

# ISTISAN CONGRESSI 25 C1

ISSN: 0393-5620 (cartaceo) • 2384-857X (online)

XIV Workshop dei Laboratori Nazionali di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti e nei mangimi, per gli additivi nei mangimi, per i contaminanti da processo

Istituto Superiore di Sanità Roma, 22-23 maggio 2025

A cura di A.C. Turco, M. D'Amato, V. Patriarca e A.Sorbo

#### ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ

XIV Workshop dei Laboratori Nazionali di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti e nei mangimi, per gli additivi nei mangimi, per i contaminanti da processo

Istituto Superiore di Sanità Roma, 22-23 maggio 2025

#### **RIASSUNTI**

A cura di Anna Chiara Turco, Marilena D'Amato, Valeria Patriarca e Angela Sorbo Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria

> ISSN 0393-5620 ISTISAN Congressi

Istituto Superiore di Sanità

XIV Workshop dei Laboratori Nazionali di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti e nei mangimi, per gli additivi nei mangimi, per i contaminanti da processo. Istituto Superiore di Sanità. Roma, 22-23 maggio 2025. Riassunti.

A cura di Anna Chiara Turco, Marilena D'Amato, Valeria Patriarca e Angela Sorbo 2025, ix, 23 p. ISTISAN Congressi 25/C1

Questo volume raccoglie i riassunti dei contributi presentati durante il "XIV Workshop annuale dei Laboratori Nazionali di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti e nei mangimi, per gli additivi nei mangimi e per i contaminanti da processo" organizzato dal Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria dell'Istituto Superiore di Sanità in collaborazione con l'Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta. L'evento fornisce uno spazio di confronto tra i professionisti impegnati nei controlli ufficiali, favorendo la condivisione di esperienze e criticità. Il presente volume offre una panoramica sulle attività condotte dai Laboratori Europei e Nazionali di Riferimento. Fornisce, inoltre, un quadro sulle recenti evoluzioni normative, oltre alla condivisione dell'esperienza maturata dall'ISS nella gestione della controversia e controperizia. Infine, è presente una panoramica sui piani di controllo ufficiale e di monitoraggio e un approfondimento tecnico sui metodi analitici e sulle prove valutative.

Parole chiave: Controllo ufficiale; Laboratori Nazionali di Riferimento; Contaminanti chimici; Additivi; Alimenti; Mangimi.

Istituto Superiore di Sanità

XIV Workshop of the National Reference Laboratories for metals and nitrogen compounds in food and feed, for feed additives, for process contaminants. Istituto Superiore di Sanità, Rome, May 22-23, 2025. Abstract book.

Edited by Anna Chiara Turco, Marilena D'Amato, Valeria Patriarca and Angela Sorbo 2025, ix, 23 p. ISTISAN Congressi 25/C1 (in Italian)

This volume collects the summaries of the contributions presented at the "14th Annual Workshop of the National Reference Laboratories for metals and nitrogen compounds in food and feed, feed additives, and process contaminants," organized by the Department of Food Safety, Nutrition and Veterinary Public Health of the Istituto Superiore di Sanità, in collaboration with the Istituto Zooprofilattico Sperimentale of Piemonte, Liguria, and Valle d'Aosta. The event offers an opportunity for those professionals involved in official controls to share critical issues and field experience. This collection provides an overview of the activities carried out by the European and National Reference Laboratories. An updated review of the recent regulatory developments is also available, along with an in-depth look at the ISS's experience in managing disputes and second-expert opinions. Finally, the volume includes a survey of the official control and monitoring plans as well as a technical focus on analytical methods and proficiency testing.

Key words: Official control; National Reference Laboratories; Chemical contaminants; Additives; Food: Feed.

Responsabile scientifica: Angela Sorbo

Per informazioni su questo documento scrivere a: angela.sorbo@iss.it

Citare questo documento come segue:

Turco AC, D'Amato M, Patriarca V, Sorbo A. (Ed.). XIV Workshop dei Laboratori Nazionali di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti e nei mangimi, per gli additivi nei mangimi, per i contaminanti da processo. Istituto Superiore di Sanità, Roma, 22-23 maggio 2025. Riassunti. Roma: Istituto Superiore di Sanità, 2025 (ISTISAN Congressi 25/C1)

Legale rappresentante dell'Istituto Superiore di Sanità: Rocco Bellantone

Registro della Stampa - Tribunale di Roma n. 119 del 16/5/2014 (cartaceo) e n. 120 del 16/5/2014 (online)

Direttore Responsabile della serie: Antonio Mistretta Redazione: Patrizia Mochi e Cristina Gasparrini

La responsabilità dei dati scientifici e tecnici è dei singoli autori, che dichiarano di non avere conflitti di interesse.

© Istituto Superiore di Sanità 2024 Viale Regina Elena, 299 – 00161 Roma



# **INDICE**

Programma	iii
Premessa	vii
Note per la consultazione	ix
Riassunti	1
Indica degli autori	22

## **PROGRAMMA**

#### Giovedì 22 maggio 2025

- 12.30 Registrazione dei partecipanti e accoglienza
- 13.00 Indirizzo di saluto

#### Umberto Agrimi

Direttore del Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria (SANV) dell'Istituto Superiore di Sanità

#### Laura Contu

Dirigente dell'Ufficio 7 - Alimentazione animale, della ex Direzione Generale della Sanità Animale e dei farmaci veterinari (DGSA) del Ministero della Salute

#### **Monica Capasso**

Direttrice dell'ex Ufficio 6 - Igiene delle tecnologie alimentari, della Direzione Generale dell'Igiene e della Sicurezza Alimentare (DGISA) del Ministero della Salute

- 13.20 Apertura dei lavori
  - A. Sorbo, P. Stacchini, S. Squadrone, M.C. Abete
- 13.30 Aggiornamento della normativa europea nel settore dei metalli pesanti e dei contaminanti da processo negli alimenti
  - M.B. Majolini, M. Capasso
- 13.50 Aggiornamenti dall'EURL-MN e dall'EURL-FA per i mangimi S. Squadrone, P. Brizio
- 14.10 Aggiornamenti dall'EURL-MN e dall'EURL-PC per gli alimenti M. D'Amato, A. Sorbo
- 14.30 Discussione
- 14.50 Intervallo
- 15.10 Metalli pesanti e contaminanti da processo negli alimenti: analisi dati 2024 e aggiornamento Piano controlli ufficiali e Piano di monitoraggio per il 2025 M.B. Majolini, M. Capasso
- 15.30 Aggiornamento delle allerte per i contaminanti da processo inserite nel sistema RASFF
  - P. Filati, A. Sorbo

- 15.50 I contaminanti da processo negli alimenti: la rete dei laboratori ufficiali italiani P. Stacchini, A. Sorbo, A. Semeraro
- 16.10 La nuova edizione della Guida Eurachem "The Fitness for Purpose of Analytical Methods A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics"
   E. Gregori, F. Rolle
- 16.30 Discussione
- 17.00 Chiusura della giornata

