

# Risultati dei PT 2017.2 e 2018.1

**Marina Patriarca, Valeria Patriarca**



Laboratorio  
Nazionale  
di  
Riferimento  
per  
i metalli  
pesanti  
negli  
alimenti

Istituto Superiore di Sanità

Dip.to di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria

Laboratorio Nazionale di Riferimento per i metalli pesanti negli alimenti

# Definizioni

## Confronto inter-laboratorio (interlaboratory comparison)

Organizzazione, esecuzione e valutazione di misurazioni o prove sugli stessi oggetti o su oggetti simili, da parte di due o più laboratori in conformità a condizioni prestabilite

## Prova valutativa inter-laboratorio (Proficiency test)

Valutazione delle prestazioni di un partecipante a fronte di criteri prestabiliti mediante confronti inter-laboratorio

# Confronti inter-laboratorio

## Misurazione

Confronti chiave  
Procedure BIPM  
[www.bipm.org](http://www.bipm.org)

## Procedura di misurazione

Convalida  
ISO 5725



## Materiali di riferimento

Certificazione  
ISO Guide 35

## Laboratori

Prove valutative (PT)  
ISO/IEC 17043  
ISO 13285

# Responsabilità e compiti degli LNR

## *Articolo 101*

- a) collaborano con i laboratori di riferimento dell'Unione europea e **partecipano a corsi di formazione e a prove comparative interlaboratorio da essi organizzati;**
- b) coordinano le attività dei laboratori ufficiali designati ai sensi dell'articolo 37, paragrafo 1, al fine di armonizzare e migliorare i metodi di analisi, prova o diagnosi di laboratorio e il loro impiego;
- c) se del caso, organizzano prove comparative interlaboratorio o prove valutative tra laboratori ufficiali, assicurano un debito follow-up di tali prove e **comunicano alle autorità competenti i relativi risultati e follow-up;**
- d) assicurano la trasmissione alle autorità competenti e ai laboratori ufficiali delle informazioni fornite dai laboratori di riferimento dell'Unione europea;

# PT svolti nel 2017

## PROVA VALUTATIVA 2017.1

Determinazione delle concentrazioni totali di As, Cd, Hg e Pb in mitili liofilizzati ed esercizi comparativi relativi alla determinazione delle concentrazioni di iAs e Ni nella stessa matrice.

Periodo di svolgimento gennaio – marzo 2017.

## PROVA VALUTATIVA 2017.2

Determinazione delle concentrazioni di As, iAs, Cd, Hg, Ni e Pb in alghe in polvere ed esercizi comparativi relativi alla determinazione delle concentrazioni di Al, Ag, Co, Cr, Fe, I, Mn, Mo, Cu, Se, Tl, U e Zn nella stessa matrice [finalità **ALIMENTI**]. Periodo di svolgimento giugno – luglio 2017.

# PT svolti nel 2018

## PROVA VALUTATIVA 2018.1

Determinazione delle concentrazioni totali di arsenico (As), cadmio (Cd), mercurio (Hg), nichel (Ni), piombo (Pb) e stagno (Sn) in passata di pomodoro.

Periodo di svolgimento marzo – maggio 2018.

# Organizzazione PT

LNR metalli pesanti negli alimenti

ISS > LNR metalli pesanti negli alimenti > Proficiency Tests



Proficiency Tests

Proficiency Tests organizzati dal Laboratorio Nazionale di Riferimento



## AREA RISERVATA PT

### Anno 2018

Prova valutativa 1/2018. Determinazione delle concentrazioni totali di arsenico (As), cadmio (Cd), mercurio (Hg), nichel (Ni), piombo (Pb) e stagno (Sn) in passata di pomodoro.

Laboratori partecipanti: 16

Materiali per la prova: passata di pomodoro.

Scadenza Registrazione: 27 marzo 2018.

Invio Campioni: 27 marzo 2018.

Scadenza per l'inserimento dei risultati: 15 maggio 2018.

Stato: **concluso**.

### Anno 2017

Prova valutativa 2/2017. Determinazione delle concentrazioni di arsenico totale (As), arsenico inorganico (iAs), cadmio (Cd), mercurio (Hg), nichel (Ni), piombo (Pb) in alghe in polvere.

Esercizi comparativi relativi alla determinazione delle concentrazioni di alluminio (Al), argento (Ag), cobalto (Co), cromo (Cr), ferro (Fe), iodio (I), manganese (Mn), molibdeno (Mo), rame (Cu), selenio (Se), tallio (Tl), uranio (U) e zinco (Zn) in alghe in polvere.

Laboratori partecipanti: 11

Materiali per la prova: alghe in polvere.

Scadenza Registrazione: 16 giugno 2017.

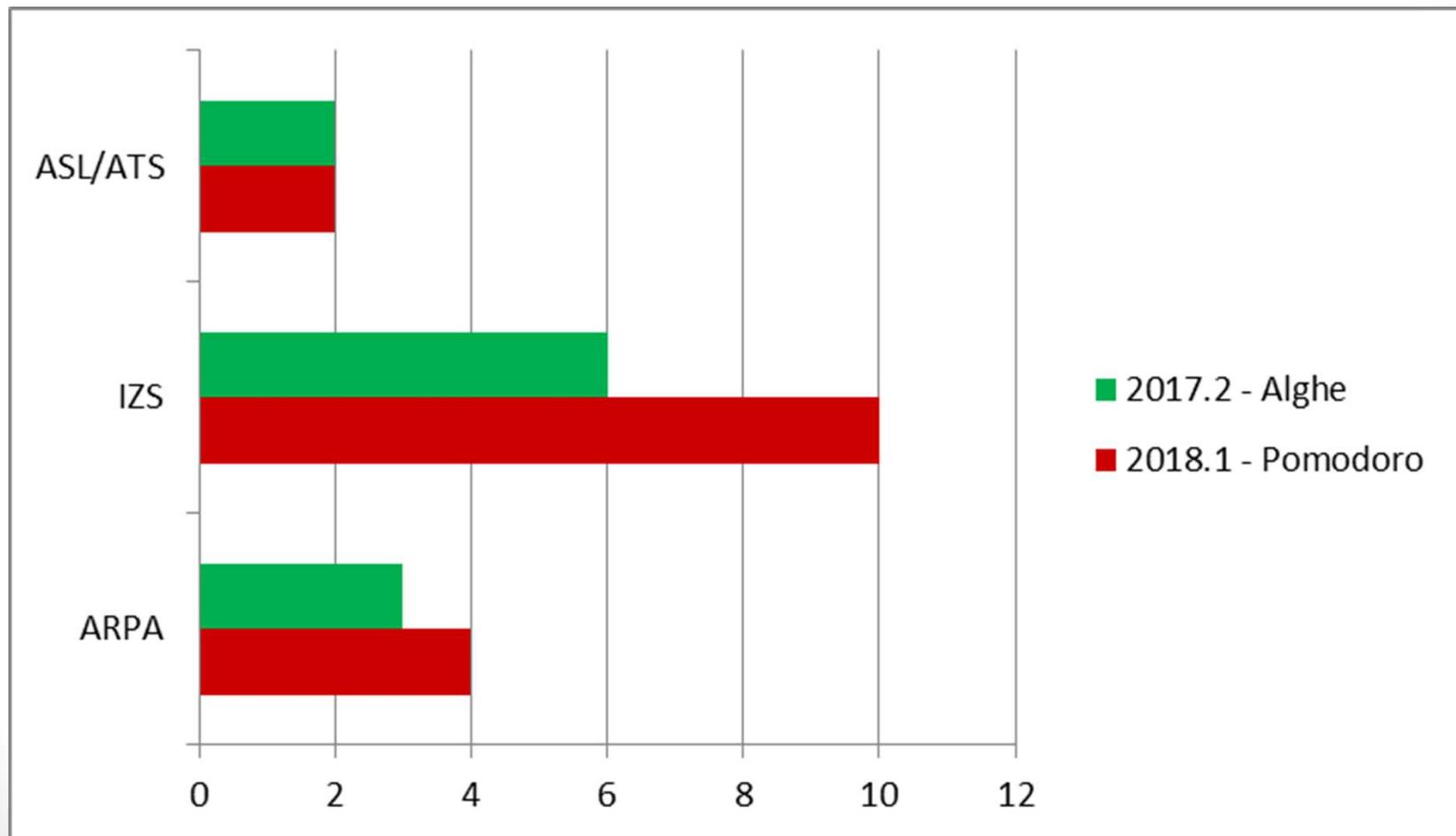
Invio Campioni: 20 giugno 2017.

Scadenza per l'inserimento dei risultati: 24 luglio 2017.

