



Regolamento UE 2018/73: Tenori massimi per il mercurio negli alimenti



Dott.ssa Patrizia Stefanelli

Istituto Superiore di Sanità

Dipartimento Ambiente e Salute Reparto ECASS - Esposizione a Contaminanti in Aria, Suolo e da Stili di Vita (Settore Antiparassitari)



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

Torino, 13 - 14 dicembre 2018

Indice

Parte I°

Aspetti interpretativi del Reg. (UE) 2018/73 per il mercurio negli alimenti

Introduzione al Reg. (CE) 396/2005 e Allegati

Parte II°

Procedure di validazione dei metodi di prova per il mercurio come residuo di antiparassitario: sintetica introduzione al documento SANTE/11813/2017

Parametri di validazione e criteri accettabilità

Incertezza di misura e conformità al Limite di Residuo Massimo

Dir 79/117/CEE

- A. Composti del mercurio
1. Ossido di mercurio
 2. Cloruro mercurioso (Calomelano)
 3. Altri composti inorganici del mercurio
 4. Alchil derivati del mercurio
 5. Alcoxialchil e aril derivati del mercurio

la Direttiva 79/117/CEE ha vietato l'immissione in commercio e l'uso dei prodotti fitosanitari contenenti composti del mercurio

Tutti gli LMR sono stati fissati al Limite di determinazione analitica pertinente

Dati di monitoraggio recenti indicano Residui > rispetto al Limite di determinazione analitica (0.01 mg/kg) stabilito nel Reg.(CE)396/2005

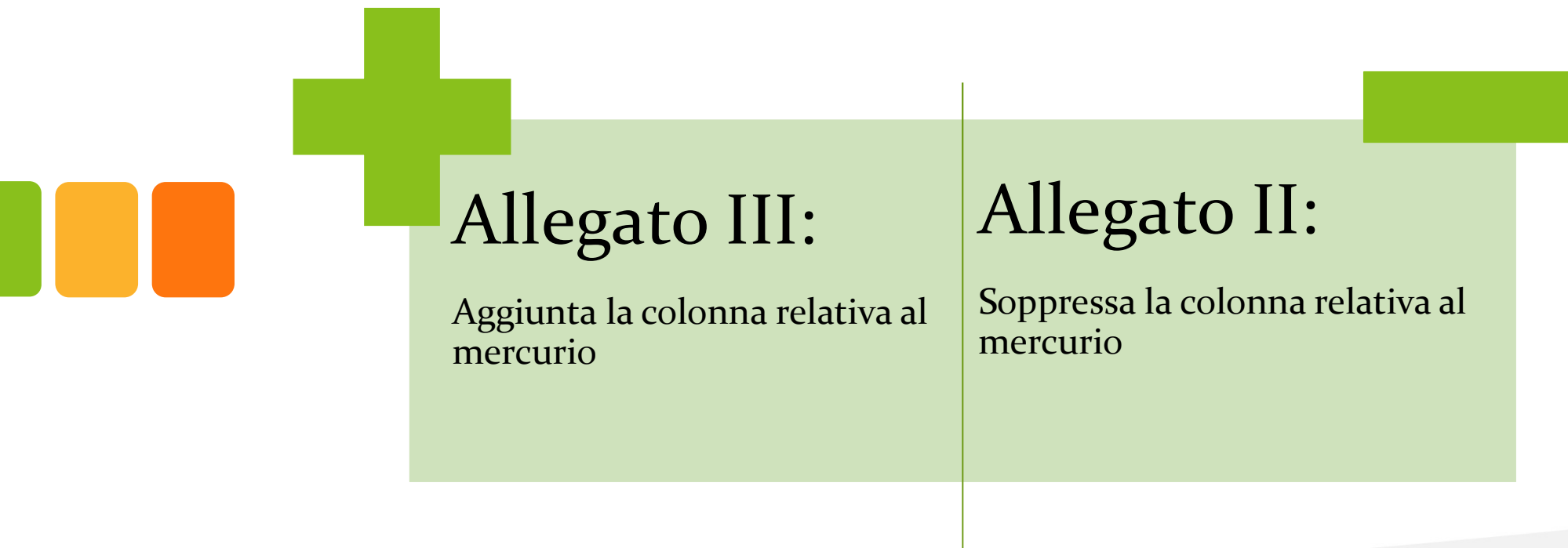
Contaminazione ambientale in determinati alimenti

Reg.(UE) 2018/73

LMR più realistiche

Reg. (UE) 2018/73

della Commissione del 16 gennaio 2018 che modifica gli allegati II e III del Reg. 396/2005 per quanto riguarda i LMR dei composti del mercurio in o su determinati prodotti