#### Venerdì 23 maggio 2025

- 9.00 Gli Istituti della Controperizia e della Controversia ai sensi del Regolamento (UE) 2017/625 e del Decreto Legislativo 27/2021: attività svolte dall'Istituto Superiore di Sanità nel periodo 2021-2024, criticità e prospettive
  - A. Menditto, A. Fiore, E. Gregori, P. Stacchini
- 10.00 Discussione
- 10.30 Nitrati e nitriti negli alimenti non di origine animale: controlli ufficiali e monitoraggi
  - S. Paduano, M. Capasso
- 11.00 Intervallo
- 11.20 Monitoraggio delle forme organiche e inorganiche di arsenico negli alimenti con particolare riferimento ai prodotti ittici G. Fedrizzi, S. Menotta
- 11.40 Risultati prova valutativa MPA2024.1 e panoramica sulle prove valutative organizzate dal LNR-MN nel periodo 2020-2024
  A.C. Turco, A. Sorbo
- 12.00 Applicazione del Regolamento (UE) 2024/1229: scelta dei metodi analitici per il controllo della contaminazione da sostanze attive antimicrobiche nei mangimi non bersaglio
  - C. Civitareale, M. Fiori
- 12.20 Risultati PT C.Re.A.A. 2024 F. Ingravalle, C. Cocco
- 12.40 Le colture soilless come prospettiva sostenibile, sicura ed economica di alimenti per animali
  - R. Avolio, C. Marchese

- 13.00 Determinazione dello iodio nei mangimi C. Marchese, R. Avolio
- 13.20 Discussione
- 13.50 Chiusura dei lavori e test di verifica dell'apprendimento

#### **PREMESSA**

Nel quadro del Regolamento (UE) 2017/625, relativo ai controlli ufficiali e alle altre attività ufficiali effettuate per garantire l'applicazione della legislazione sugli alimenti e sui mangimi, i Laboratori Nazionali di Riferimento (LNR) rivestono un ruolo fondamentale nell'assicurare l'affidabilità, la comparabilità e l'armonizzazione delle analisi condotte dai laboratori ufficiali. Tra i compiti loro assegnati rientrano la disseminazione delle informazioni tecniche e scientifiche condivise dai Laboratori Europei di Riferimento (EURL), la formazione, l'organizzazione di prove interlaboratorio e la promozione della coerenza metodologica attraverso momenti di confronto e aggiornamento tecnico-scientifico. In questo contesto, il LNR per i metalli e i composti azotati negli alimenti, presso il Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria (SANV) dell'Istituto Superiore di Sanità (ISS) e il Centro di Referenza Nazionale per la Sorveglianza e il Controllo degli Alimenti per Animali (CReAA) dell'Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, organizzano annualmente un workshop di aggiornamento. L'iniziativa è dedicata alle attività di controllo sugli alimenti e sui mangimi, includendo anche i contaminanti da processo, per i quali l'ISS svolge un ruolo di riferimento nazionale. L'incontro rappresenta un'occasione di dialogo tra gli operatori coinvolti nei controlli ufficiali, con l'obiettivo di individuare e superare eventuali criticità, mettere in comune le esperienze maturate sul campo e valorizzare al meglio le risorse disponibili. La collaborazione continua tra i LNR, i laboratori ufficiali e le istituzioni costituisce infatti il fondamento per un sistema sempre più efficiente, volto a garantire la sicurezza alimentare e la tutela della salute pubblica.

Il presente volume raccoglie i contributi che verranno condivisi in occasione del XIV Workshop annuale dei Laboratori Nazionali di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti e nei mangimi, per gli additivi nei mangimi e per i contaminanti da processo. Nel corso delle due giornate di lavoro saranno affrontati temi centrali per l'attività dei laboratori ufficiali: dall'evoluzione del quadro regolatorio europeo agli aspetti tecnici condivisi dagli EURL di riferimento. Saranno illustrati i risultati dei piani di controllo e monitoraggio del 2024 e presentati i piani del 2025. Un focus particolare sarà dedicato ai contaminanti da processo, con aggiornamenti sulle allerte del sistema RASFF e informazioni sulla rete dei laboratori ufficiali italiani impegnati nell'analisi di queste complesse sostanze. Il programma sarà ulteriormente arricchito dalla presentazione della nuova edizione della linea guida Eurachem sulla validazione dei metodi, da una panoramica sulle prove valutative coordinate dai LNR e da contributi tecnici specifici nei diversi ambiti di interesse. Infine, sarà dato ampio spazio alla condivisione dell'esperienza maturata dall'ISS nella gestione delle attività di controperizia e controversia, a conferma dell'importanza di un approccio integrato e collaborativo.

Dr.ssa Angela Sorbo

## NOTE PER LA CONSULTAZIONE

Il presente volume raccoglie i riassunti di tutti i contributi presentati al "XIV Workshop dei Laboratori Nazionali di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti e nei mangimi, per gli additivi nei mangimi, per i contaminanti da processo". Per comodità di consultazione gli abstract sono organizzati secondo l'ordine degli interventi descritto nel programma. Alla fine del volume è comunque incluso un indice di tutti gli autori di ogni singolo contributo.

**RIASSUNTI** 

# AGGIORNAMENTO DELLA NORMATIVA EUROPEA NEL SETTORE DEI METALLI PESANTI E DEI CONTAMINANTI DA PROCESSO NEGLI ALIMENTI

Majolini Maria Bernardetta, Capasso Monica Ex Ufficio 6, DGISA, Direzione Generale dell'Igiene e della Sicurezza Alimentare, Ministero della Salute, Roma

Il gruppo di lavoro europeo sui contaminanti ambientali e industriali (WG ENVI) si occupa principalmente di contaminanti regolamentati e non appartenenti alle categorie dei metalli pesanti, dei contaminanti da processo e altri quali melamina e perclorato. Dal 1º luglio 2025 la principale novità è l'entrata in vigore del Regolamento (UE) 2024/1987 che fissa Limiti Massimi (LM) per il nichel su alcune categorie alimentari quali ad esempio legumi, ortaggi, semi oleaginosi, frutta a guscio, alghe. Sempre nell'ambito dei metalli la Commissione europea sta per approvare un nuovo regolamento che prevede LM per l'arsenico inorganico nei pesci e nei frutti di mare e prosegue l'analisi dei dati raccolti da EFSA per l'introduzione di LM nelle alghe per piombo, cadmio, arsenico inorganico e iodio. Inoltre, sulla base di richieste pervenute da associazioni di consumatori, si sta anche valutando la necessità di introdurre LM per il mercurio nei pesci in scatola, in particolare nel tonno. Per i contaminanti da processo, il WG sta rivedendo i limiti relativi agli Idrocarburi Policlici Aromatici (IPA) su carne e pesce affumicati e l'introduzione di LM sui formaggi affumicati, a seguito della deroga dell'autorizzazione d'uso degli aromi di affumicatura. A tal proposito è in fase di definizione una raccomandazione per il monitoraggio nei prodotti affumicati di 2(5H)-furanone, benzene-1,2-diol, benzofurano e stirene. Per l'acrilamide è in corso un'ulteriore revisione dei dati di occorrenza finora raccolti per arrivare a stabilire dei LM almeno su alcune categorie di prodotti da forno. del lavoro del WG ENVI è incentrato sull'analisi dei dati relativi agli idrocarburi aromatici e agli idrucarburi saturi degli olii minerali, rispettivamente MOAH e MOSH. Per i MOAH la valutazione dell'EFSA ha evidenziato effetti mutagenici e carcinogenici e, di conseguenza, l'obiettivo è quello di introdurre a breve LM almeno sulle materie prime per poi calcolare i LM sui prodotti finiti tramite l'applicazione dell'articolo 3 del Regolamento (UE) 2023/915. Per i MOSH l'EFSA ha concluso la valutazione affermando che l'esposizione non rappresenta al momento un rischio per la salute ed è, quindi, in fase di valutazione una bozza di raccomandazione con l'introduzione di livelli indicativi, ai fini della raccolta di ulteriori dati occorrenza per approfondire gli studi tossicologici sull'esposizione a lungo termine. Infine, il WG sta valutando anche l'introduzione di LM per gli alchilfurani in alimenti per l'infanzia e in alimenti processati a base di cereali destinati ai neonati e alla prima infanzia.