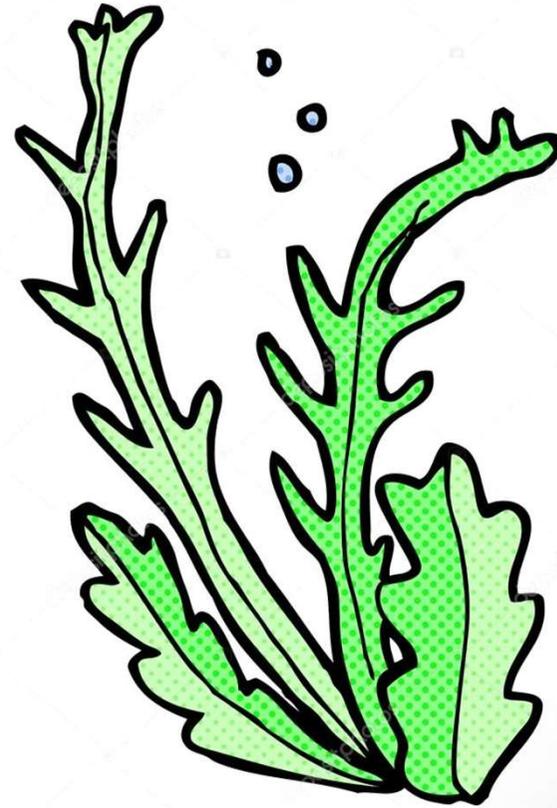
Stato: **concluso**.

VIII Workshop degli LNR Metalli pesanti negli alimenti, Metalli pesanti nei mangimi e Additivi nei mangimi, Torino 13-14 dicembre 2018

# Tipologia dei laboratori italiani che hanno partecipato alle prove valutative



# Risultati della PROVA VALUTATIVA 2017.2 Alghe in polvere



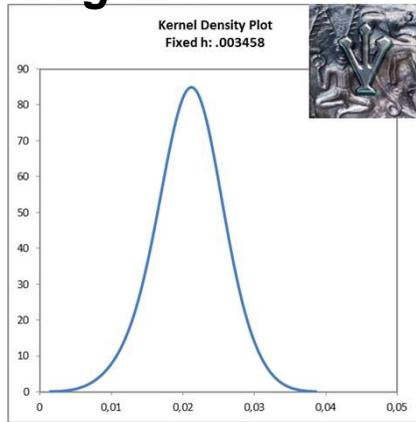
# Materiale utilizzato per la prova

## 2017.2:

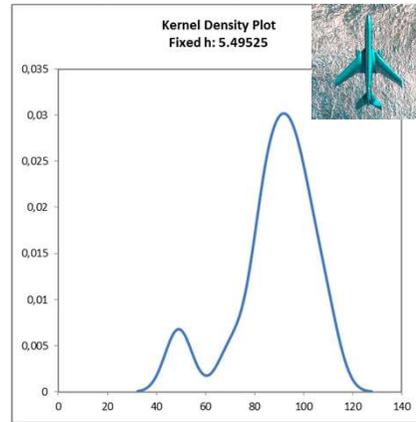
- Alghe in polvere
- Analiti: Ag, Al, As, iAs, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, I, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Tl, U e Zn
- Origine: Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (BVL) Referat di Berlino (LNR)
- Prova organizzata in collaborazione tra BVL, C.Re.AA. e ISS.

