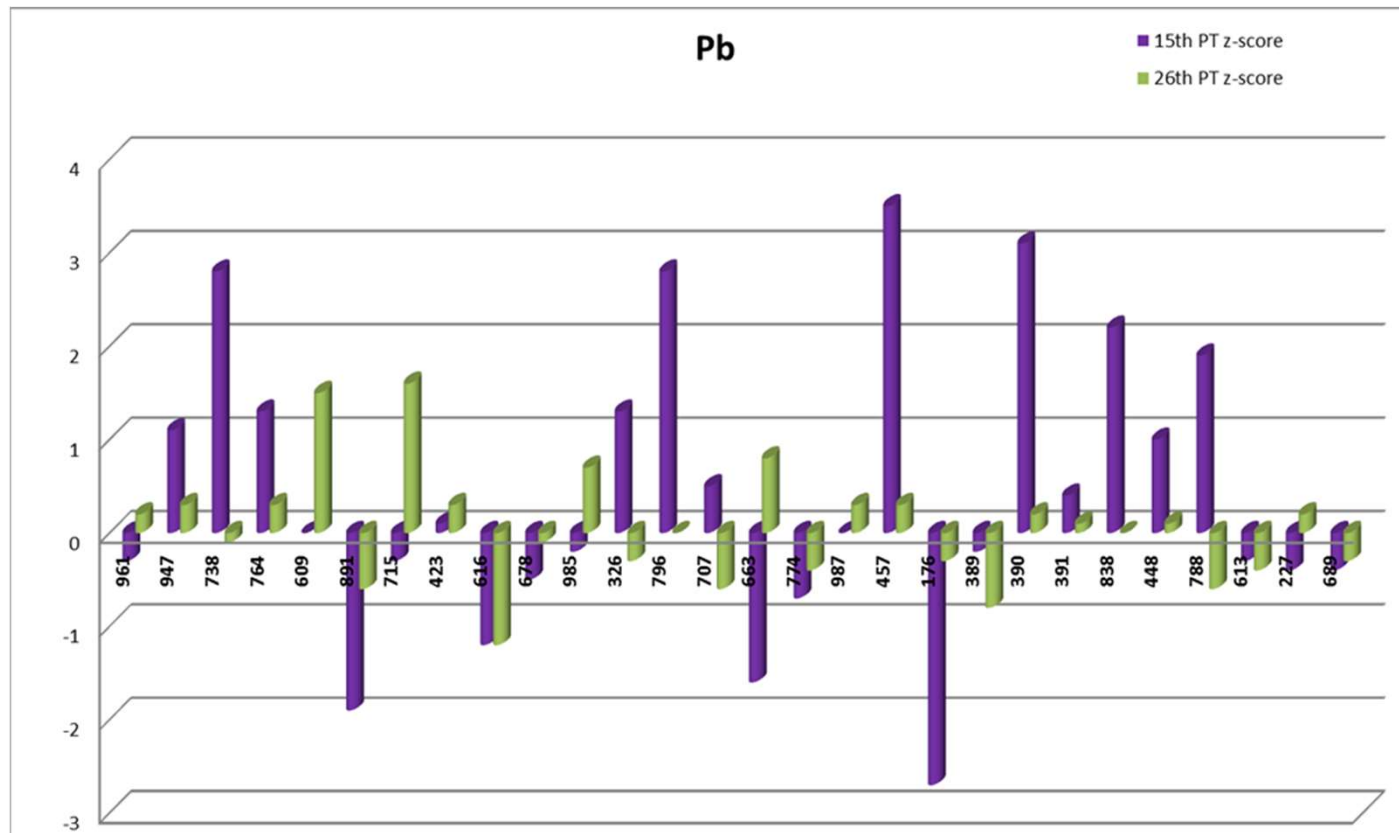
2018: Cd, Pb, Ni e As totale e Hg in mitili congelati
Ca, Cd, Pb, Sn e Hg totale alimento trasformato
(arrosto di maiale)