## AGGIORNAMENTI DALL'EURL-MN PER I MANGIMI

Squadrone Stefania

CReAA, Centro di Referenza per la Sorveglianza ed il Controllo degli Alimenti per gli Animali, Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, Torino

Gli aggiornamenti dall'European Union Reference Laboratory for Metals and Nitrogenous Compounds (EURL-MN) presentati durante il workshop riguardante i mangimi hanno illustrato le modifiche previste nella Direttiva 32/2002/CE. Infatti, nel mese di novembre 2024 sono state finalizzate le modifiche della riunione del gruppo di esperti in materia di nutrizione animale, la cui pubblicazione in Gazzetta Ufficiale è prevista per il primo semestre 2025. In particolare, vi è un aggiornamento dei limiti massimi per il piombo nella selvaggina utilizzata come materia prima per pet-food (25 mg/kg), per il cadmio nell'ossido di rame (15 mg/kg), e riguardante il livello massimo di arsenico inorganico rispetto all'arsenico totale (non più di 2 mg/kg), particolarmente importante per le macroalghe Asparagopsis spp., Sargassum/Hizikia spp., Halidrys spp., Laminaria spp., Alaria spp. e per pesci, altri animali acquatici e prodotti derivati. Per quanto riguarda il nichel, è prevista l'introduzione di un limite massimo di 20 mg/kg per le categorie acidi grassi esterificati con glicerolo, mono-, di- e trigliceridi degli acidi grassi, sali degli acidi grassi, acidi grassi, glicerina grezza e glicerina. Tuttavia, è ancora in considerazione la sua applicazione a queste categorie ed eventualmente ad altre in cui si riscontrano alti valori di nichel, come additivi per mangimi appartenenti al gruppo funzionale dei composti di oligoelementi e degli agenti antiagglomeranti. Inoltre, è stata sottolineata la presenza di raccomandazioni comunitarie per arsenico inorganico e le specie arsenicali e per nitrati-nitriti (ancora in bozza). Per questi ultimi, la proposta è stata di mantenere in gran parte le disposizioni vigenti in materia di nitriti nella Direttiva 2002/32/CE, comprese le esenzioni per le materie prime per mangimi, ma eliminare l'esenzione dal Limite Massimo (LM) per i mangimi completi (15 mg/kg) per i mangimi completi per cani e gatti con un tasso di umidità superiore al 20%. Per quanto riguarda l'utilizzo delle alghe come materia prima per mangimi, si sottolinea la necessità di dati relativi al contenuto di metalli (arsenico, cadmio, piombo, mercurio e iodio), considerando che nell'ultima Opinion EFSA del 2023 i dati relativi ai mangimi erano nettamente inferiori rispetto a quelli raccolti per gli alimenti (254 risultati analitici contro 9.715).

## AGGIORNAMENTI DALL'EURL-FA PER I MANGIMI

Brizio Paola

CReAA, Centro di Referenza per la Sorveglianza ed il Controllo degli Alimenti per gli Animali, Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, Torino

Durante l'annuale workshop organizzato dall'European Union Reference Laboratory for Feed Additives (EURL-FA) sono stati trattati diversi argomenti concernenti sia l'attività relativa all'autorizzazione all'immissione sul mercato di nuovi additivi, sia il loro controllo. Nel corso del 2024 l'EURL-FA si è occupato della redazione di 40 reports relativi ad additivi nutrizionali, sensoriali e zootecnici, oltre ad aver fornito supporto all'EFSA e alla Commissione Europea per lo svolgimento dei rispettivi ruoli istituzionali. È stato inoltre specificato che nella revisione della Direttiva 32/2002/CE verranno introdotti nuovi limiti per il nichel e la p-fenetidina. Le disposizioni relative la cross-contaminazione inevitabile di additivi autorizzati in mangimi non target sono inoltre state aggiornate per riflettere i cambiamenti nell'autorizzazione di questi additivi. È stato affrontato il problema relativo all'esclusione, dal Regolamento 152/2009/CE, del metodo relativo alla determinazione dei carbonati, pur essendo questa analisi essenziale nel caso di un additivo (carbonato di lantanio) e una materia prima (carbonato di calcio) autorizzati; è stato pertanto deciso di reintrodurre il metodo leggermente modificato nella revisione della normativa e di renderlo oggetto di uno studio di validazione interlaboratorio. Nella revisione della normativa verrà in ogni caso incluso un aggiornamento delle metodiche incluse, per riflettere i progressi tecnologici e scientifici. Nel corso dell'evento è stata quindi affrontata la problematica relativa alla determinazione di selenio mediante ICP-MS, fortemente correlata alla modalità di digestione del mangime. Il Laboratorio Nazionale di Riferimento tedesco si è occupato di studiare i parametri che influenzano in maniera più significativa la misurazione dell'elemento con questa strumentazione, includendo anche l'arsenico che spesso ha comportamenti simili. Purtroppo, i dati ottenuti hanno rivelato discrepanze (superiori al 100%) tra le letture strumentali, ma non è stato possibile identificare un singolo parametro come causa principale e pertanto verranno condotti altri studi multifattoriali in merito. Infine, l'EURL-FA ha informato che per il 2025 ha in programma l'organizzazione di un Proficiency Test (PT) per la determinazione di elementi in tracce nei mangimi.

## AGGIORNAMENTI DALL'EURL-MN E DALL' EURL-PC PER GLI ALIMENTI

D'Amato Marilena, Sorbo Angela Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria, Istituto Superiore di Sanità, Roma