# Kernel Density Plot

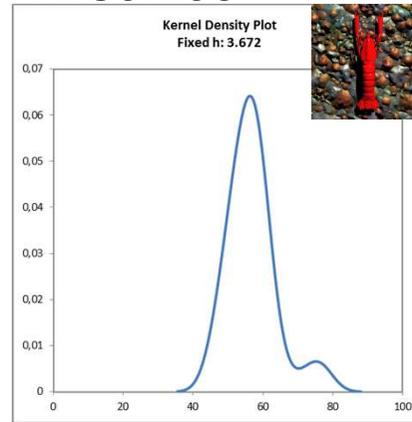
## Argento



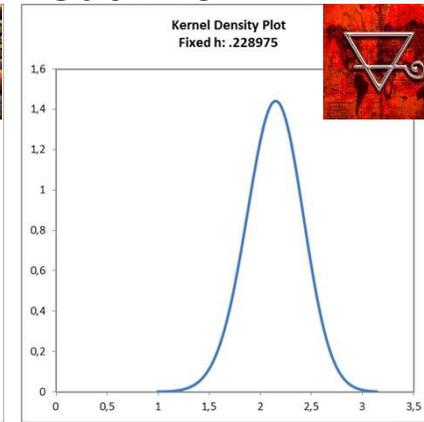
## Alluminio



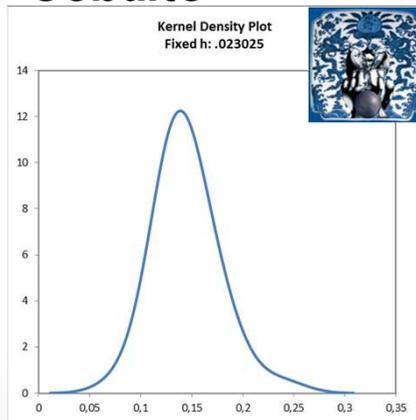
## Arsenico



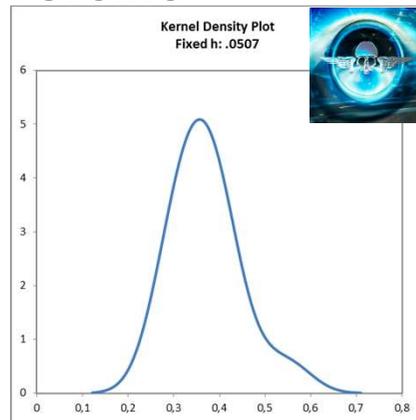
## Cadmio



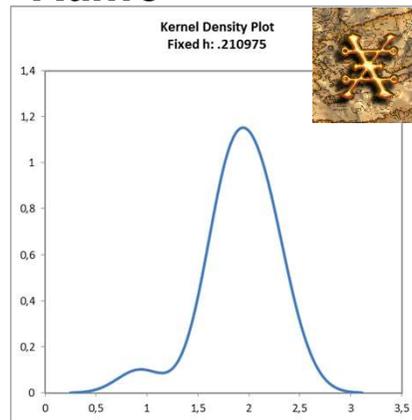
## Cobalto



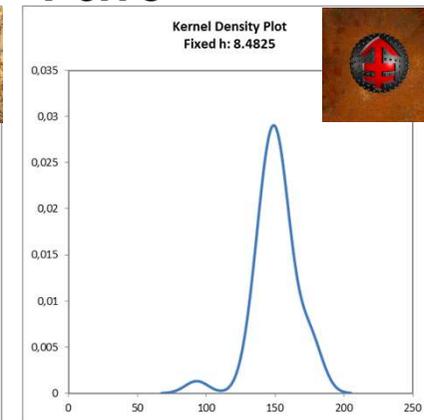
## Cromo



## Rame

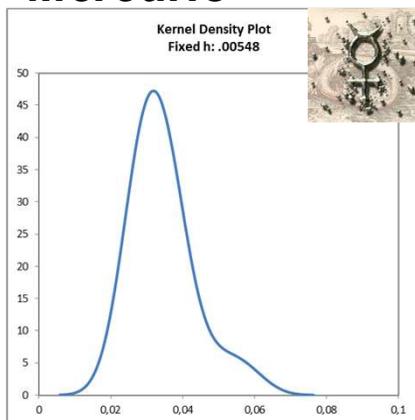


## Ferro

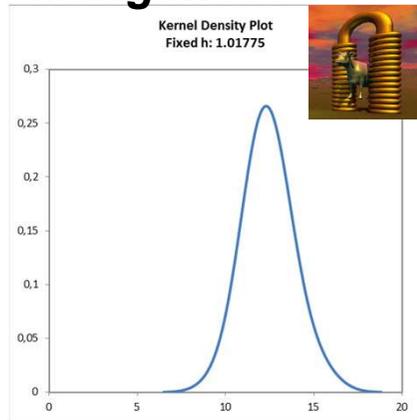


# Kernel Density Plot

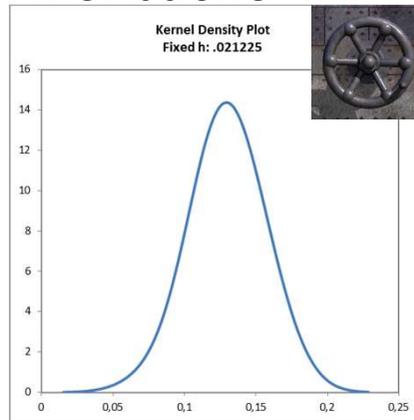
## Mercurio



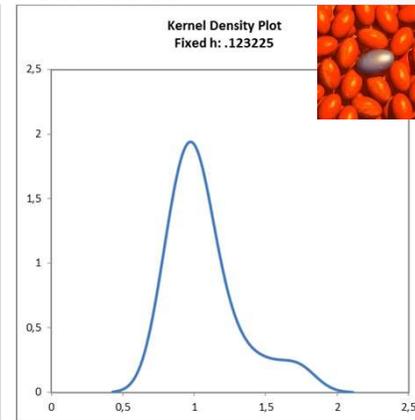
## Manganese



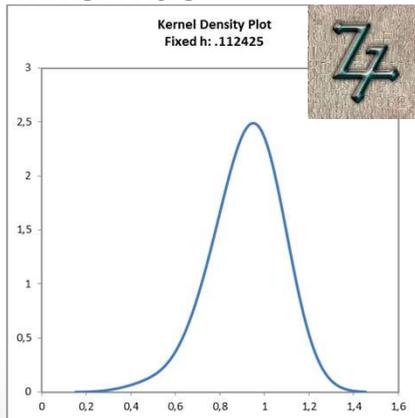
## Molibdeno



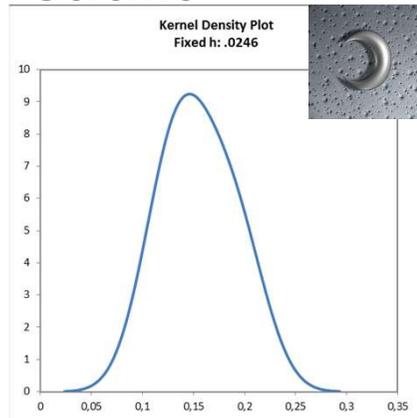
## Nichel



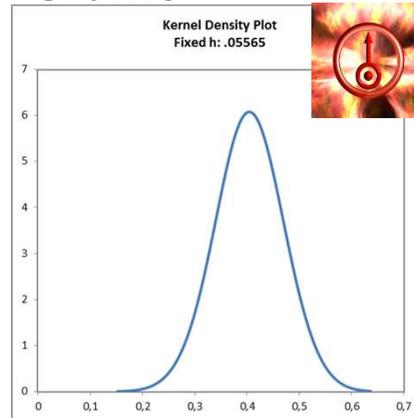
## Piombo



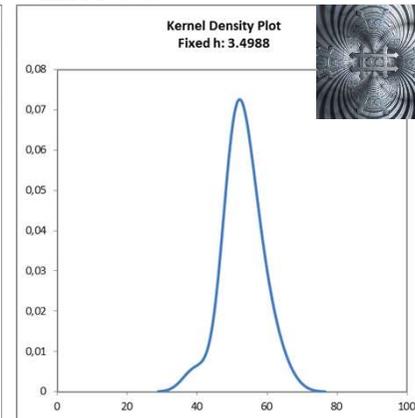
## Selenio



## Uranio



## Zinco



# Valori assegnati

## Algoritmo A

Elementi	Numero di risultati				Valore assegnato ( $\chi_{PT}$ ) (mg/kg)	$\sigma_{PT}$ (mg/kg)	Incertezza ( $u_{PT}$ ) (mg/kg)	Tenori massimi (mg/kg)
	totale	outlier	<LOQ	inclusi				
Ag - Argento	27	2	2	23	0,02093	0,00461	0,00084	---
Al - Alluminio	32			32	90,188	7,327	3,023	---
As - Arsenico	42			42	56,116	4,896	0,975	---
Cd - Cadmio	47			47	2,140	0,305	0,028	3,0
Co - Cobalto	38		3	35	0,1433	0,0307	0,0050	---
Cr - Cromo	37	2	3	32	0,3629	0,0676	0,0134	---
Cu - Rame	39		2	37	1,943	0,2813	0,0559	---
Fe - Ferro	36			36	150,31	11,31	2,36	---
Hg - Mercurio	46	1		45	0,0334	0,0073	0,0012	0,10
I - Iodio	23			23	331,50	22,140	11,06	---
Mn - Manganese	41		1	40	12,390	1,357	0,221	---
Mo - Molibdeno	29		3	26	0,1302	0,0283	0,0045	---
Ni - Nichel	38	1		37	1,0318	0,1643	0,0378	---
Pb - Piombo	46			46	0,9262	0,1499	0,0216	3,0
Se - Selenio	38	1	1	36	0,1551	0,0328	0,0075	---
U - Uranio	28			28	0,4047	0,0742	0,0074	---
Zn - Zinco	41			41	53,010	4,665	0,830	---

# Risultati forniti per la determinazione:

dell'arsenico inorganico (N=21; mediana=0,068 mg/kg).

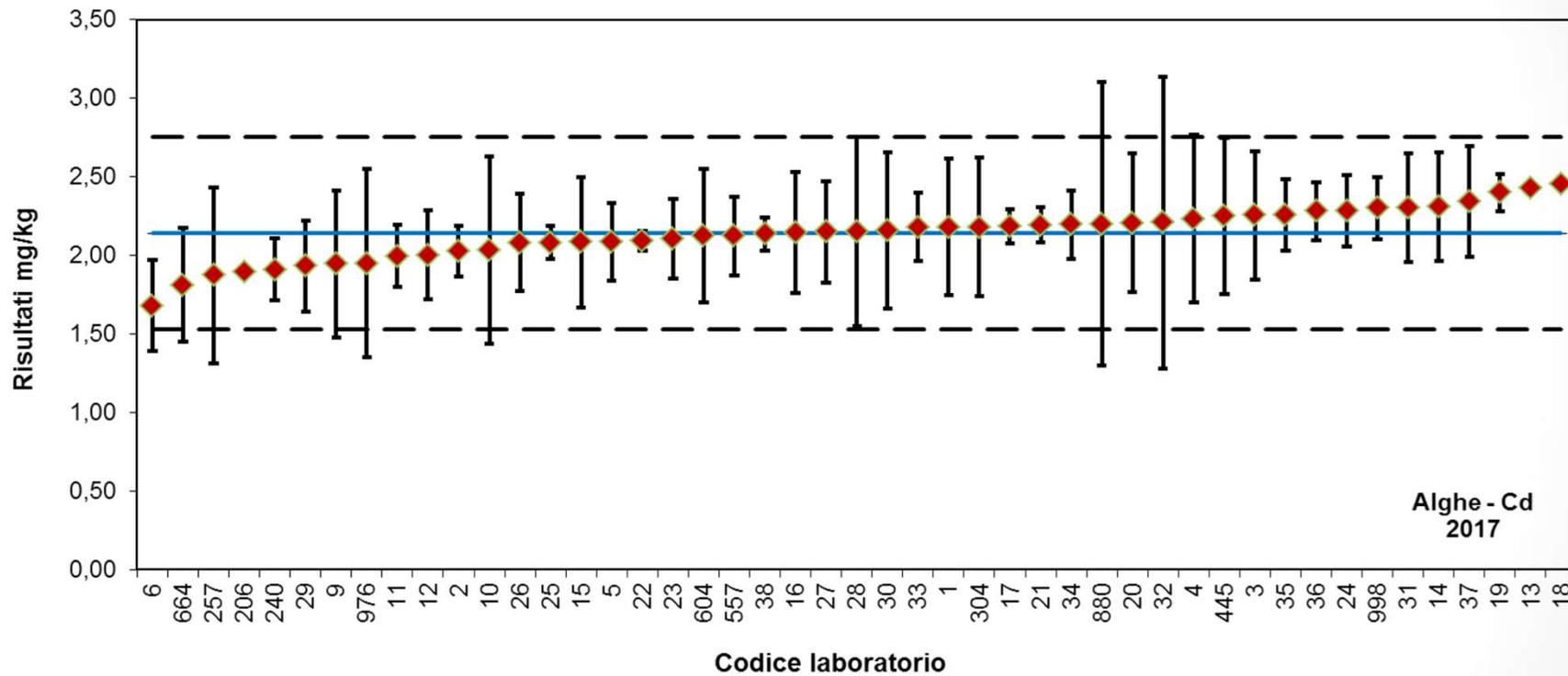
Arsenico inorganico
Risultato (mg/kg)
0,0069
0,0345
0,0365
0,0395
0,04447
0,05
0,0502
0,0505
0,05
0,0517
0,068
0,0725
0,07
0,095
2,2275
4,77
5,12
9,3202
10,5500
10,9522
22,2907

Tallio
Risultato (mg/kg)
0,00075
0,00075
0,00081
0,00082
0,00100
0,00110
0,00137
0,00143
0,00157
0,00328
0,00880
0,01300
0,01525
0,02269
0,06723
1,01000

del tallio (N=15; mediana=0,0014 mg/kg).