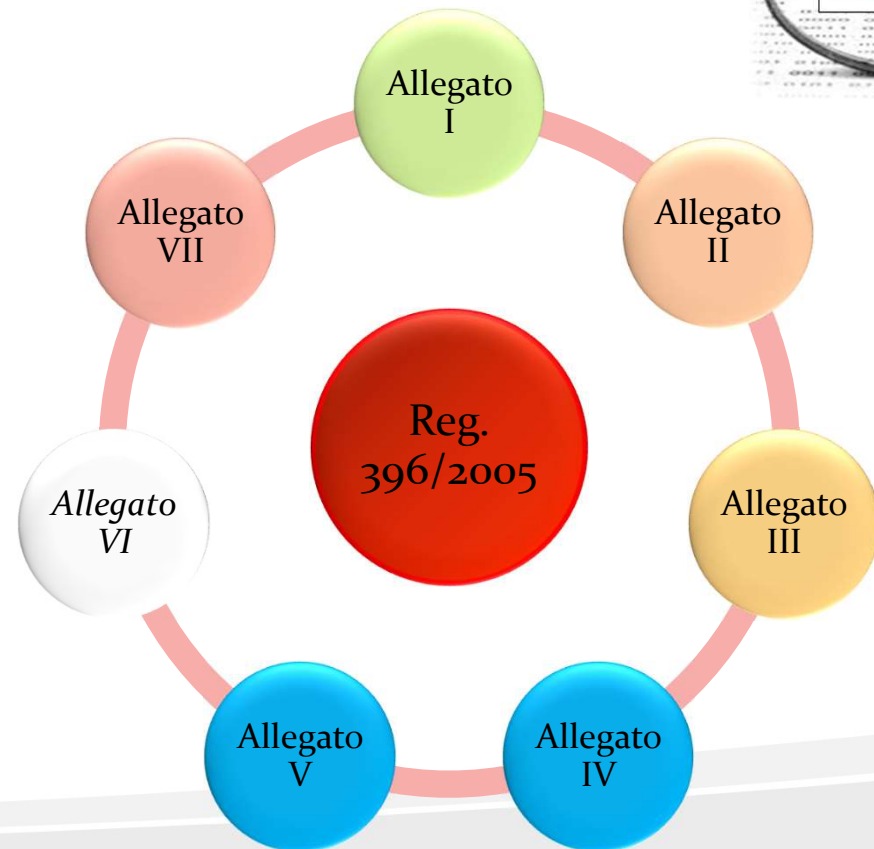


Regolamento (CE) n. 396/2005 del Parlamento Europeo e del Consiglio

Parola d'ordine:

ARMONIZZARE

- **Allegato I** – lista dei prodotti di origine vegetale e animale a cui si applicano i LMR
- **Allegato II** – LMR comunitari
- **Allegato III** – LMR comunitari temporanei
- **Allegato IV** – Sostanze attive che non necessitano di LMR
- **Allegato V** – Sostanze attive con LOD diverso da 0,01 mg/kg
- *Allegato VI* – *Fattori specifici di concentrazione o di diluizione*
- **Allegato VII** – Combinazione di sostanza attiva/prodotto vegetale con LMR > LMR riportati negli allegati II e III (fumiganti)



Nuovo Allegato I del 17 gennaio 2018

Reg. (UE) 2018/62 della Commissione che sostituisce l'allegato I del Reg (CE) 396/2005

Precedenti Regolamenti collegati all'allegato I del Reg. (CE) 396/2005

- Regolamento (CE) 178/2006 del 1/2/2006
- Regolamento (UE) 600/2010 del 8/7/2010
- Regolamento (UE) 212/2013 del 11/3/2013
- Regolamento (UE) 752/2014 del 24/06/2014

Rettifica (UE) del Regolamento 752/2014 del 24/06/2014
pubbl. il 2/10/2015



Prodotti di origine vegetale e animale di cui all'articolo 2, paragrafo 1



Altri prodotti di cui all'articolo 2, paragrafo 1

Reg. (UE) 2018/62 della Commissione che sostituisce l'allegato I del Reg (CE) 396/2005

«ALLEGATO I

PARTE A

Prodotti di origine vegetale e animale di cui all'articolo 2, paragrafo 1, ai quali si applicano gli LMR

Numero di codice	Categoria	Gruppo	Prodotto principale del gruppo o del sottogruppo ⁽¹⁾	Nomi scientifici	Parte del prodotto alla quale si applicano gli LMR
		Sottogruppo			(6)
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
0100000	FRUTTA FRESCA O CONGELATA: FRUTTA A GUSCIO				
0110000		Agrumi			Prodotto intero, previa rimozione del peduncolo
0110010			Pompelmi	<i>Citrus paradisi</i>	
0110020			Arance dolci	<i>Citrus sinensis</i>	
0110030			Limoni	<i>Citrus limon</i>	
0110040			Limette/lime	<i>Citrus aurantifolia</i>	
0110050			Mandarini	<i>Citrus reticulata</i> ; sin: <i>Citrus deliciosa</i>	
0110990			Altri ⁽²⁾		