Tra i compiti dei Laboratori Nazionali di Riferimento (LNR), stabiliti dal Regolamento (UE) 2017/625, la diffusione delle informazioni fornite dai Laboratori Europei di Riferimento (EURL) rappresenta un aspetto cruciale per garantire l'aggiornamento continuo dei laboratori ufficiali, promuovendo l'armonizzazione delle competenze e delle conoscenze. Gli EURL per i metalli e i composti azotati (EURL-MN) e per i contaminanti da processo (EURL-PC) negli alimenti, con sede presso l'Università Tecnica della Danimarca (DTU), hanno organizzato i loro workshop annuali nell'autunno del 2024, coinvolgendo esperti tecnici, rappresentanti dei LNR e la Direzione Generale della Salute e della Sicurezza Alimentare della Commissione Europea (DG SANTE). Per quanto riguarda l'EURL-MN, i principali temi affrontati hanno riguardato: l'analisi del nichel negli alimenti; i metodi analitici per la determinazione del metilmercurio; i progressi tecnici nella quantificazione delle nitrosammine. L'adozione del Regolamento (UE) 2024/1987 ha introdotto Limiti Massimi (LM) per il nichel in diversi prodotti alimentari, che entreranno in vigore il 1° luglio 2025, ad eccezione di quelli per i cereali, che saranno applicabili dal 1º luglio 2026. Da un punto di vista tecnico, l'istituzione di tali limiti ha comportato la revisione del Regolamento (CE) 333/2007. Nello specifico, sono state inserite indicazioni per evitare possibili contaminazioni in fase di campionamento ed analisi e requisiti di prestazione per i metodi analitici. Tra questi, un aspetto particolarmente rilevante riguarda il limite di quantificazione (LOQ), che per i livelli più bassi non deve superare 0,10 mg/kg. L'analisi delle Nnitrosammine continua a rappresentare una sfida, data la difficoltà nel mettere a punto un metodo unico per l'estrazione e la quantificazione simultanea di tutti i composti di interesse. Attualmente, l'EURL-MN è impegnato nello sviluppo e nella validazione di un metodo semplice e robusto per la determinazione di 10 nitrosammine cancerogene in diverse matrici alimentari, utilizzando la cromatografia liquida con spettrometria di massa (LC-MS/MS). Relativamente al metilmercurio il progetto della Commissione Europea di introdurre limiti massimi rappresenta una sfida considerando che la sua determinazione analitica può essere estremamente complessa. A tal proposito, il Comitato Europeo di Normazione (CEN) ha avviato una discussione per la creazione di un nuovo standard orizzontale per il metilmercurio, applicabile a tutte le matrici di interesse (ad esempio, pesce e frutti di mare, insetti, funghi), utilizzando la cromatografia liquida e la spettrometria di massa al plasma accoppiato induttivamente (LC-ICPMS). Per quel che riguarda l'EURL-PC sono stati trattati gli aspetti chiave nell'analisi dei contaminanti negli oli e nei grassi, come la classificazione dei lipidi, i metodi di estrazione e l'impatto dell'ossidazione lipidica sui campioni. Il rappresentante della DG SANTE ha illustrato gli sviluppi recenti e futuri nella legislazione dell'UE in materia di contaminanti da processo focalizzandosi sui Limiti Massimi (LM) o sui livelli indicativi in discussione per i diversi contaminanti tecnologici. L'EURL-PC ha presentato uno studio sull'acrilammide nel pan di zenzero, evidenziando i fattori che influenzano la sua formazione, tra cui temperatura, tempo di cottura, e tempo di conservazione. Sono state, inoltre, presentate e discusse le sfide analitiche legate alla determinazione degli esteri glicidilici, evidenziando le interferenze che possono impattare sullo sviluppo dei metodi e le difficoltà nel monitoraggio del glicidolo negli oli e nei grassi marini. La possibile pubblicazione di una raccomandazione di monitoraggio di furan-2(5H)-one e benzene-1,2-diolo nei prodotti affumicati impone una nuova sfida ai laboratori. Infatti, la limitata letteratura disponibile e la mancanza di informazioni specifiche per le matrici di interesse (carne, pesce e formaggio) hanno reso difficile identificare metodi e LOQ adeguati. A supporto di questa futura attività l'EURL-PC ha messo a punto due metodi: un metodo GC-MS/MS per il furan-2(5H)-one e il 3-metil-2(5H)-furano e un metodo LC-MS/MS per il benzene-1,2-diolo. Entrambi i workshop hanno ribadito la necessità di rafforzare la collaborazione tra i laboratori e la condivisione delle conoscenze così da poter affrontare le nuove sfide emergenti nell'ambito dei contaminanti chimici negli alimenti.

# METALLI PESANTI E CONTAMINANTI DA PROCESSO NEGLI ALIMENTI: ANALISI DATI 2024 E AGGIORNAMENTO PIANO CONTROLLI UFFICIALI E PIANO DI MONITORAGGIO PER IL 2025

Majolini Maria Bernardetta, Capasso Monica Ex Ufficio 6, DGISA, Direzione Generale dell'Igiene e della Sicurezza Alimentare, Ministero della Salute, Roma

Il Piano nazionale di controllo ufficiale dei contaminanti e tossine vegetali regolamentati, per gli anni 2023-2027, racchiude tutti i controlli programmati sugli alimenti immessi sul mercato o da immettere sul mercato, per i contaminanti e le tossine vegetali per i quali siano definiti limiti massimi nel Regolamento (UE) 2023/915 o livelli di azione/riferimento da altri Regolamenti europei, allo scopo di organizzare un sistema di controllo efficace lungo l'intera filiera agroalimentare a garanzia della sicurezza dei consumatori. La principale novità nell'aggiornamento del piano per il 2025 riguarda l'introduzione dei controlli sul nichel e l'eliminazione dei controlli per lo stagno nelle bevande in lattina e dei controlli sui piatti misti. Nell'ambito dei controlli ufficiali sugli alimenti, nel 2024, da un'analisi preliminare dei dati caricati nel sistema RaDISAN, per i contaminanti ambientali e industriali risultano analizzati 7.133 campioni, dei quali 5.012 per metalli e 650 per contaminanti da processo. Sul totale dei controlli effettuati per i metalli pesanti e i contaminanti da processo risultano, ad una prima analisi dei dati, 44 campioni non conformi: un campione di riso per arsenico, uno di zenzero disidrato per IPA, 6 campioni di pesce e 3 di vegetali per cadmio, un campione di carne bovina e 12 di vino per piombo, 20 campioni di pesce per mercurio. Inoltre in un campione di patatine fritte è stato rilevato un tenore di acrilamide superiore ai livelli di azione stabiliti dal Regolamento (UE) 2017/2158. Il Piano nazionale di monitoraggio dei contaminanti ambientali e industriali negli alimenti ha la finalità di promuovere ed incrementare i controlli su coppie di contaminanti/matrici alimentari per le quali non sono stabiliti Limiti Massimi dal Regolamento (UE) 2023/915, in accordo a quanto previsto da specifiche raccomandazioni della Commissione Europea. Per l'anno 2025 il piano di monitoraggio prevede il controllo delle stesse coppie di contaminanti/matrici alimentari previste per il 2024 in modo da incrementare i dati di occorrenza raccolti. Per le coppie previste, nel 2024 ad una prima analisi dei dati, rispetto ai 21 campioni previsti per ogni coppia, risultano analizzati 9 campioni di tonno/pesce spada per mercurio e metilmercurio; 9 di frutta a guscio per acrilamide; 18 di alghe marine per il contenuto di iodio; 8 di creme spalmabili a base di cioccolata e/o nocciole e 31 di bevande liquide a base di soya e prodotti a base di tofu per il nichel; 8 di alici/acciughe per PBDE; 18 di latte bovino confezionato e 7 di alimenti per la prima infanzia a base di carne o pesce per diossine/PCB.