Comparazione tra le prestazioni ottenute in PT basati su carne liofilizzata

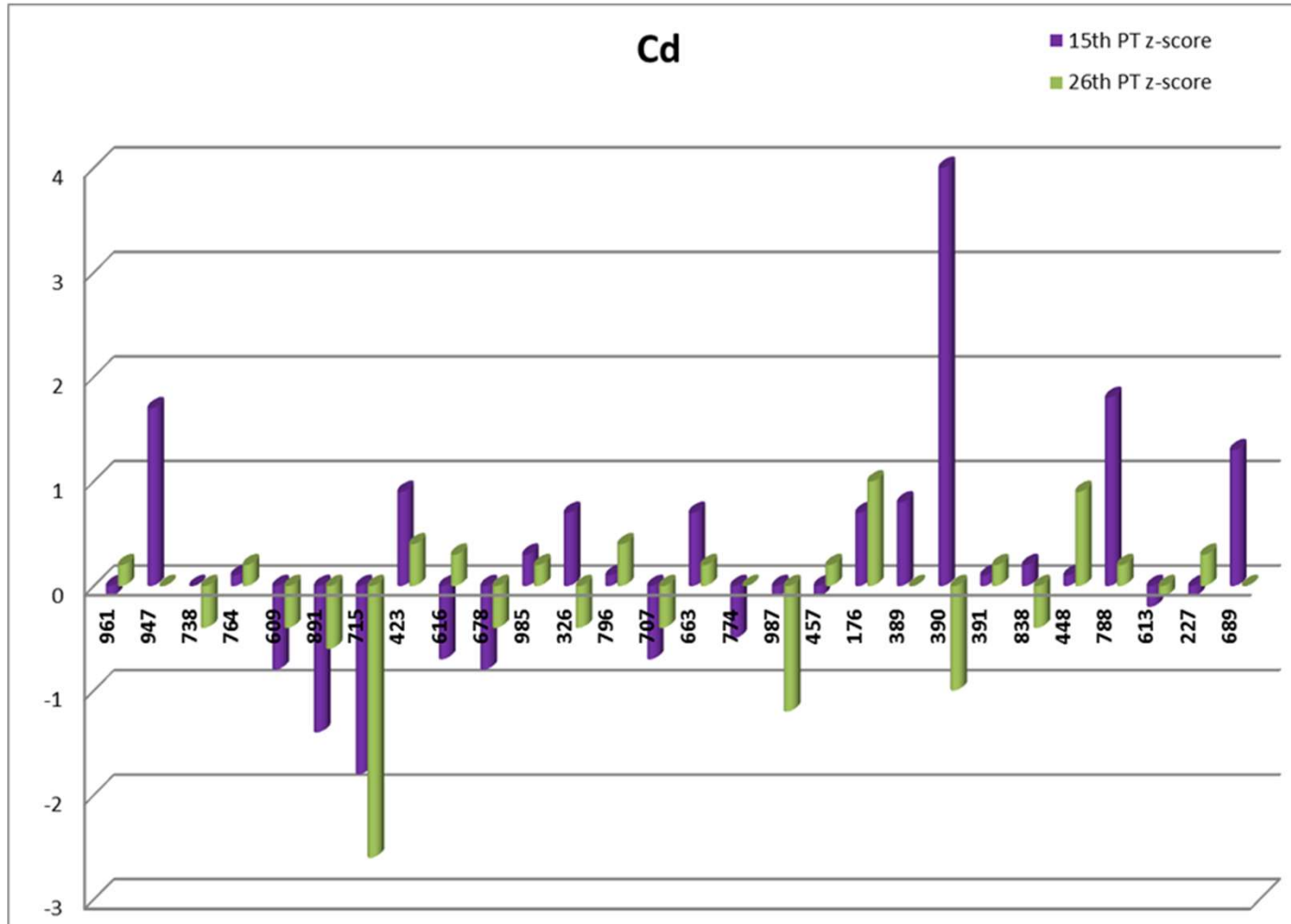
PT (year)	12 th PT (2008)		15 th PT (2011)		26 th PT (2017)	
Analytes <i>X_{pt}</i>	Cd <i>0.064</i>	Pb <i>0.171</i>	Cd <i>0.069</i>	Pb <i>0.142</i>	Cd <i>0.0259</i>	Pb <i>0.125</i>
	z-scores %		z-scores %		z-scores %	
 z ≤ 2	92	84.5	97	80.5	97	100
2 < z < 3	8	11.5	-	13	3	-
 z ≥ 3	-	4	3	6.5	-	-

Performance dei partecipanti 26th PT vs 15th PT

- 26th PT and 15th PT (entrambi su campioni di carne liofilizzata)
- Concentrazione di Pb: 0.125 mg/kg (26th PT) e 0.142 mg/kg (15th PT)
- Concentrazione di Cd: 0.0259 mg/kg (26th PT) e 0.069mg/kg (15th PT)