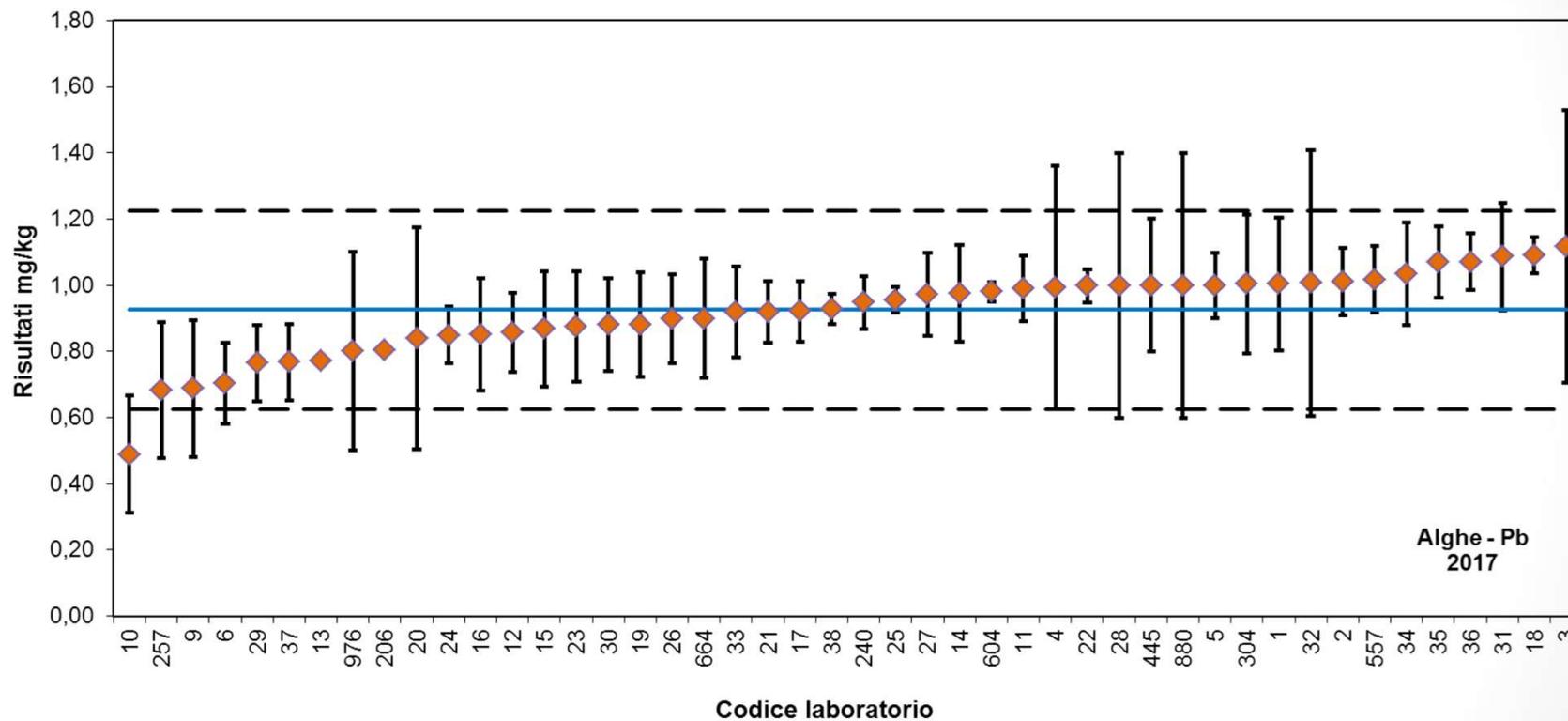
# Confronto con i valori assegnati

$\sigma_{PT}$  calcolato con la funzione di Horwitz-Thompson



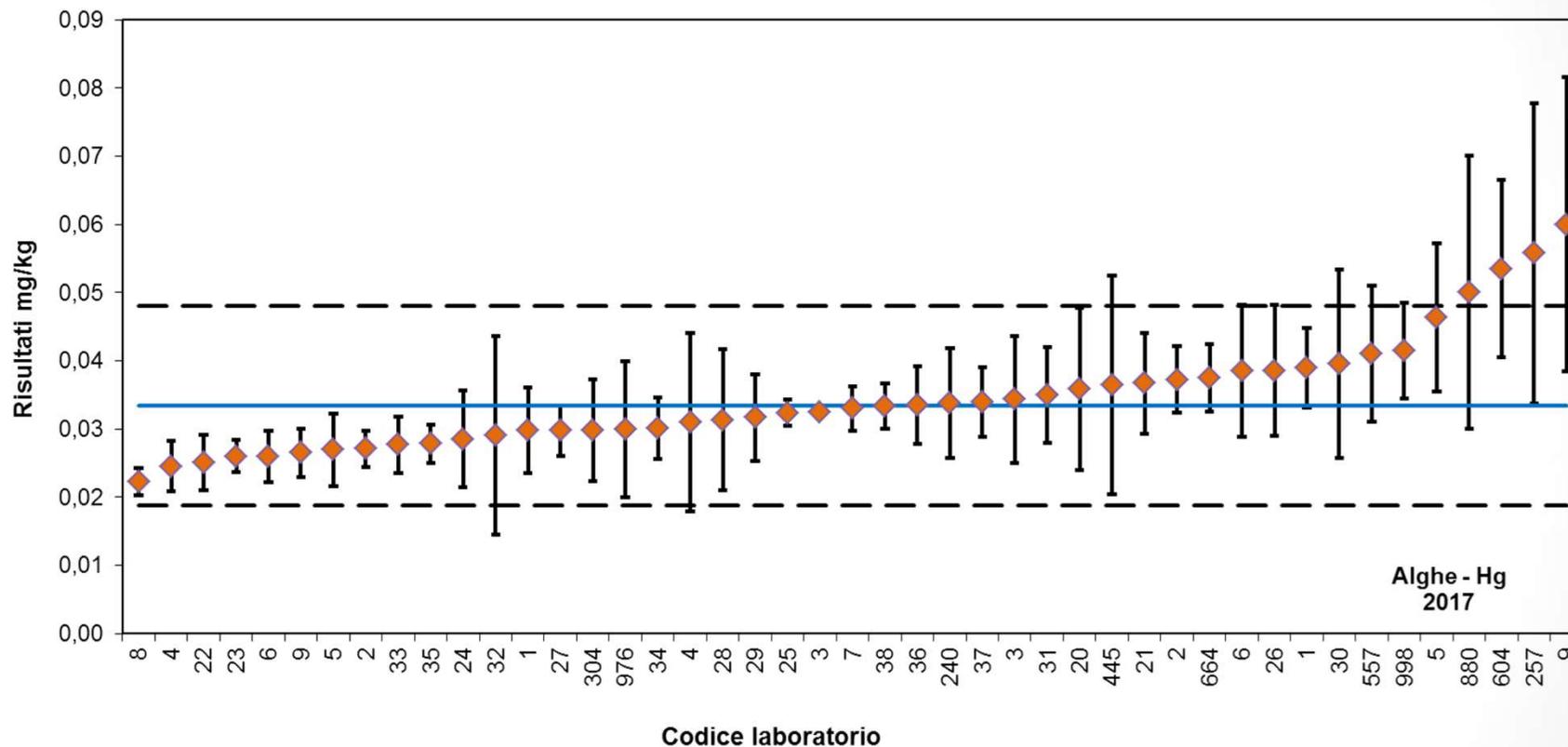
# Confronto con i valori assegnati

$\sigma_{PT}$  calcolato con la funzione di Horwitz-Thompson



# Confronto con i valori assegnati

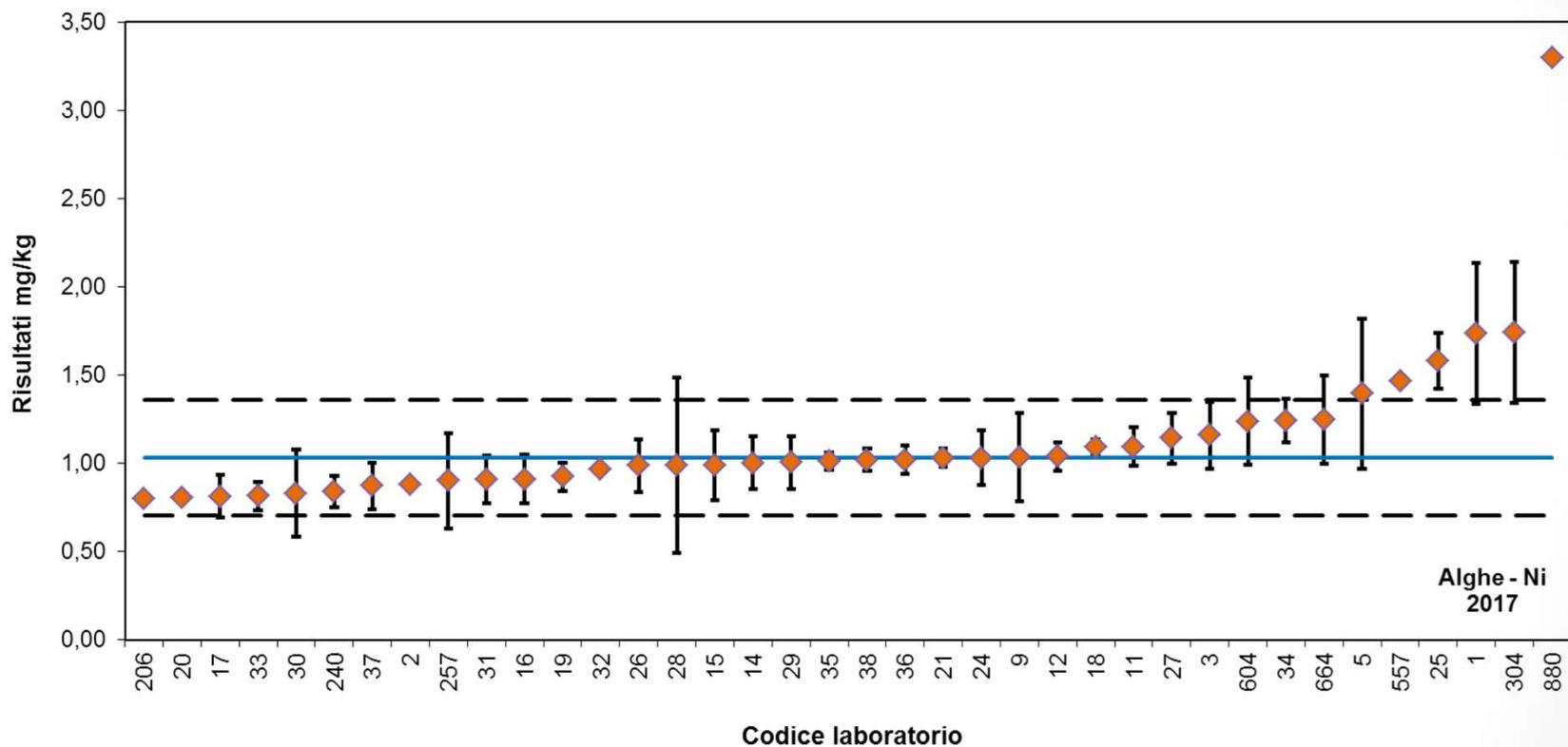
$\sigma_{PT}$  calcolato con la funzione di Horwitz-Thompson



Un dato pari a 1,13 mg/kg non mostrato nel grafico

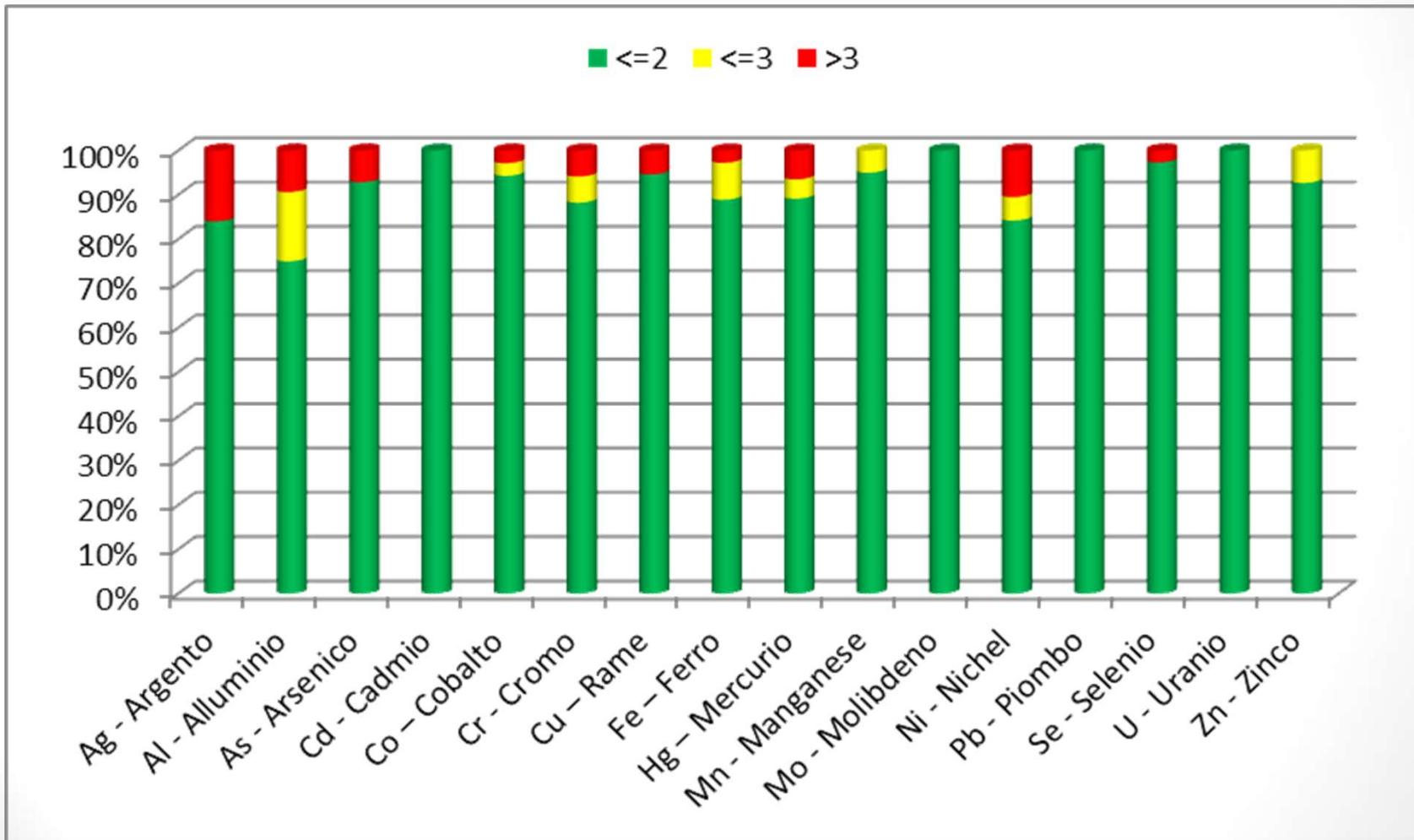
# Confronto con i valori assegnati

$\sigma_{PT}$  calcolato con la funzione di Horwitz-Thompson



# Prestazioni dei Laboratori

**z-score:**  $Z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$



Alge 2017