## AGGIORNAMENTO DELLE ALLERTE PER I CONTAMINANTI DA PROCESSO INSERITE NEL SISTEMA RASFF

Filati Piero

Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria, Istituto Superiore di Sanità, Roma

Il Sistema di Allerta Rapido per gli Alimenti e i Mangimi (RASFF) è stato istituito dal Regolamento (CE) 178/2002 che stabilisce i principi generali della sicurezza alimentare. L'articolo 50 definisce il funzionamento del RASFF come sistema di allarme, sotto forma di rete, per la notifica di un rischio diretto o indiretto per la salute umana dovuto ad alimenti o mangimi. I membri della rete, o punti di contatto, sono la Commissione Europea, gli Stati membri, l'EFSA e i Paesi dell'EFTA. Le informazioni vengono condivise in tempo reale tramite una piattaforma online, i-RASFF, su cui si possono inviare, ricevere e consultare le notifiche. Esse possono derivare da controlli ufficiali, segnalazioni di imprese alimentari o informazioni ricevute da altri Paesi e vengono classificate a seconda della gravità in: allerta (rischio grave e immediato), informativa (rischio non urgente), rifiuto alla frontiera (prodotti respinti all'importazione) e follow-up (aggiornamenti su notifiche precedenti). A seconda del tipo di notifica possono essere diverse le azioni intraprese, incluso il ritiro o richiamo del prodotto se ancora presente sul mercato. Negli ultimi anni si è registrato un incremento del numero di notifiche relative alla presenza di contaminanti da processo negli alimenti a seguito dell'aumento dei controlli e dell'applicazione di limiti massimi o di livelli indicativi, definiti nei regolamenti europei. Dall'analisi del sistema RASFF dal 2020 a 2024 si riscontra una crescita delle notifiche per 3-MCPD e glicidi esteri su oli e grassi, prodotti da forno, dolci e alimenti per l'infanzia. Una lieve diminuzione delle notifiche si evidenzia per IPA e acrilamide, per quest'ultima probabilmente legata all'applicazione di misure di attenuazione. Negli ultimi due anni sono aumentate le notifiche relative agli idrocarburi degli oli minerali (MOSH e MOAH) in oli, grassi, cereali, spezie ed erbe. Il moltiplicarsi dei prodotti processati, la diversificazione dell'offerta alimentare e l'innovazione tecnologica nei processi produttivi rappresentano le principali cause della diffusione dei contaminanti da processo. È, quindi, necessario, da una parte conoscere i fattori che predispongono alla loro formazione, come la composizione degli alimenti, i processi produttivi, il confezionamento, la conservazione e lo stoccaggio, dall'altra raccogliere dati di occorrenza nelle diverse filiere. In questo complesso panorama, il sistema RASFF svolge un ruolo chiave favorendo, oltre alla rilevazione rapida di possibili rischi, anche l'individuazione di filiere di produzione più critiche, promuovendo il miglioramento dei processi produttivi e supportando l'adozione di misure regolatorie a livello europeo.

## I CONTAMINANTI DA PROCESSO NEGLI ALIMENTI: LA RETE DEI LABORATORI UFFICIALI ITALIANI

Stacchini Paolo, Sorbo Angela, Semeraro Antonella Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria, Istituto Superiore di Sanità, Roma

I contaminanti da processo si formano negli alimenti o nei loro ingredienti a seguito di reazioni chimiche indotte da trattamenti come fermentazione, affumicatura, essiccamento, cottura ad alte temperature, aggiunta di additivi e raffinazione. Questi contaminanti sono considerati tra i principali responsabili dell'esposizione cronica degli adulti europei a sostanze potenzialmente genotossiche e cancerogene. La Commissione Europea ha identificato diversi di questi contaminanti come una priorità da affrontare nella sua attività di tutela della salute pubblica. In questa ottica si sta lavorando alla estensione, modifica e definizione di limiti massimi, livelli di riferimento e livelli indicativi negli alimenti per i seguenti composti: acrilammide, 3-monocloropropandiolo (3-MCPD) e suoi esteri, glicidil esteri degli acidi grassi (GE), idrocarburi policiclici aromatici (IPA), furano e metilfurani, idrocarburi di oli minerali (MOAH e MOSH). A monte di tutta questa attività deve essere garantita la capacità del sistema di controllo europeo di eseguire analisi che producano dati affidabili. Da un punto di vista tecnico la determinazione dei contaminanti da processo è molto complessa e l'assenza in alcuni casi di metodi standardizzati o di metodi sufficientemente sensibili ed accurati diventa cruciale per un adeguato sistema di controllo e monitoraggio. Per supportare a livello tecnico il sistema è stato istituito, a partire dal 2019, il laboratorio europeo di riferimento per i contaminanti da processo (EURL-PC) che sta lavorando soprattutto alla messa a punto di metodi di analisi e all'organizzazione di prove valutative interlaboratorio finalizzate all'armonizzazione delle prestazioni dei laboratori ufficiali. La difficoltà nella determinazione analitica di molti di questi contaminanti (ad es. MOH, 3-MCPD, GE), gli alti costi della strumentazione richiesta e l'alta specializzazione degli operatori impone nuove sfide anche alla rete dei laboratori ufficiali italiani. Per rilevare eventuali criticità, l'Istituto Superiore di Sanità (ISS) ha somministrato questionari specifici ai referenti dei laboratori chiedendo informazioni sulla disponibilità di metodi per le diverse classi di composti e sullo stato di tali metodi (in sviluppo, validati o accreditati), inclusi dettagli sui parametri di prestazione. In base alle informazioni raccolte e considerando la disponibilità di metodi per almeno una matrice, la distribuzione è riportata di seguito:

- -IPA (intesi come Benzo(a)pirene e come somma di benzo(a)pirene, benzo(a)antracene, benzo(b)fluorantene e crisene): dieci laboratori accreditati, tre laboratori con metodi in validazione e un laboratorio con metodi in sviluppo;
- 3-MCPD e somma 3-MCPD e 3-MCPD esteri degli acidi grassi: due laboratori accreditati per 3-MCPD e tre accreditati per la somma, due laboratori con metodi in sviluppo;
- -GE: 3 laboratori accreditati e uno con metodi in sviluppo;
- Acrilammide: sei laboratori accreditati, due laboratori con metodi validati e quattro laboratori con metodi in sviluppo;

- Furano: un laboratorio accreditato, un laboratorio con metodi validati e due laboratori con metodi in sviluppo;
- Alchilfurani: due laboratori con metodi validati e un laboratorio con metodi in sviluppo;
- -MOSH/MOAH: due laboratori con metodi in sviluppo sugli oli vegetali.

Per consentire alla rete dei laboratori italiani di verificare i metodi disponibili in termini di assicurazione esterna della qualità, l'ISS ha coordinato la loro partecipazione alle prove valutative organizzate dall'EURL-PC e dal Laboratorio Nazionale di Riferimento tedesco. Dal 2022 sono stati organizzati *Proficiency Test* su IPA (foglie di alloro, alimenti per l'infanzia); Acrilammide (cacao, alimenti per l'infanzia a base di cereali, chips vegetali); Furano e alchilfurani (cereali, alimenti per l'infanzia, prodotti da forno a base di cereali); 3-MCPD e GE (biscotti, formule per l'infanzia, biscotti per bambini, alimenti per l'infanzia); MOSH e MOAH (solvente, riso) e i laboratori italiani hanno ottenuto prestazioni generali in linea con quelle degli altri laboratori europei.