Reg. (UE) 2018/62 della Commissione che sostituisce l'allegato I del Reg (CE) 396/2005

PARTE B

Altri prodotti di cui all'articolo 2, paragrafo 1

Riferimenti alla parte A		
Categoria	Numero di codice	Prodotto principale del gruppo o del sottogruppo oppure Nome del gruppo o del sottogruppo
(1)	(2)	(3)
0100000	0110010	Pompelmi

Numero di codice	Altri prodotti ai quali si applicano gli stessi LMR ⁽¹⁾	
	Nomi comuni/sinonimi	Nomi scientifici
(4)	(5)	(6)
0110010-001	Amanatsu	<i>Citrus natsudaikai</i>
0110010-002	Pomeli	<i>Citrus maxima</i> ; sin: <i>Citrus grandis</i>
0110010-003	Sweetie/orobianchi	<i>Citrus grandis</i> x <i>Citrus paradisi</i>
0110010-004	Tangelolo	<i>Citrus paradisi</i> x tangelo
0110010-005	Tangelo (eccetto minneola)/ugli®	<i>Citrus tangelo</i>
0110010-990	Altri ibridi di <i>Citrus paradisi</i> , non specificati altrove	

Reg. (UE) 2018/62 della Commissione che sostituisce l'allegato I del Reg (CE) 396/2005

Riferimenti alla parte A		
Categoria	Numero di codice	Prodotto principale del gruppo o del sottogruppo oppure Nome del gruppo o del sottogruppo
(1)	(2)	(3)
	1060000	Gruppo Animali invertebrati terrestri

Numero di codice	Altri prodotti ai quali si applicano gli stessi LMR (*)	
	Nomi comuni/sinonimi	Nomi scientifici
(4)	(5)	(6)
1060000-001	Lombrichi	
1060000-002	Insetti	
1060000-003	Chiocciole	<i>Helix spp.</i>
1060000-990	Altri animali invertebrati terrestri	
1060000-991	Altri gasteropodi commestibili non appartenenti al genere <i>Helix</i>	





Codice categoria 1100000

Codice categoria 1200000

Codice categoria 1300000

si applica la Nota 8 del **Reg. (UE) 2018/62**

si applica la Nota 9 del **Reg. (UE) 2018/62**

Nota 8

Nessun LMR è applicabile
finché i singoli prodotti non
siano stati individuati ed
elencati all'interno del
gruppo

1100000

PRO
MARI

1200000

PR

1300

Allegato Reg. (UE) 2018/73

"ANNESSO A GLI ALLEGATI I E II DELLA DIRETTIVA 2006/122/CE"

Numero di codice	Gruppi ed esempi di singoli prodotti ai quali si applicano gli LMR (*)	Composti del mercurio (somma dei composti del mercurio, espressa in mercurio)
(1)	(2)	(3)
0100000	FRUTTA FRESCA O CONGELATA; FRUTTA A GUSCIO	
0110000	Agrumi	0,01 (*)
0110010	Pompelmi	
0110020	Arance dolci	
0110030	Limoni	
0110040	Limette/limone	
0110050	Mandarini	
0110990	Altri	
0120000	Frutta a guscio	0,02 (+)
0120010	Mandorle dolci	
0120020	Noci del Brasile	
0120030	Noci di anacardi	
0120040	Castagne e marroni	
0120050	Noci di cocco	
0120060	Nocciole	
0120070	Noci del Queensland	
0120080	Noci di pecan	
0120090	Pinoli	
0120100	Pistacchi	
0120110	Noci comuni	
0120990	Altri	
0130000	Pomacee	0,01 (*)
0130010	Mele	
0130020	Pere	
0130030	Cotogne	
0130040	Nespole	
0130050	Nespole del Giappone	
0130990	Altri	

definizione di residuo

Stessa classificazione per i prodotti dell'Allegato I del Reg (CE) 396/2005

(*): limite di determinazione analitica

Reg. (UE) 2018/73

della Commissione del 16 gennaio 2018 che modifica gli allegati II e III del Reg. 396/2005 per quanto riguarda i LMR dei composti del mercurio in o su determinati prodotti