Performance dei partecipanti 26th PT vs 15th PT



28th PT: Mitili congelati

Element	Assigned value (mg/kg)	U_x (mg/kg)	σ_{pt} (mg/kg)	$\sigma_{pHorwitz}$ (mg/kg)
As	2.02	0.03	0.22	0.29
Cd	0.382	0.006	0.040	0.071
Hg	0.194	0.004	0.021	0.040
Ni	0.119	0.002	0.019	0.026
Pb	0.335	0.007	0.046	0.063



RESULTS and z-scores

Lab. Code	As			Cd			Hg			Ni			Pb		
	Result mg/kg	z-score	z-score σ_{pt}	Result mg/kg	z-score	z-score σ_{pt}	Result mg/kg	z-score	z-score σ_{pt}	Result mg/kg	z-score	z-score σ_{pt}	Result mg/kg	z-score	z-score σ_{pt}
126				0.376	-0.2	-0.1	0.204	0.5	0.3				0.335	0.0	0.0
159	2.157	0.6	0.5	0.406	0.6	0.3	0.195	0.0	0.0	0.126	0.4	0.3	0.346	0.2	0.2
178	1.83	-0.9	-0.7	0.357	-0.6	-0.4	0.192	-0.1	-0.1	0.128	0.5	0.3	0.380	1.0	0.7
184	2.09	0.3	0.2	0.378	-0.1	-0.1	0.17	-1.1	-0.6				0.315	-0.4	-0.3
202	2.11	0.4	0.3	0.375	-0.2	-0.1	0.181	-0.6	-0.3	0.115	-0.2	-0.2	0.332	-0.1	0.0
203	1.876	-0.7	-0.5	0.368	-0.4	-0.2	0.2098	0.8	0.4	0.111	-0.4	-0.3	0.333	0.0	0.0
212	2.145	0.6	0.4	0.372	-0.3	-0.1				0.105	-0.7	-0.5	0.353	0.4	0.3
232				0.44	1.5	0.8	0.20	0.3	0.2	0.113	-0.3	-0.2	0.46	2.7	2.0
296	1.89	-0.6	-0.4	0.356	-0.7	-0.4	0.201	0.3	0.2	0.112	-0.4	-0.3	0.354	0.4	0.3
297	2.09	0.3	0.2	0.403	0.5	0.3	0.223	1.4	0.7	0.106	-0.7	-0.5	0.338	0.1	0.0
298	1.88	-0.6	-0.5	0.361	-0.5	-0.3				0.127	0.4	0.3	0.298	-0.8	-0.6
326	2.03	0.0	0.0	0.331	-1.3	-0.7	0.147	-2.2	-1.2	0.139	1.1	0.8	0.274	-1.3	-1.0
410	1.92	-0.5	-0.3	0.39	0.2	0.1	0.20	0.3	0.2	0.11	-0.5	-0.3	0.33	-0.1	-0.1
414	2.07	0.2	0.2	0.398	0.4	0.2	0.225	1.5	0.8	0.121	0.1	0.1	0.339	0.1	0.1
440	2.094	0.3	0.3	0.404	0.6	0.3	0.180	-0.7	-0.4	0.133	0.7	0.5	0.337	0.0	0.0
444	1.88	-0.6	-0.5	0.4	0.5	0.3	0.2	0.3	0.2	0.08	-2.1	-1.5	0.31	-0.5	-0.4
453	2.04	0.1	0.1	0.387	0.1	0.1	0.195	0.0	0.0	0.112	-0.4	-0.3	0.336	0.0	0.0
485				0.412	0.8	0.4	0.199	0.2	0.1				0.363	0.6	0.4
499	1.457	-2.6	-1.9	0.424	1.1	0.6	0.156	-1.8	-1.0	0.232	5.9	4.3	0.372	0.8	0.6
506				0.385	0.1	0.0	0.184	-0.5	-0.3				0.323	-0.3	-0.2
531	2.043	0.1	0.1	0.367	-0.4	-0.2	0.183	-0.5	-0.3	0.190	3.7	2.7	0.305	-0.7	-0.5
611	2.02	0.0	0.0	0.368	-0.4	-0.2	0.197	0.1	0.1	0.125	0.3	0.2	0.301	-0.7	-0.5
626	1.95	-0.3	-0.2	0.38	-0.1	0.0				0.11	-0.5	-0.3	0.36	0.5	0.4
699	2.047	0.1	0.1	0.353	-0.7	-0.4	0.184	-0.5	-0.3				0.269	-1.4	-1.0
709	1.77	-1.1	-0.9	0.396	0.4	0.2	0.176	-0.9	-0.5	0.111	-0.4	-0.3	0.345	0.2	0.2
759	1.94	-0.4	-0.3	0.367	-0.4	-0.2	0.179	-0.7	-0.4	0.102	-0.9	-0.7	0.312	-0.5	-0.4
769				0.385	0.1	0.0	0.182	-0.6	-0.3	0.130	0.6	0.4	0.333	0.0	0.0
770							0.213	0.9	0.5						
795	1.9	-0.5	-0.4	0.46	2.0	1.1	0.20	0.3	0.2	0.126	0.4	0.3	0.373	0.8	0.6
950	1.833	-0.9	-0.6	0.376	-0.2	-0.1	0.193	0.0	0.0	0.303	9.7	7.1	0.276	-1.3	-0.9
960	2.311	1.3	1.0	0.324	-1.5	-0.8	0.203	0.4	0.2				0.328	-0.2	-0.1
961	1.9	-0.5	-0.4	0.37	-0.3	-0.2	0.18	-0.7	-0.4	0.11	-0.5	-0.3	0.31	-0.5	-0.4
967	2.3	1.3	1.0	0.43	1.2	0.7	0.19	-0.2	-0.1	0.19	3.7	2.7	0.36	0.5	0.4
984	2.13	0.5	0.4	0.396	0.4	0.2	0.182	-0.6	-0.3	0.127	0.4	0.3	0.338	0.1	0.0
986	2.06	0.2	0.1	0.401	0.5	0.3	0.217	1.1	0.6	<0.4			0.360	0.5	0.4
991	2.04	0.1	0.1	0.390	0.2	0.1	0.194	0.0	0.0	0.119	0.0	0.0	0.353	0.4	0.3