# LA NUOVA EDIZIONE DELLA GUIDA EURACHEM "THE FITNESS FOR PURPOSE OF ANALYTICAL METHODS - A LABORATORY GUIDE TO METHOD VALIDATION AND RELATED TOPICS"

Gregori Emanuela (a), Rolle Francesca (b)

- (a) Eurachem Italia, Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria, Istituto Superiore di Sanità, Roma
- (b) Eurachem Italia, Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica, Divisione Metrologia Applicata e Ingegneria, Torino

Eurachem è una rete di organizzazioni presenti in Europa fondata nel 1989, che persegue come obiettivo primario la promozione di concetti quali la riferibilità metrologica, la qualità e le buone pratiche nelle misurazioni analitiche condotte nei laboratori, in particolare chimici. Per il raggiungimento di questi obiettivi, Eurachem si è organizzata come un forum per la discussione di problematiche comuni o emergenti, da cui possa essere sviluppata una visione complessiva e informata di questioni tecniche rilevanti per la definizione di politiche comuni, focalizzata sugli aspetti della qualità nelle misurazioni analitiche. Parte integrante di questo approccio è l'organizzazione e la convocazione di gruppi di esperti per affrontare problematiche specifiche, sviluppando "documenti guida" autorevoli e promuovendo la discussione e il confronto attraverso l'organizzazione di eventi internazionali (workshop e corsi di formazione). Lo scopo delle guide di Eurachem è principalmente quello di fornire delle linee guida a supporto dei laboratori di misura, affinché possano garantire la qualità in tutte le fasi dei propri processi di misura. Le guide e i fogli informativi di Eurachem, in lingua inglese, sono disponibili gratuitamente sul sito Eurachem: https://www.eurachem.org/. Esistono anche traduzioni in varie altre lingue, prodotte dai paesi membri di Eurachem. La guida "The fitness for purpose of analytical methods - a laboratory guide to method validation and related topics" è stata pubblicata per la prima volta nel 1998 e nel 2014 è stata pubblicata la seconda edizione. Nel corso degli anni, data la centralità dell'argomento trattato nelle attività dei laboratori, è diventata una delle guide Eurachem più apprezzate e scaricate. La terza edizione, pubblicata nel febbraio 2025, è stata necessaria visto che, dalla sua prima pubblicazione, si sono verificati numerosi cambiamenti nella terminologia, nei documenti di riferimento, nei requisiti normativi e nelle tecnologie disponibili. Questa terza edizione, curata dal Gruppo di Lavoro sulla Validazione dei Metodi (MVWG) di Eurachem, rappresenta un'ampia revisione dell'edizione del 2014. In questa presentazione verranno illustrate le principali novità della nuova edizione della guida, tra cui una sezione dedicata al campionamento e alla gestione dei campioni, in linea con l'introduzione, da parte della norma ISO/IEC 17025:2017, di un'attenzione particolare al campionamento associato alle prove eseguite dal laboratorio. Inoltre, è stata aggiunta un'ulteriore sezione dedicata alla valutazione della funzione di taratura.

GLI ISTITUTI DELLA CONTROPERIZIA E DELLA CONTROVERSIA AI SENSI DEL REGOLAMENTO (UE) 2017/625 E DEL DECRETO LEGISLATIVO 27/2021: ATTIVITÀ SVOLTE DALL'ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ NEL PERIODO 2021-2024, CRITICITÀ E PROSPETTIVE

Menditto Antonio, Fiore Alfonsina, Gregori Emanuela, Stacchini Paolo Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria, Istituto Superiore di Sanità, Roma

Nell'Unione Europea, gli istituti della controperizia e della controversia sono disciplinati dall'art. 35, "Controperizia", paragrafi 1 e 2 del Regolamento (UE) 2017/625. In particolare, l'istituto della controversia è oggetto di trattazione nel paragrafo 3 che recita: "In caso di controversia tra le autorità competenti e gli operatori sulla base della controperizia di cui al paragrafo 1, gli Stati membri possono decidere che gli operatori abbiano la possibilità di richiedere a proprie spese l'esame documentale dell'analisi, della prova o della diagnosi iniziale e, se del caso, di altre analisi, prove o diagnosi da parte di un laboratorio ufficiale". In Italia, limitatamente ai settori di competenza del Ministero della Salute, l'istituto della controversia prevede una fase documentale e una fase analitica disciplinate dall'art. 8 "Controversia", commi da 1 a 4, del D.Lgs. 27/2021. Il Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria (SANV) dell'Istituto Superiore di Sanità (ISS), da sempre impegnato in attività di controllo ufficiale, ha strutturato un'unità organizzativa, denominata Nucleo Operativo Controversia (NOC), per la gestione delle controversie, al fine di garantirne l'operatività. In termini di pericoli per la sicurezza alimentare, le controversie gestite da SANV riguardano tutte le attività di campionamento e analisi relative ai settori di competenza del Ministero della Salute di cui all'articolo 2 comma 1 del D.L.vo 27/2021 ad esclusione di: fitofarmaci/pesticidi, PCB/diossine, pericoli derivanti da migrazioni da Materiali e Oggetti a Contatto con gli Alimenti (MOCA), la cui gestione è demandata al Dipartimento Ambiente e Salute dell'ISS. Per quanto riguarda il pericolo parassiti, il SANV si avvale di esperti tecnici afferenti al Dipartimento Malattie infettive dell'ISS. Le attività prevedono il coinvolgimento e l'impegno, a vario titolo, del personale SANV (esperti tecnici), del personale dell'archivio centrale dell'ISS e della segreteria del dipartimento stesso. Nel periodo compreso tra il 6 maggio 2021 e il 31 dicembre 2024 sono pervenute presso il SANV 135 controversie documentali; di queste, 68 (50,4%) appartenevano alla chimica e 65 (48,1%) alla microbiologia. Nello stesso periodo sono inoltre pervenute presso il SANV 34 controversie analitiche, di cui 27 inerenti all'area chimica e 7 all'area microbiologica. L'istituto della controperizia/controversia da poco introdotto nel sistema del Controllo Ufficiale ha consentito di individuare, anche attraverso il coinvolgimento attivo delle parti interessate, inclusi gli operatori del settore alimentare, criticità sia di carattere procedurale che tecnico, sollecitando il sistema stesso a adottare le opportune azioni preventive, correttive e di miglioramento. La gestione delle controversie ha reso inoltre possibile approfondire alcuni aspetti sia di natura tecnico-scientifica che legale, legati ad alcune specifiche tipologie di matrice/pericolo.

## NITRATI E NITRITI NEGLI ALIMENTI NON DI ORIGINE ANIMALE: CONTROLLI UFFICIALI E MONITORAGGI

Paduano Sandra, Capasso Monica Ex Ufficio 6, DGISA, Direzione Generale dell'Igiene e della Sicurezza Alimentare, Ministero

della Salute. Roma

Il sistema NSIS RaDISAN del Ministero della salute include dati sul campionamento e analisi di alimenti prelevati a livello territoriale presso ciascuna Regione e Provincia autonoma. I dati sono inseriti nel sistema per il tramite dei laboratori ufficiali. I piani nazionali di controllo ufficiale e di monitoraggio, messi a punto dal Ministero, forniscono indicazioni per i campionamenti e per una raccolta armonizzata di dati. Il controllo ufficiale verifica la conformità di alimenti regolamentati ai limiti massimi di cui al Regolamento (UE) 2023/915, mentre il monitoraggio, volto al controllo di alimenti non regolamentati, si prefigge l'obiettivo di raccogliere dati utili ai fini delle valutazioni e gestione di rischi di esposizione sia a livello nazionale che a livello dell'Unione Europea. Sulla base della programmazione nazionale si illustrano i risultati dei controlli ufficiali e di monitoraggio, per i nitrati, dall'anno 2017 all'anno 2024. Emergono, in generale, livelli significativi di nitrati negli ortaggi a foglia, sia regolamentati che non, come il maggior numero di campioni non conformi per le combinazioni nitrati/ortaggi a foglia rispetto ad altre combinazioni contaminanti agricoli/alimenti. Alimenti per la prima infanzia e alimenti a base di cereali trasformati per lattanti e bambini della prima infanzia presentano, nell'ultimo biennio, livelli crescenti di contaminazione da nitrati prossimi al limite massimo di nitrati (200 µg/kg). L'elaborazione annuale dei dati ha, infine, messo in evidenza alcune criticità relative:

- i. all'armonizzazione dei metodi di analisi caratterizzati, ad esempio, da ampi intervalli di LOQ (Limite di Quantificazione del metodo di analisi) e di incertezza analitica.,
- ii. all'accuratezza dei dati sul campionamento e analisi,
- iii. all'inquadramento degli alimenti oggetto di campionamento fra quelli della legislazione UE e secondo la codifica Foodex2,
- iv. all'espressione dei risultati analitici, per gli alimenti per la prima infanzia e gli alimenti a base di cereali trasformati per lattanti e bambini della prima infanzia, conformemente alla legislazione dell'Unione Europea,
- v. alla carenza di informazioni (ad es. se ortaggi coltivati in serra, all'aperto, biologici, congelati/surgelati/conservati, ecc.), per l'interpretazione del dato analitico, nei verbali di campionamento.