Frutta fresca o congelata; frutta a guscio

Ortaggi freschi o congelati

Legumi da granella

Semi e frutti oleaginosi

Cereali

Tè, caffè, infusi di erbe e carrube

Luppolo

Spezie

Piante da zucchero

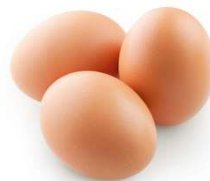
Prodotti di origine animale – Animali terrestri

Reg. (UE) 2018/73 della Commissione del 16 gennaio 2018 che modifica gli allegati II e III del Reg. 396/2005 per quanto riguarda i LMR dei composti del mercurio in o su determinati prodotti



**Residuo
Antiparassitario**

Allegato III parte A



**Dir 2002/63/CE
Campionamento**



SANTE/11813/2017

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

SANTE/11813/2017

ANALYTICAL QUALITY CONTROL AND METHOD VALIDATION PROCEDURES FOR PESTICIDE RESIDUES ANALYSIS IN FOOD AND FEED

A. Introduction and legal background

A1 The guidance in this document is intended for laboratories involved in the official control of pesticide residues in food and feed across the European Union. This document describes the method validation and analytical quality control (AQC) requirements to support the validity of data reported within the framework of official controls on pesticide residues, including monitoring data sent to the European Food Safety Authority, and used for checking compliance with maximum residue levels (MRLs), enforcement actions, or assessment of consumer exposure.

The key objectives are:

- to provide a harmonized, cost-effective quality assurance and quality control system across the EU
- to ensure the quality and comparability of analytical results
- to ensure that acceptable accuracy is achieved
- to ensure that false positives or false negatives are avoided
- to support compliance with, and specific implementation of ISO/IEC 17025 (accreditation standard)

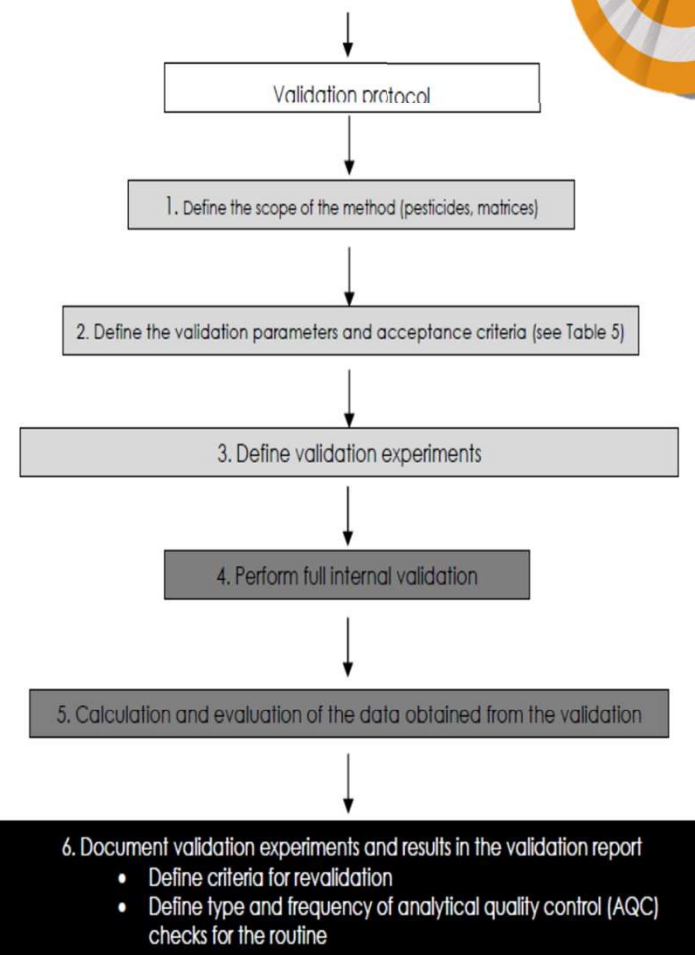
The screenshot shows the EURL (European Union Reference Laboratory) website. The main content area displays the title 'Method Validation & Quality Control Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food & Feed'. Below the title, it states: 'This guidance document describes the method validation and analytical quality control requirements to support the validity of data used for checking compliance with maximum residue limits, enforcement actions, or assessment of consumer exposure to pesticides in the EU.' It also mentions a 'NEW UPDATE (30.11.2017): Document No. SANTE/11813/2017 (Implemented by 01.01.2018)' and provides a link to 'Download the main changes of SANTE/11813/2017 here: Main changes SANTE/11813/2017'. A sidebar on the left contains navigation links under 'Topics', 'General Info', 'AQC Procedures', 'Proficiency Tests', 'Workshops', 'Library', and 'Network'. The 'General Info' section includes links for 'About EURLs', 'RASFF', and 'Control Programs'. The 'AQC Procedures' section includes 'AQC Documents' and 'AQC Panel'. The 'Proficiency Tests' section includes 'About EUPTs', 'General Protocol', 'Annual EUPT-Calendar', 'EUPT-FV20', 'EUPT-FV-SM10', 'EUPT-CF12', 'EUPT-AQ13', and 'EUPT-SRM13'. The 'Workshops' section includes 'Workshop Overview'. The 'Library' section includes 'News Archive', 'Surveys', and 'List of Methods'. The 'Network' section includes 'EU Contact Points', 'Lab Contact Data', and 'Network News'. The main content area also includes a section for 'Older versions of the AQC Procedures' with a list of document numbers: 'Document No. SANTE 11945/2015', 'Document No. SANCO/12571/2013', 'Document No. SANCO/12495/2011', 'Document No. SANCO/10684/2009', 'Document No. SANCO/2007/3131', 'Document No. SANCO/10232/2006', 'Document No. SANCO/10476/2003', 'Document No. SANCO/3103/2000', and 'Document No. SANCO 7826/VI/97 (Content of Document No. SANCO/7826/VI/97 is included in the Annex II of the Commission Recommendation of March 1999 concerning the coordinated monitoring programme for 1999)'. There is also a section for 'Guideline Help' with a link to 'Link to Guideline Help'.