Cd

- Tutti i partecipanti ottennero z-score <2

As, Hg e Pb

- Per questi elementi soltanto un laboratorio ha ottenuto uno z-score tra 2 and 3

Ni

- La peggiore performance (1 censored result, 1 questionable e 4 z-scores insoddisfacenti).



PT:	25	Matrix:	Milk
------------	----	----------------	------

Assigned value and Standard Deviations for proficiency assessment



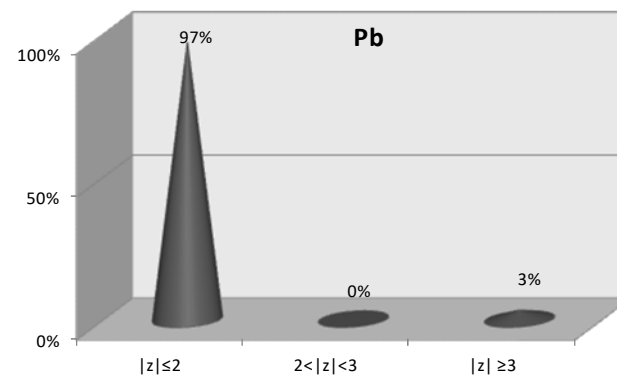
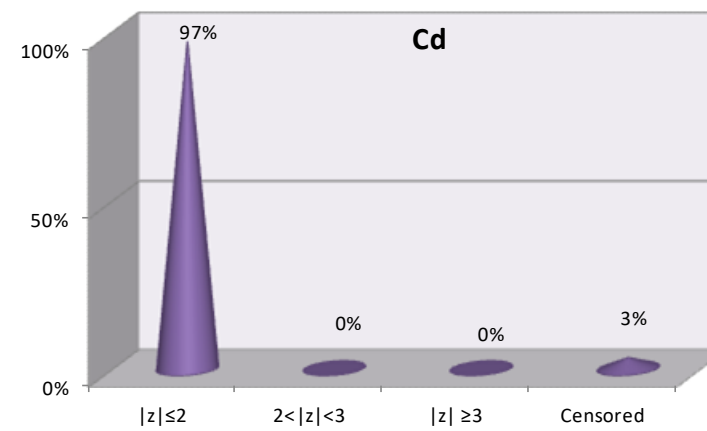
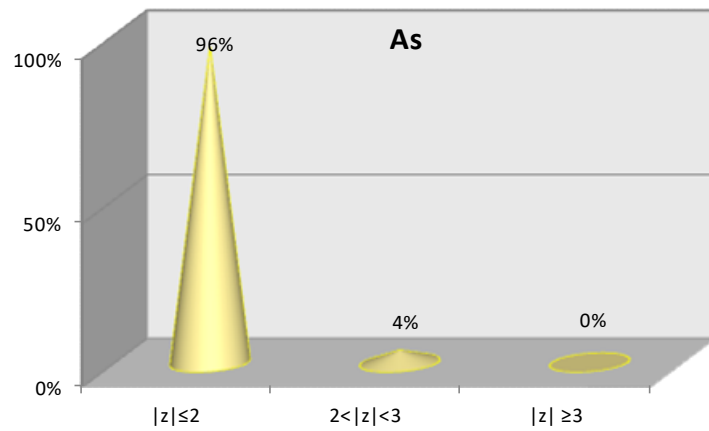
Element	Assigned value (mg/kg)	u_x (mg/kg)	σ_{pt} (mg/kg)	$\sigma_{pHorwitz}$ (mg/kg)
As	0,042	0,001	0,006	0,009
Cd	0,0066	0,0001	0,0010	0,0015
Pb	0,0189	0,0004	0,0037	0,0042