## Verifica della conformità dei LOQ indicati dai laboratori con i requisiti di legge (Reg. CE 333/2007 - Reg. (UE) 2016/582)

**ALGHE**

Elementi	Tenori massimi (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Numero Labs	Conformi	Non Conformi	Non espressi
<b>Cadmio</b>	3,0	≤ 0,6	47	46	0	1
<b>Mercurio</b>	0,10	≤ 0,04	46	41	5	0
<b>Piombo</b>	3,0	≤ 0,6	46	44	1	1



**Risultati**  
**PROVA V**  
**Passata c**



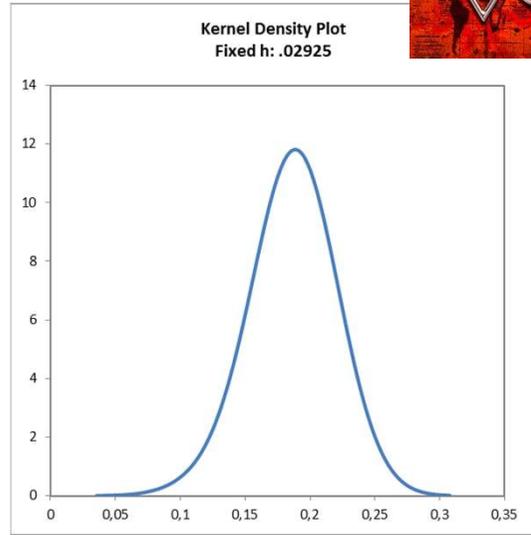
**8.1**

# Materiale utilizzato per la prova 2018.1

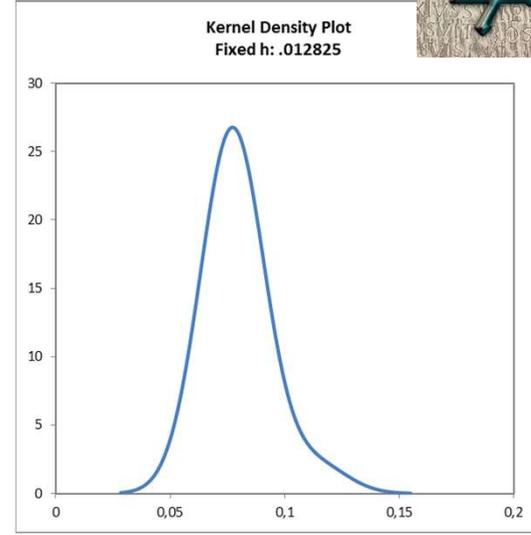
- Passata di pomodoro
- Origine: Laboratorio di riferimento europeo per gli elementi chimici negli alimenti di origine animale (EURL-CEFAO)
- Analiti: **As, Cd, Hg, Ni, Pb e Sn**
- Valori attesi ottenuti dalle statistiche robuste
- Prova organizzata in collaborazione tra BVL\* e ISS