Questo documento è complementare e integra i requisiti della ISO/IEC 17025



- 1 Definire lo scopo del metodo: scelta delle matrici
- 2 Definire i parametri di validazione e i criteri di accettabilità
- 3 Definire gli esperimenti di validazione

INITIAL VALIDATION PLAN FOR QUANTITATIVE METHODS



1. Scelta delle matrici

- Raggruppamento delle matrici e introduzione del concetto della rappresentatività delle matrici.
- Per gli alimenti abbiamo 9 gruppi di prodotti (6 per i prodotti di origine vegetale e 3 per quelli di origine animale);
- Per i mangimi abbiamo 8 gruppi (6 per i prodotti di origine vegetale e 2 per quelli di origine animale)
- In fase iniziale, gli esperimenti di validazione possono essere condotti, come minimo, su un prodotto rappresentativo (*representative commodity*) scelto all'interno della categoria di appartenenza a rappresentanza dell'intero gruppo di prodotti (*commodity group*).
- Quando il metodo è applicato ad un'ampia varietà di matrici dati complementari di validazione sono necessari - si possono utilizzare anche i dati prodotti in corso controllo qualità (*on going QC*) a seguito di una adeguata programmazione

Annex A Commodity groups and representative commodities ⁹

Vegetable and fruits, cereals and food of animal origin

Commodity groups	Typical commodity categories within the group	Typical representative commodities within the category
1. High water content	Pome fruit	Apples, pears
	Stone fruit	Apricots, cherries, peaches, Bananas
	Other fruit	
	Alliums	Onions, leeks
	Fruiting vegetables/cucurbits	Tomatoes, peppers, cucumbers, melons
	Brassica vegetables	Cauliflowers, Brussels-sprouts, cabbages, broccoli
Leafy vegetables and fresh herbs		Lettuce, spinach, basil
	Stem and stalk vegetables	Celery, asparagus
Fresh legume vegetables		Fresh peas with pods, peas, mange tout, broad beans, runner beans, French beans
Fresh Fungal		Champignons, chanterelles
Root and tuber vegetables		Sugar beet, carrots, potatoes, sweet potatoes
2. High acid content and high water content ¹⁰	Citrus fruit	Lemons, mandarins, tangerines, oranges
	Small fruit and berries	Strawberries, blueberries, raspberries, black currants, red currants, white currants, grapes
3. High sugar and low water content ¹¹	Honey, dried fruit	Honey, raisins, dried apricots, dried plums, fruit jams
4a. High oil content and very low water content	Tree nuts	Walnuts, hazelnuts, chestnuts
	Oil seeds	Oilseed rape, sunflower, cotton-seed, soybeans, peanuts, sesame etc.
4b. High oil content and intermediate water content	Pastes of tree nuts and oil seeds	Peanut butter, tahini, hazelnut paste
	Oily fruits and products	Olives, avocados and pastes thereof
5. High starch and/or protein content and low water and fat content	Dry legume vegetables/pulses	Field beans, dried broad beans, dried haricot beans (yellow, white/navy, brown, speckled), lentils
	Cereal grain and products thereof	Wheat, rye, barley and oat grains; maize, rice wholemeal bread, white bread, crackers, breakfast cereals, pasta, flour.