RESULTS and z-scores

Lab. Code	As			Cd			Pb		
	Result mg/kg	z-score σ_{pt}	z-score $\sigma_{pHorwitz}$	Result mg/kg	z-score σ_{pt}	z-score $\sigma_{pHorwitz}$	Result mg/kg	z-score σ_{pt}	z-score $\sigma_{pHorwitz}$
135	0,0421	0,0	0,0	0,00650	-0,1	-0,1	0,0177	-0,3	-0,3
166	0,0409	-0,2	-0,1	0,0074	0,8	0,5	0,0164	-0,7	-0,6
242	0,048	1,0	0,7	0,0075	0,9	0,6	0,018	-0,2	-0,2
263	0,038	-0,7	-0,4	0,007	0,4	0,3	0,022	0,8	0,7
266				0,0043	-2,3	-1,5	0,0199	0,3	0,2
303	0,0445	0,4	0,3	0,0066	0,0	0,0	0,0220	0,8	0,7
314	0,043	0,2	0,1	0,007	0,4	0,3	0,022	0,8	0,7
348	0,0459	0,7	0,4	0,0070	0,4	0,3	0,0186	-0,1	-0,1
349	0,042	0,0	0,0	0,006	-0,6	-0,4	0,020	0,3	0,3
386	0,0406	-0,2	-0,2	0,00615	-0,5	-0,3	0,0179	-0,3	-0,2
387	0,0444	0,4	0,3	0,00681	0,2	0,1	0,0220	0,8	0,7
387	0,0417	-0,1	0,0	0,0054	-1,2	-0,8	0,0204	0,3	0,3



25th PT: Latte

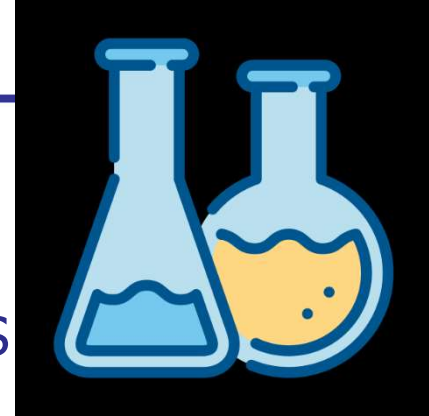


Determinazione del criterio di valutazione delle prestazioni dei laboratori (σ_{pt})

Misura della dispersione dei dati usata nella valutazione dei risultati di un PT.