# Kernel Density Plot

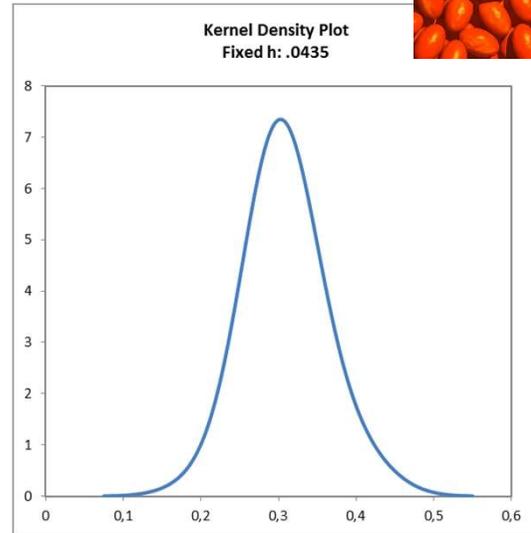
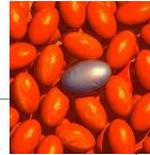
## Cadmio



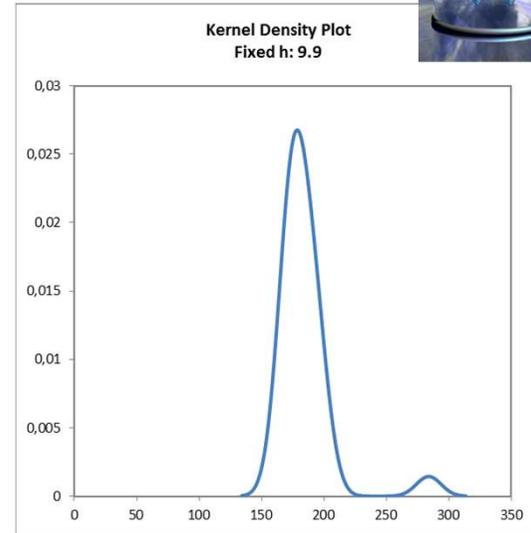
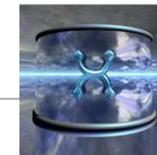
## Piombo



## Nichel



## Stagno



# Valori assegnati

## Algoritmo A

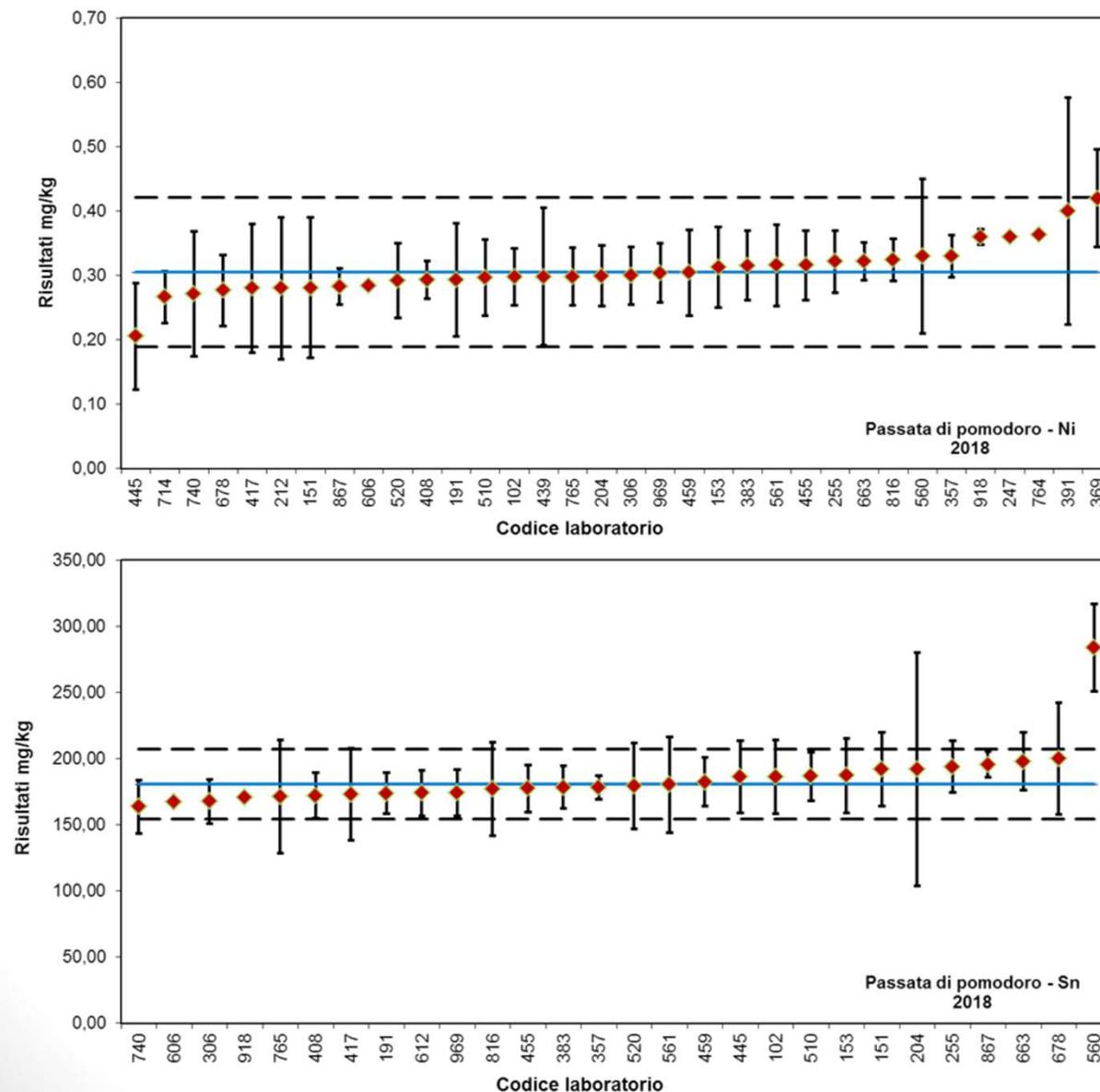
Elementi	Numero di risultati				Valore assegnato ( $X_{PT}$ )	$\sigma_{PT}$	Incertezza ( $u_{PT}$ )	Tenori massimi (*)
	totale	outlier	<LOQ	inclusi	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
As - Arsenico	33		27		---	---	---	---
Cd - Cadmio	36	-	-	36	0,188	0,039	0,003	0,050
Hg – Mercurio	31		27		---	---	---	---
Ni - Nichel	34	-	-	34	0,305	0,058	0,006	---
Pb - Piombo	35	-	-	35	0,0778	0,0171	0,0013	0,05
Sn - Stagno	28	1	-	27	180,5	13,2	2,6	200