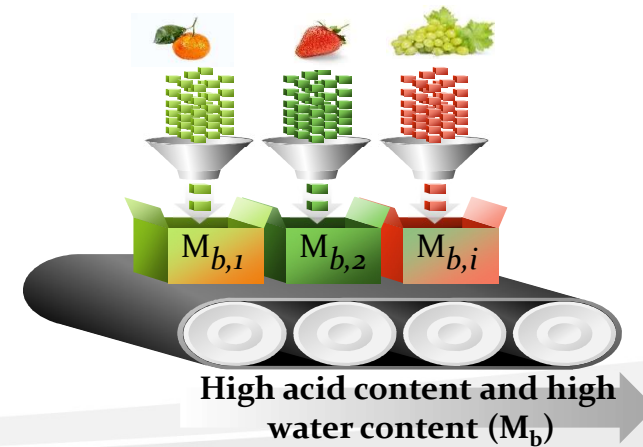
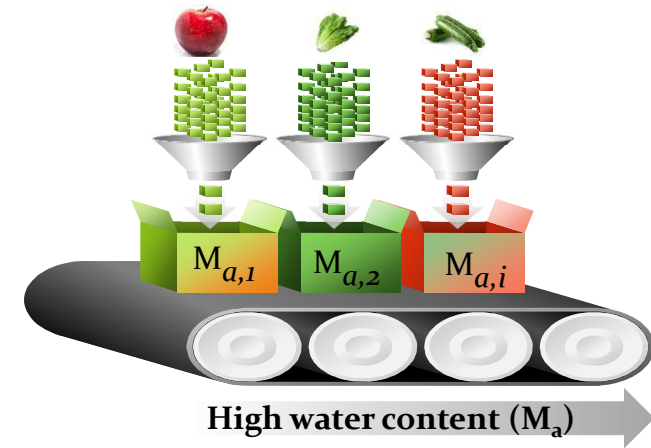
Commodity groups	Typical commodity categories within the group	Typical representative commodities within the category
6. "Difficult or unique commodities" ¹²		Hops Cocoa beans and products thereof, coffee, tea Spices
7. Meat (muscle) and Seafood	Red muscle	Beef, pork, lamb, game, horse
	White muscle	Chicken, duck, turkey
	Offal	Liver, kidney
	Fish	Cod, haddock, salmon, trout
8. Milk and milk products	Milk	Cow, goat and buffalo milk
	Cheese	Cow and goat cheese
9. Eggs	Dairy products	Yogurt, cream
	Eggs	Chicken, duck, quail and goose eggs
10. Fat from food of animal origin	Fat from meat	Kidney fat, lard
	Milk fat ¹³	Butter