MEAT, OFFAL, FISH, MUSSELS		
Element	Concentration (C) µg/kg	Equation
As	≤ 120	$\sigma_{pt} = \sigma_{\text{Horwitz-Thompson}} = 0.22C$
	>120 – ≤ 500	$\sigma_{pt} = (321+0.020C^2)^{0.5}$
	>500 – ≤ 1000	$\sigma_{pt} = 0.14C$
	>1000 – ≤ 10000	$\sigma_{pt} = 0.11C$
	>10000	$\sigma_{pt} = 0.08C$
Cd	≤ 600	$\sigma_{pt} = (18+0.011C^2)^{0.5}$
	> 600	$\sigma_{pt} = 0.10C$
Pb, Ni	≤ 150	$\sigma_{pt} = (62+0.020C^2)^{0.5}$
	>150 – ≤ 350	$\sigma_{pt} = (118+0.018C^2)^{0.5}$
	> 350 – ≤ 800	$\sigma_{pt} = (128+0.017C^2)^{0.5}$
	> 800	$\sigma_{pt} = 0.10C$
Ca, Sn	≤ 120	$\sigma_{pt} = \sigma_{\text{Horwitz-Thompson}} = 0.22C$
	> 120	$\sigma_{pt} = \sigma_{\text{Horwitz}}$
MILK and INFANT FORMULA (based on animal proteins)		
Element	Concentration (C) µg/kg	Equation
As	≤ 70	$\sigma_{pt} = (22+0.031 C^2)^{0.43}$
	> 70	$\sigma_{pt} = 0.13C$
Cd	≤ 10	$\sigma_{pt} = (0.07+0.022C^2)^{0.5}$
	> 10	$\sigma_{pt} = 0.15C$
Pb	≤ 60	$\sigma_{pt} = (1.88+0.053C^2)^{0.43}$
	> 60	$\sigma_{pt} = 0.16C$
Mo	≤ 60	$\sigma_{pt} = (1.88+0.053C^2)^{0.43}$
	> 60	$\sigma_{pt} = 0.16C$
Ni	≤ 120	$\sigma_{pt} = \sigma_{\text{Horwitz-Thompson}} = 0.22C$
	> 120	$\sigma_{pt} = \sigma_{\text{Horwitz}}$
FISH and MUSSELS		
Element	Concentration (C) µg/kg	Equation
Hg	< 30	$\sigma_{pt} = 0.18C$
	≥ 30 – ≤ 800	$\sigma_{pt} = (18+0.011C^2)^{0.5}$
	> 800	$\sigma_{pt} = 0.10C$
MEAT and OFFAL		
Element	Concentration (C) µg/kg	Equation
Hg	< 50	$\sigma_{pt} = 0.12C$
Cu	All	$\sigma_{nt} = 0.08C$



- Direct determination of Aluminium in milk by GFAAS
- Direct determination of Cadmium and Lead in honey by GFAAS
- Determination of Copper in meat by GFAAS
- Determination of Cadmium and Lead in powdered infant formula by ICP-MS
- Suggestions on the application of the EN method 14546 on the determination of total Arsenic in freeze-dried mussels by Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry after dry ashing
- Determination of Cadmium and Lead in powdered infant formula by GF-AAS

- Determination of inorganic Arsenic in fresh mussels using water bath extraction and Anion Exchange Chromatography-Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry
- Determination of Molybdenum in powdered infant formula by Quadrupole ICP-MS
- Determination of Nickel in infant formula by GFAAS after microwave assisted sample digestion
- Determination of Nickel in powdered and liquid infant formula by ICP-MS
- Determination of Cadmium and Lead in honey by GFAAS after microwave (MW) assisted sample digestion
- Determination of Calcium in processed food by ICP-MS

2018

Calcio (Ca), Stagno (Sn), Nickel (Ni) e Selenio (Se)

COMMISSION REGULATION (EU) 2016/582

Parameter	Criterion				
Recovery	The provisions of point D.1.2 apply				
LOD	= three tenths of LOQ				
LOQ	Inorganic tin	≤ 10 mg/kg			
	Lead	ML ≤ 0,01 mg/kg	0,01 < ML ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < ML < 0,1 mg/kg	ML ≥ 0,1 mg/kg
		≤ ML	≤ two thirds of the ML	≤ two fifths of the ML	≤ one fifth of the ML
	Cadmium, mercury, inorganic arsenic	ML is < 0,100 mg/kg		ML is ≥ 0,100 mg/kg	
≤ two fifths of the ML		≤ one fifth of the ML			