Risulta disponibile un numero scarso di dati sui nitriti e, pertanto, non è stato possibile effettuare un'elaborazione accurata dei dati.

## MONITORAGGIO DELLE FORME ORGANICHE E INORGANICHE DI ARSENICO NEGLI ALIMENTI CON PARTICOLARE RIFERIMENTO AI PRODOTTI ITTICI

Fedrizzi Giorgio, Menotta Simonetta, Vitellino Maria, Peloso Mariantonietta Reparto Chimico degli Alimenti, Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Lombardia e dell'Emilia Romagna, Bologna

L'arsenico è diffuso in natura per cause naturali e antropogeniche, in forme organiche e inorganiche. Le principali fonti di esposizione umana all'arsenico sono, oltre all'acqua potabile, gli alimenti, in particolare i prodotti ittici, le alghe e il riso. Le specie marine accumulano maggiormente arsenico organico, mentre quello inorganico prevale nelle acque sotterranee e nei molluschi bivalvi, principalmente come Arsenato (AsV) e Arsenito (AsIII). Quest'ultimo è il più tossico ed è classificato come cancerogeno per l'uomo (Gruppo 1, IARC). În questo studio è stato condotto il monitoraggio contemporaneo dell'arsenico totale (TAs) e delle forme inorganiche dell'arsenico (iAs: AsV, AsIII, MMA e DMA) in campioni di prodotti ittici (n=464) tra cui: pesci di acqua salata (n=370) (tonno, orata, merluzzo, pesce spada, platessa, salmone, sogliola, alici, sardine, sgombro, cernia e cefalo) e molluschi (n=94) (cozze, vongole, ostriche e lumache di mare). In misura minore sono stati monitorati anche pesci di acqua dolce (n=9) e alghe marine (n=22). I campioni erano stati prelevati in Italia tra il 2022 e il 2025. e sono stati analizzati con con metodi accreditati: mediante ICP-MS/MS (TAs) e HPLC-ICP-MS (diverse forme di iAs). Dei 464 prodotti ittici analizzati, il 99% conteneva TAs superiore al limite di quantificazione (LOQ=0,005 mg/kg), mentre l'iAs, espresso come somma di AsIII e AsV, è stato rilevato oltre il limite di quantificazione (LOQ=0,020 mg/kg) nel 13% dei campioni. I molluschi presentavano livelli più elevati di TAs rispetto alle specie ittiche, con un intervallo compreso fra 0,773 e 35,3 mg/kg e una mediana (Me) di 2,2 mg/kg: i pesci di acqua salata presentavano una concentrazione compresa fra 0,088 e 17,7 mg/kg, con una mediana di 0,969 mg/kg). Anche per l'iAs, le concentrazioni erano maggiori nei molluschi, dove è stato rilevato nel 61% dei campioni (range 0.020-0.320 mg/kg, Me=0,040 mg/kg), mentre in tutti i pesci di acqua salata risultava al di sotto del limite di quantificazione (LOQ=0,020 mg/kg). Per quanto riguarda i campioni di pesci di acqua dolce l'89% presentava TAs sopra il LOQ (0,009-0,320 mg/kg, Me=0,091 mg/kg), mentre l'iAs è stato rilevato in un solo campione (0,030 mg/kg). Le alghe mostravano le concentrazioni più elevate di TAs (0,171 e 67,7 mg/kg, Me=18,1 mg/kg) e la percentuale più alta di campioni con iAs quantificabile (77%), nel range compreso fra 0,020 e 44,9 mg/kg (Me=0,060 mg/kg). I risultati ottenuti mostrano che i molluschi sono fra le principali fonti di esposizione all'arsenico inorganico, seguiti dalle alghe marine, che presentano livelli elevati nonostante il numero inferiore di campioni analizzati. Questi dati confermano la necessità di un monitoraggio continuo, soprattutto per le matrici che bioaccumulano maggiormente l'arsenico inorganico.

# RISULTATI PROVA VALUTATIVA MPA2024.1 E PANORAMICA SULLE PROVE VALUTATIVE ORGANIZZATE DAL LNR-MN NEL PERIODO 2020-2024

Turco Anna Chiara, Sorbo Angela Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria, Istituto Superiore di Sanità, Roma

Nell'ambito delle attività del Laboratorio Nazionale di Riferimento per i metalli e i composti azotati negli alimenti (LNR-MN), previste dal Regolamento (UE) 2017/625, l'organizzazione di prove valutative inter-laboratorio (PVA) rappresenta uno strumento fondamentale per garantire l'armonizzazione delle prestazioni dei laboratori ufficiali designati al controllo degli alimenti, in conformità al Regolamento (CE) 333/2007 e s.m.i. e al Regolamento (UE) 2023/915 e s.m.i. Per l'organizzazione di tali attività, il LNR-MN si avvale della collaborazione dell'Area funzionale Prove Valutative per la sicurezza degli alimenti (Area PV), afferente al Dipartimento Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria dell'Istituto Superiore di Sanità. L'Area PV è accreditata come Proficiency Test Provider secondo lo standard ISO 17043, garantendo un servizio altamente qualificato. Nel 2024 è stata condotta una PVA finalizzata alla determinazione della concentrazione di Cadmio (Cd), Mercurio (Hg) e Piombo (Pb) in campioni di pesce (Pleuronectes platessa), con livelli di concentrazione selezionati in base ai tenori massimi stabiliti dal Regolamento (UE) 2023/915. In particolare, per il mercurio è stato scelto un livello vicino al più basso Limite Massimo (LM) previsto per il muscolo di pesce, al fine di testare la capacità analitica dei laboratori nel misurare valori prossimi ai LM e valutare la correttezza delle incertezze dichiarate. Le concentrazioni di Cd e Pb sono state impostate al di sopra dei limiti, per valutare la capacità di rilevare campioni non conformi. La preparazione del materiale e le prove di omogeneità sono state effettuate dal personale dell'Area PV, con verifica del rispetto di tutti i criteri previsti. Alla PVA hanno partecipato 16 laboratori ufficiali. Il valore di concentrazione assegnato a ciascun analita è stato determinato per consenso tra i partecipanti, utilizzando metodi statistici adeguati. Lo scarto tipo per la valutazione della competenza è stato calcolato con l'equazione di Horwitz-Thompson (σH). Le prestazioni, espresse in z-score secondo ISO 13528, sono risultate soddisfacenti: tutti i laboratori hanno ottenuto z-score assoluti inferiori a 2; solo uno ha riportato uno z-score dubbio per Hg. L'organizzazione regolare di prove valutative interlaboratorio da parte dei LNR, la partecipazione attiva dei laboratori ufficiali e una adeguata azione di follow-up rappresentano strumenti indispensabili per il miglioramento e l'armonizzazione delle prestazioni analitiche. Nel quinquennio 2020-2024 il LNR ha organizzato prove valutative sia su matrici vegetali che su matrici di origine animale. La pressoché totalità dei laboratori ufficiali ha partecipato agli esercizi con continuità e questo ha consentito per la maggior parte di essi di poter costruire carte di controllo che consentono di valutare le prestazioni dei singoli laboratori nel tempo.