1. Scelta delle matrici

ESEMPIO

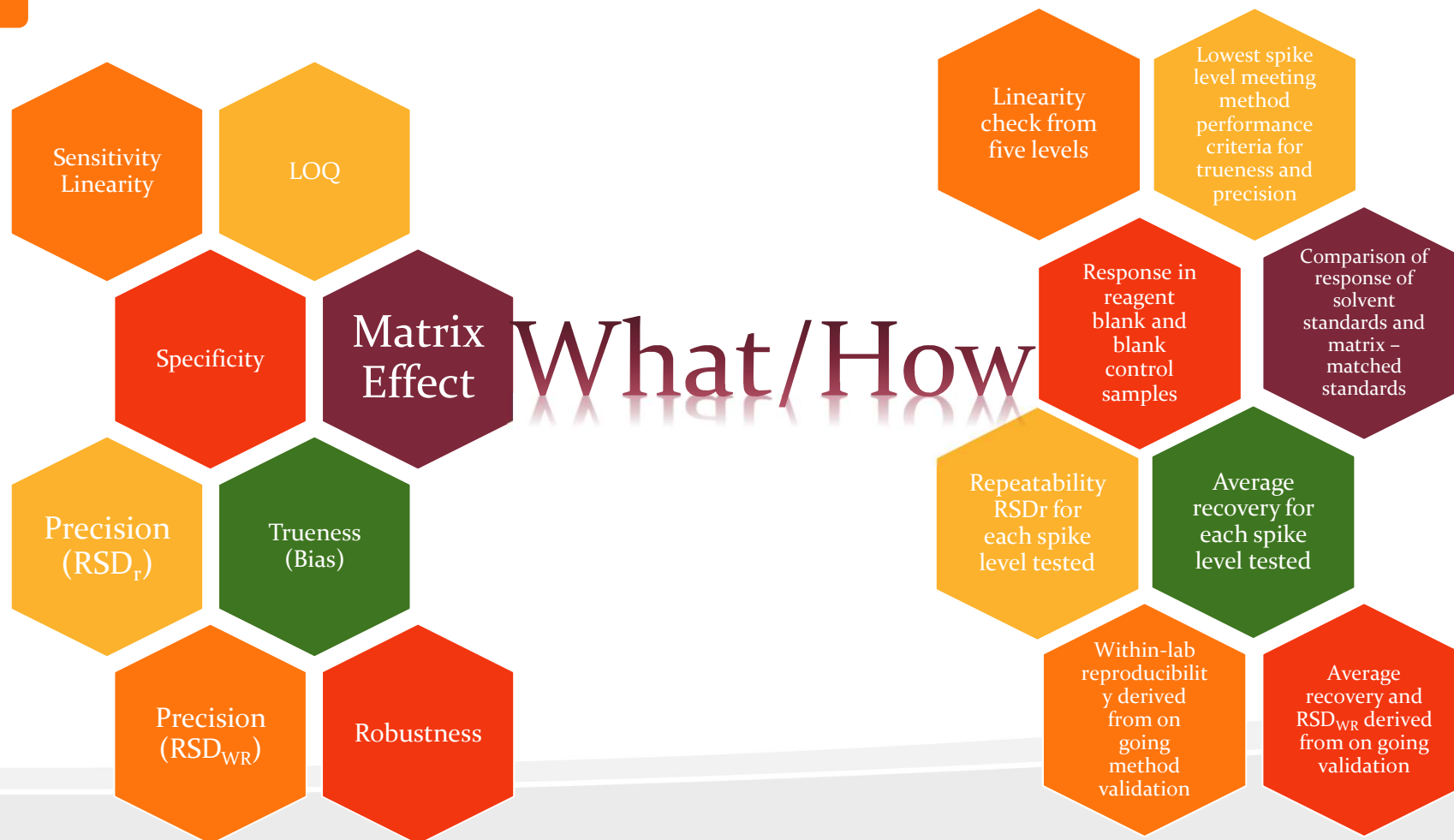
Matrici (M)	Validazione iniziale	
	Validazione iniziale	On going QC
High water content (M _a)	M _{a,1}	M _{a,2} , M _{a,3}M _{a,i}
High acid content and high water content (M _b)	M _{b,1}	M _{b,2} , M _{b,3}M _{b,i}
High sugar and low water content (M _c)	M _{c,1}	M _{c,2} , M _{c,3}M _{c,i}
High oil content and very low water content (M _d)	M _{d,1}	M _{d,2} , M _{d,3}M _{d,i}
High oil content and intermediate water content (M _e)	M _{e,1}	M _{e,2} , M _{e,3}M _{e,i}
High starch and/or protein content and low water andfat content (M _f)	M _{f,1}	M _{f,2} , M _{f,3}M _{f,i}