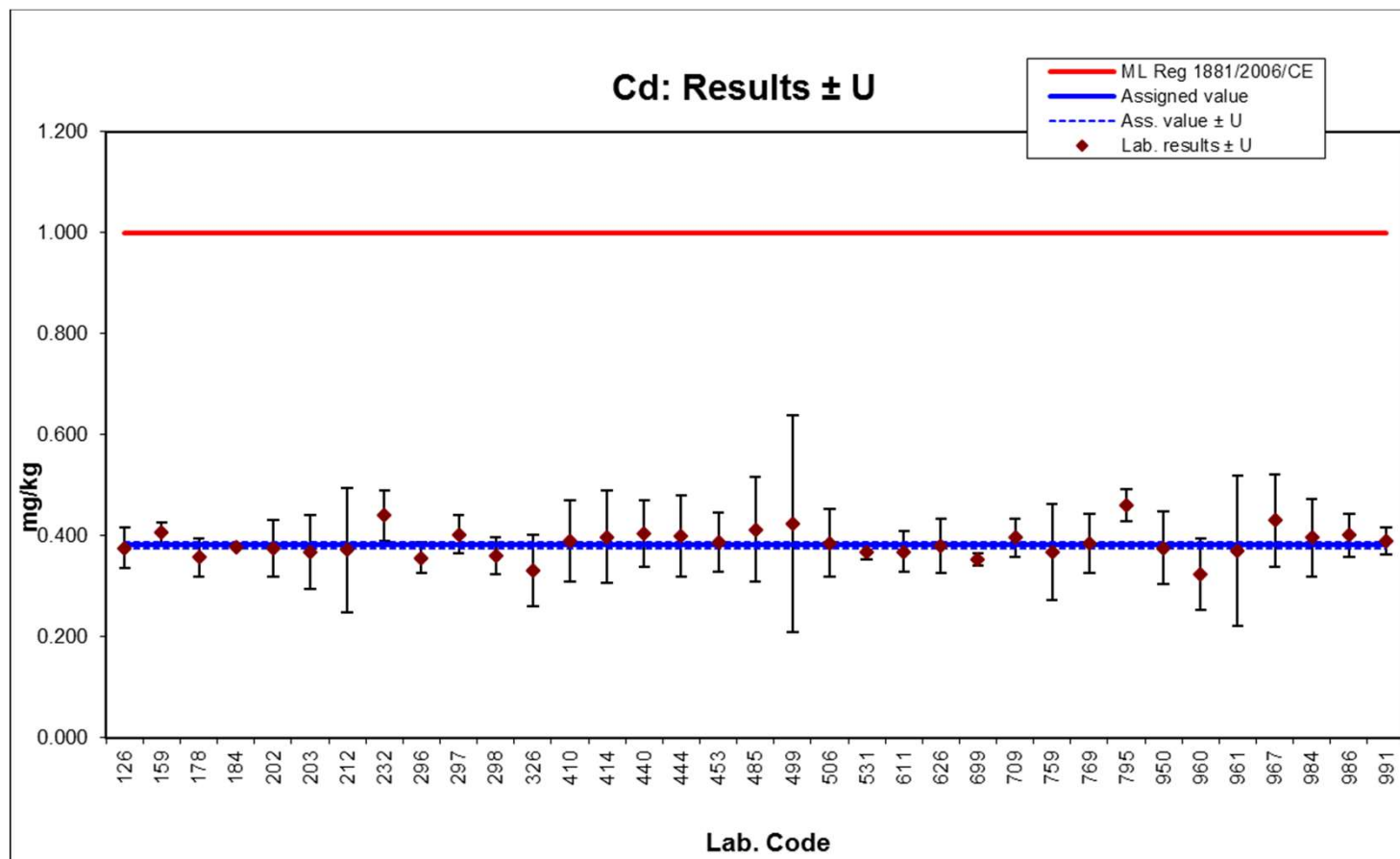
COMMISSION REGULATION (EC) No 333/2007

D.2.1. Acceptance of a lot/sublot

The lot or sublot is accepted if the analytical result of the laboratory sample does not exceed the respective maximum level as laid down in Regulation (EC) No 1881/2006 taking into account the expanded measurement uncertainty and correction of the result for recovery if an extraction step has been applied in the analytical method used.

28th PT: Mitili congelati

Consensus Value (mg/kg)	U _x (mg/kg)	ML (mg/kg)
0.382	0.006	1.000





Abbiamo investito tempo e risorse per produrre campioni per i PT utili per il network le cui reazioni sono state sempre pronte ed utili.

Anche i Laboratori Nazionali di Riferimento hanno investito tempo e risorse per migliorare le loro prestazioni.

Si può concludere che questa collaborazione ha avuto come risultato la creazione di un network che ha raggiunto ottimi risultati.



GRAZIE PER L'ATTENZIONE!