Regolamento UE 2018/73

**Hg: 0,01 mg/kg**

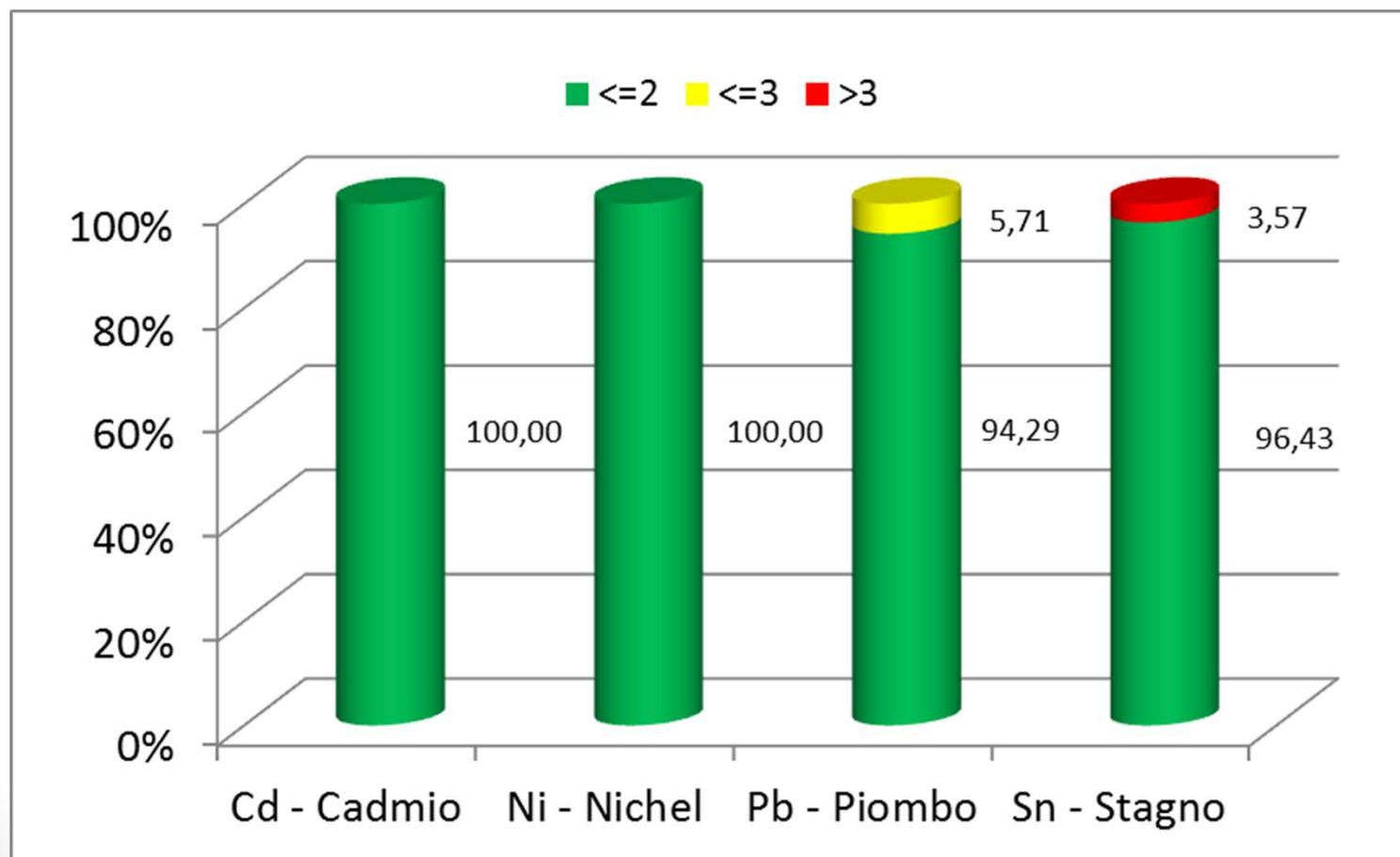
# Confronto con i valori assegnati

$\sigma_{PT}$  calcolato con la funzione di Horwitz-Thompson



# Prestazioni dei laboratori:

**z-score:**  $Z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$



Passata di pomodoro 2018

## Verifica della conformità dei LOQ indicati dai laboratori con i requisiti di legge (Reg. CE 333/2007 - Reg. (UE) 2016/582)

**Passata di pomodoro**

Elementi	Tenori massimi (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Numero Labs	Conformi	Non Conformi	Non espressi
<b>Cadmio</b>	0,050	≤ 0,020	36	33	2	1
<b>Piombo</b>	0,05	≤ 0,02	35	32	2	1
<b>Stagno</b>	200	≤ 10	28	24	2	2

## **PROVA VALUTATIVA 2018.1**

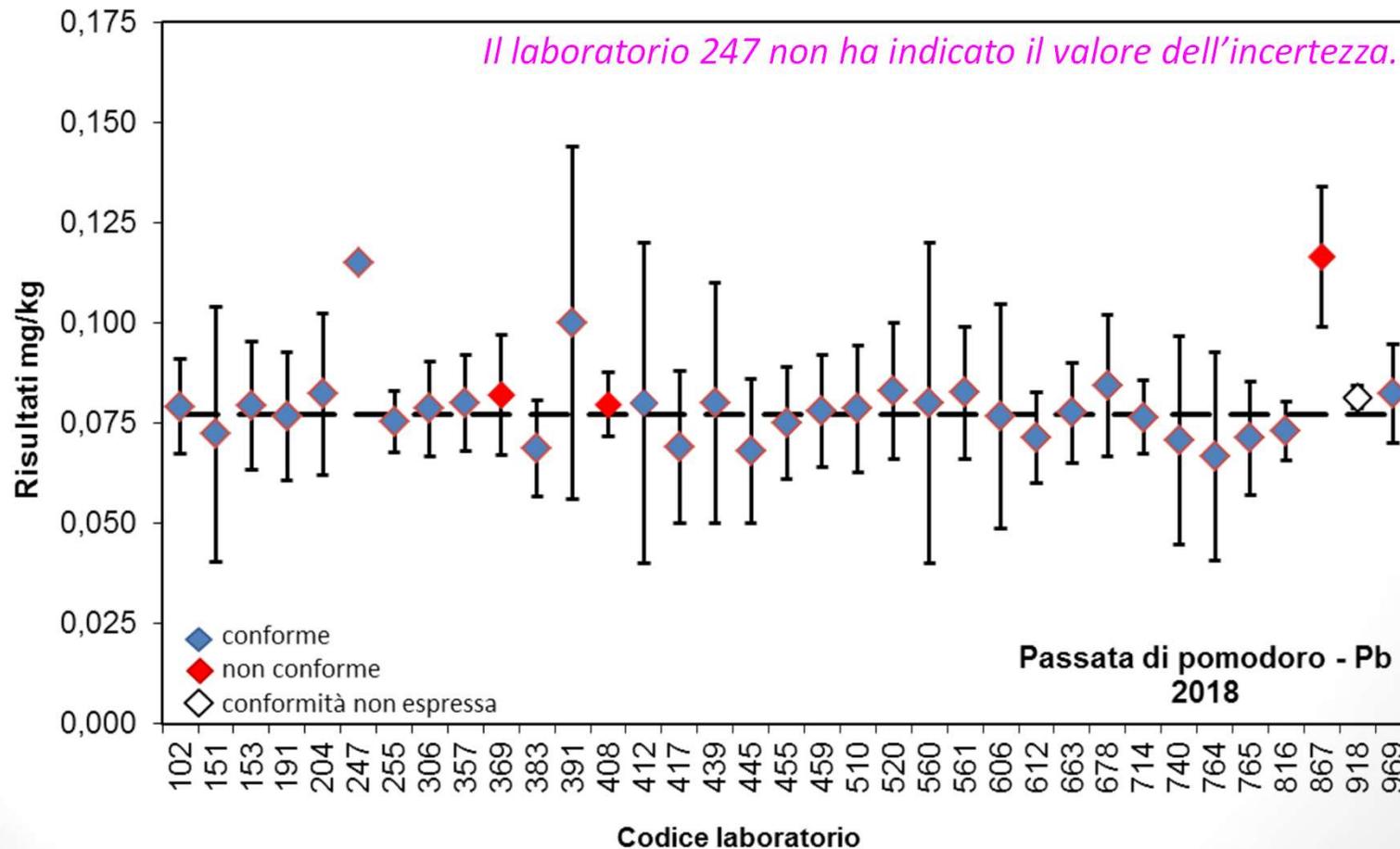
**Determinazione delle concentrazioni totali di arsenico (As), cadmio (Cd), mercurio (Hg), nichel (Ni), piombo (Pb) e stagno (Sn) in passata di pomodoro.**