2. Parametri di validazione

Table 5 - § G. Analytical method validation and performance criteria

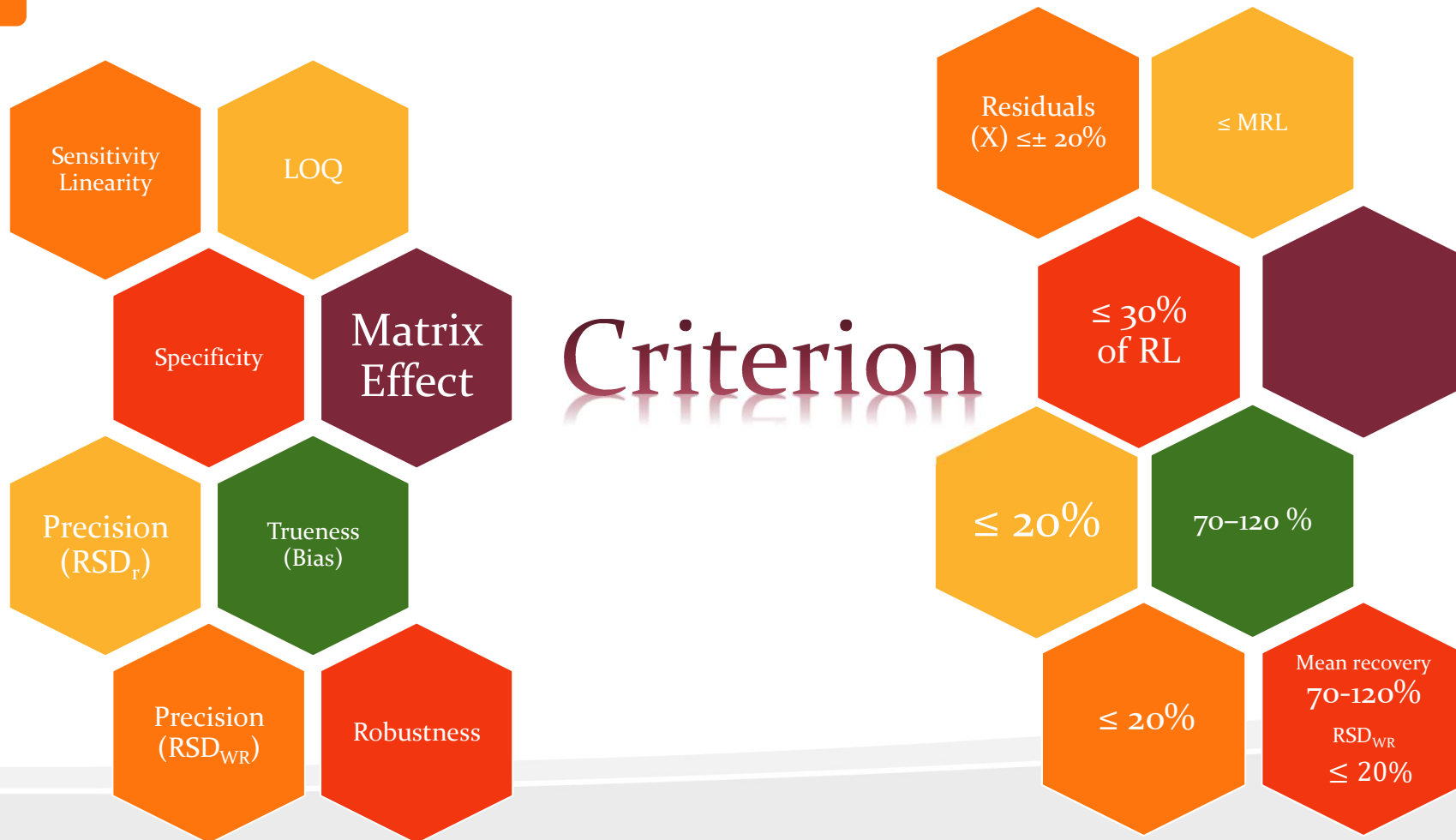
Quantitative methods



2. Parametri di validazione e criteri di accettabilità

Table 5 - § G. Analytical method validation and performance criteria

Quantitative methods



3. Definire gli esperimenti di validazione

- Per verificare la ripetibilità e l'esattezza è necessario eseguire un minimo di 5 prove di recupero a due livelli di concentrazione, al LOQ o al cosiddetto RL (*Reporting Limit*) del metodo e ad un livello di concentrazione più alto (2-10 x LOQ oppure al LRM)
- Bianco reagente e bianco matrice
- Studio della linearità nel campo di misura del metodo (in solvente o in matrice – dipende dall'effetto matrice)

Quantitative analysis

1. Initial full validation

Validation needs to be performed

- for all analytes within the scope of the method

Prodotti origine vegetale
LL 0.01 mg/kg – HL 0.1 mg/kg

A typical example of the experimental set up of a validation is:

Sample set (sub-samples from 1 homogenised sample):

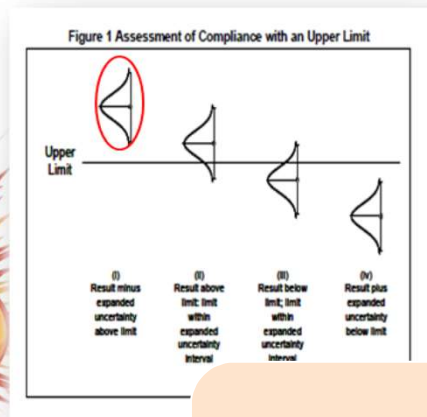
Reagent blank

1 blank (non-spiked) sample

5 spiked samples at target LOQ

5 spiked samples at 2-10x target LOQ

nota: RL può essere uguale o più alto del LOQ



Il documento SANTE al fine di armonizzare i laboratori preposti al controllo ufficiale dei residui di pesticidi negli alimenti, raccomanda l'utilizzo di un valore predefinito (*default*) di **incertezza estesa del 50%** (fattore di copertura $k=2$, livello di confidenza del 95%)

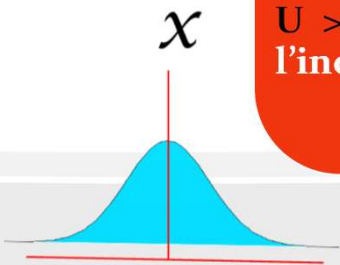
Incertezza di misura e conformità al LRM

I giudizi di conformità al limite di residuo massimo (LRM) devono rispettare i criteri definiti nel documento SANTE/11813/2017:

il campione è considerato **non conforme** se $x - U > LMR$, dove x è il risultato analitico e U l'incertezza di misura estesa.

(§ E12 SANTE/11813/2017)

L'utilizzo di tale valore predefinito è subordinato alla dimostrazione che l'incertezza estesa del laboratorio non sia superiore al 50%.





Grazie per
l'attenzione!!!