### **Informazioni tecniche**

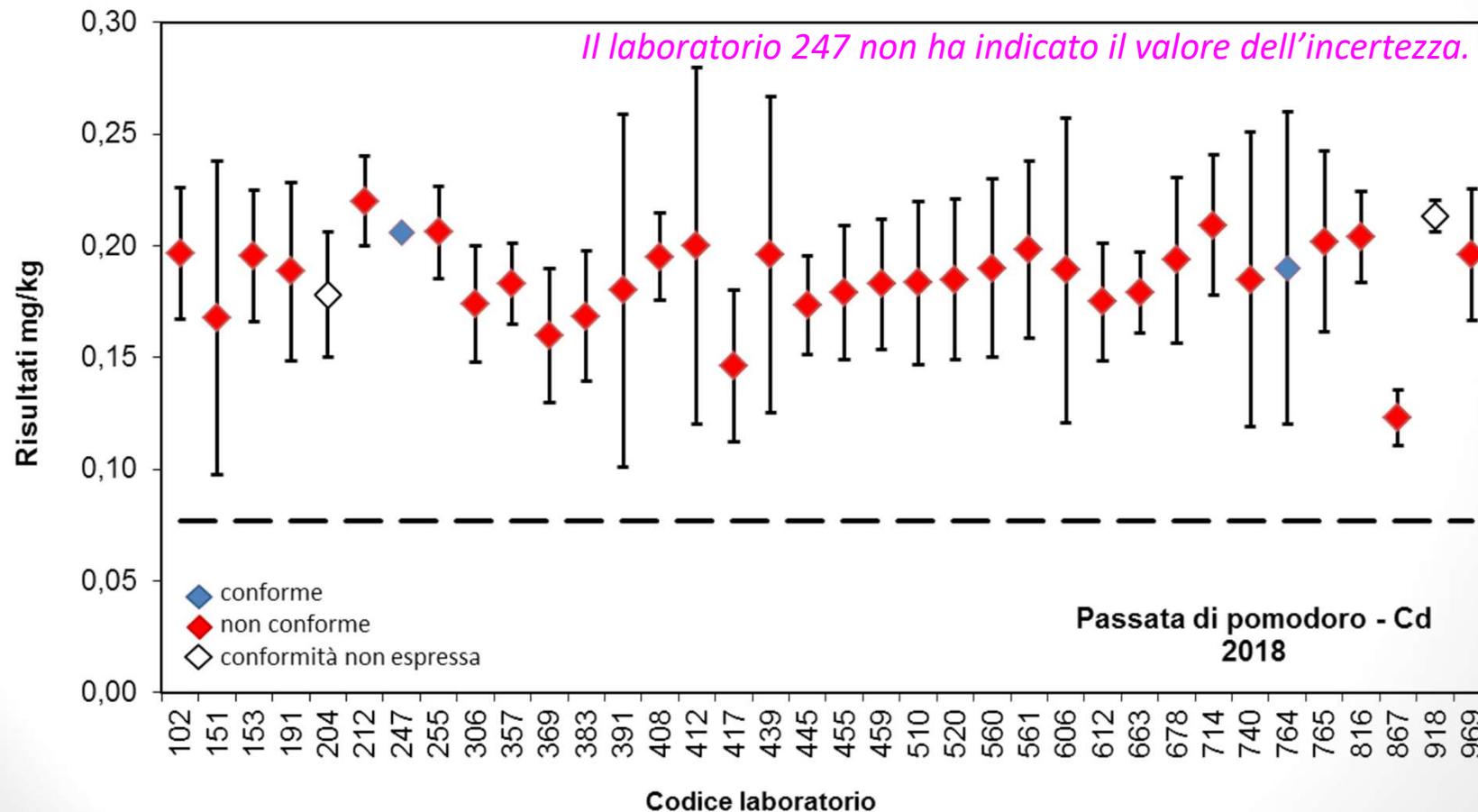
**Ove richiesto (Cd, Pb, Sn), indicare la conformità (o meno) del campione rispetto ai tenori massimi stabiliti nel Reg. CE 1881/2006 e ss.mm.**

**Ove necessario, tenere conto che il fattore di concentrazione dovuto al processo di trasformazione è pari a 1,54.**

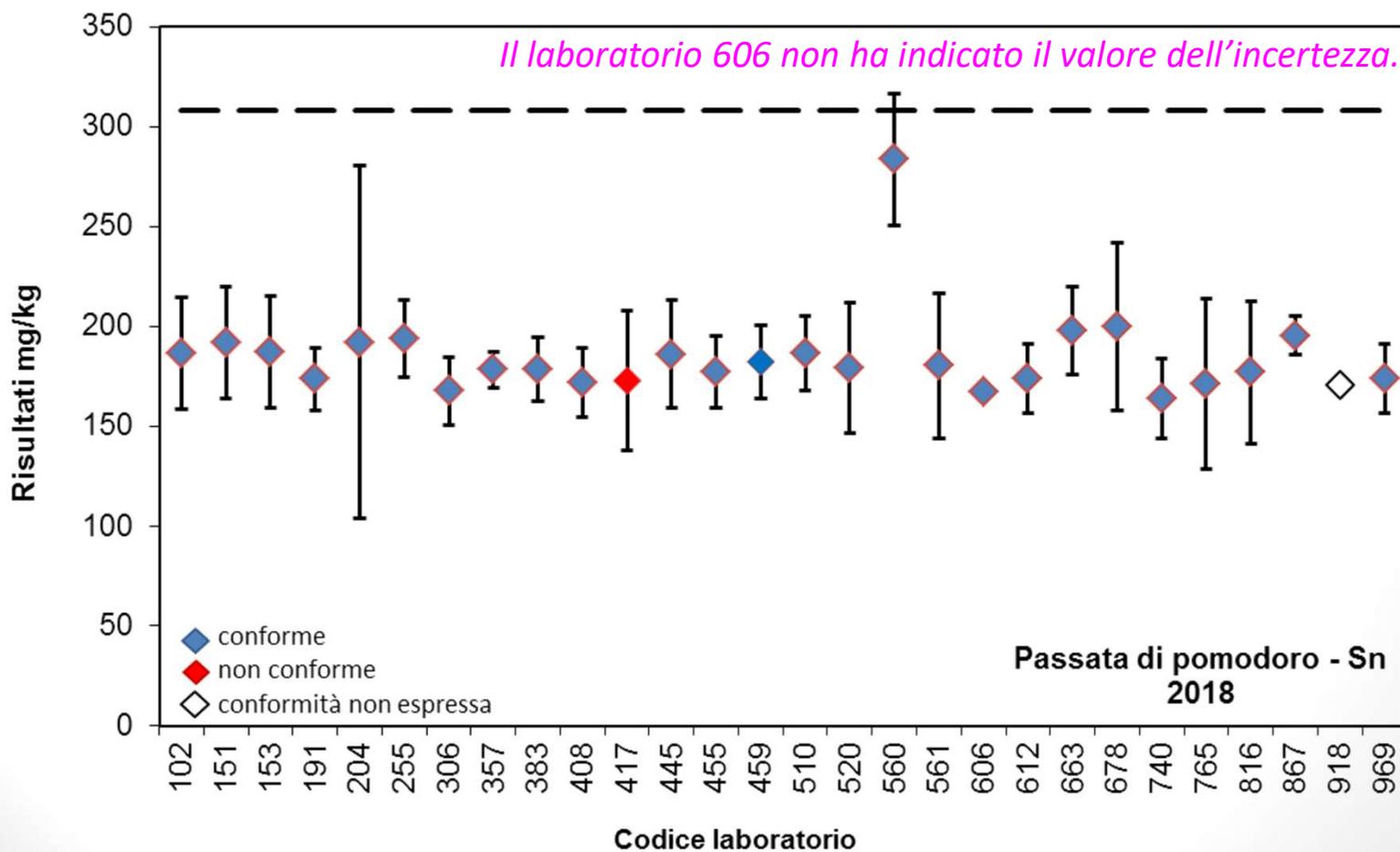
# Valutazione della conformità del campione ai sensi del Regolamento CE 1881/2006 e s.m.



# Valutazione della conformità del campione ai sensi del Regolamento CE 1881/2006 e s.m.



# Valutazione della conformità del campione ai sensi del Regolamento CE 1881/2006 e s.m.



# PROVA VALUTATIVA 2019.1

## Alimenti per l'infanzia (liquidi e in polvere)



3.1.2	Alimenti per lattanti e alimenti di proseguimento	Pb	
	commercializzati in polvere <sup>(8)</sup> <sup>(29)</sup>		0,050
	commercializzati allo stato liquido <sup>(8)</sup> <sup>(29)</sup>		0,010
3.2.19	Alimenti per lattanti e alimenti di proseguimento, <sup>(8)</sup> <sup>(29)</sup>	Cd	
	— alimenti in polvere per lattanti a base di proteine o di idrolizzati proteici di latte vaccino		0,010 a partire dal 1° gennaio 2015
	— alimenti liquidi per lattanti a base di proteine o di idrolizzati proteici di latte vaccino		0,005 a partire dal 1° gennaio 2015
	— alimenti in polvere per lattanti a base di isolati proteici della soia, soli o mescolati a proteine di latte vaccino		0,020 a partire dal 1° gennaio 2015
	— alimenti liquidi per lattanti a base di isolati proteici della soia, soli o mescolati a proteine di latte vaccino		0,010 a partire dal 1° gennaio 2015

As, Cd, Ni, Pb

**Grazie per l'attenzione**