## APPLICAZIONE DEL REGOLAMENTO (UE) 2024/1229: SCELTA DEI METODI ANALITICI PER IL CONTROLLO DELLA CONTAMINAZIONE DA SOSTANZE ATTIVE ANTIMICROBICHE NEI MANGIMI NON BERSAGLIO

Civitareale Cinzia, Fiori Maurizio Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria, Istituto Superiore di Sanità, Roma

A seguito dell'entrata in vigore del Regolamento (UE) 2019/4 relativo alla fabbricazione, all'immissione sul mercato e all'utilizzo di mangimi medicati, la Commissione europea ha emesso il Regolamento delegato (UE) 2024/1229 (di seguito Regolamento) che stabilisce i livelli massimi specifici di contaminazione incrociata per 24 sostanze attive antimicrobiche nei mangimi non bersaglio e i metodi di analisi per tali sostanze nei mangimi. Tale atto delegato è entrato in vigore il 20 maggio 2024 e si applica a decorrere dal 20 maggio 2025. Per definire tali livelli di contaminazione, la Commissione ha chiesto all'Autorità Europea per la Sicurezza Alimentare (EFSA) una valutazione delle concentrazioni dei 24 antimicrobici - derivanti dalla contaminazione incrociata nei mangimi non bersaglio per gli animali destinati alla produzione di alimenti, al di sotto delle quali non vi sarebbero effetti sulla comparsa della resistenza alle sostanze attive antimicrobiche rilevanti per la salute umana e animale. È stato anche chiesto di valutare i livelli al di sotto dei quali non si determinano effetti di promozione della crescita, poiché l'uso di antibiotici nei mangimi a questo scopo non è più autorizzato. A causa della scarsa disponibilità di studi scientifici riguardo i temi in esame EFSA non ha potuto esprimersi in maniera esaustiva per tutti i principi attivi in esame. Sono quindi stati fissati i livelli di contaminazione incrociata nei mangimi non bersaglio come il livello di contaminazione pari all'1% della sostanza attiva contenuta nell'ultimo lotto di mangime medicato che ha preceduto la fabbricazione, lavorazione, stoccaggio o trasporto del mangime non bersaglio. Ai fini del controllo ufficiale, il Regolamento fornisce indicazioni sulle metodiche analitiche da utilizzare. Tuttavia, viene data la possibilità di ricorrere anche a metodi di analisi alternativi, a condizione che siano validati conformemente a protocolli scientifici riconosciuti a livello internazionale. In particolare, queste metodiche fanno riferimento a quanto descritto nel Rapporto tecnico "Determination of 24 antibiotics at trace levels in animal feed by High Performance Liquid Chromatography - Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS)" redatto nel 2024 dal Joint Research Centre in collaborazione con la facoltà di Medicina Veterinaria dell'Università di Milano. In tale contesto, i Laboratori Nazionali di Riferimento per gli additivi nei mangimi (ISS e C.Re.A.A.) stanno lavorando congiuntamente agli Istituti Zooprofilattici Sperimentali per definire i metodi analitici disponibili o da implementare idonei a garantire il controllo della contaminazione da antimicrobici nei mangimi non target ai livelli fissati dal Regolamento nell'ambito di competenza del Piano Nazionale Alimentazione Animale.

## RISULTATI PROFICIENCY TEST - C.RE.A.A. 2024

Ingravalle Francesco (a), Cocco Cinzia (b), Brizio Paola (c), Squadrone Stefania (c)

- (a) BEAR, Biostatistica, Epidemiologia e Analisi del Rischio, Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, Torino
- (b) REA, Rischi Alimentari ed Epidemiologia degli Alimenti, Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, Torino
- (c) CReAA, Centro di Referenza per la Sorveglianza ed il Controllo degli Alimenti per gli Animali, Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, Torino

**Introduzione.** Nel 2024, il "Laboratorio Nazionale di Riferimento per gli additivi nei mangimi" ed il "Laboratorio Nazionale di Riferimento per i metalli e i composti azotati nei mangimi ed alimenti per animali", strutture afferenti al "Centro di referenza per la sorveglianza ed il controllo degli alimenti per gli animali" (C.Re.A.A.), hanno organizzato un *Proficiency Test* (PT) per la determinazione di arsenico, cadmio, piombo e nichel in mangime minerale. Obiettivo del PT era la valutazione, in termini di accuratezza, delle performance del network dei laboratori ufficiali italiani (appartenenti a IIZZSS, ICRF, ISS), come previsto dal Regolamento (UE) 625/2017 art.101.

Materiali e metodi. Per ciascun analita, è stato impiegato un campione di riferimento (mineral feed) fornito dall'EURL-MN (*European Union Reference Laboratory for metals and nitrogenous compounds in feed and food*); il EURL-MN ha fornito anche i valori di concentrazione ed incertezza per ciascun analita. In ottobre, gli organizzatori hanno inviato il materiale ad ogni partecipante; la restituzione dei risultati era stata stabilita per inizio dicembre. I partecipanti dovevano utilizzare i metodi di analisi impiegati in routine; essi poi dovevano inserire i risultati, espressi in mg/kg al 12% di umidità (come richiesto dalla Direttiva 32/2002 e s.m.i.), ed altre informazioni di corredo (incertezza di misura, LOQ, tecnica utilizzata, ecc.) in un apposito modulo web. L'analisi statistica, finalizzata alla valutazione delle performance dei singoli partecipanti, è stata svolta stimando degli scores, z e  $\zeta$ , rispetto ai valori di riferimento forniti dall'EURL-MN per ciascun analita in studio, come previsto dalla ISO 13528:2022.

**Risultati.** Hanno partecipato al PT complessivamente 9 laboratori, afferenti ad altrettanti IIZZSS; un solo partecipante non ha analizzato tutti gli analiti inclusi nel PT (un laboratorio non ha analizzato il nichel). Solo per il cadmio gli scores di tutti i partecipanti sono risultati soddisfacenti ( $2 \le |score| \le 3$ ) o pienamente soddisfacenti ( $|score| \le 2$ ). Tre partecipanti hanno ottenuto  $\zeta$ -score insoddisfacente ( $|score| \ge 3$ ) per nichel o arsenico o piombo; di questi, due hanno fatto registrare anche lo z-score insoddisfacente per nichel o arsenico. Vanno invece rilevate differenze tra i partecipanti relativamente ad alcune componenti che concorrono all'esecuzione delle prove analitiche, quali, il recupero, il LOQ, l'incertezza di misura.

Conclusioni e spunti di riflessione. Complessivamente il PT organizzato dal C.Re.A.A. ha mostrato performance soddisfacenti per i 2/3 dei partecipanti per tutti gli analiti inclusi nel PT. Le differenze maggiori tra i partecipanti riguardano il recupero e l'incertezza estesa, la quale incide sulla stima dello  $\zeta$ -score.

## LE COLTURE SOILLESS COME PROSPETTIVA SOSTENIBILE, SICURA ED ECONOMICA DI ALIMENTI PER ANIMALI

Avolio Rosa (a), Brizio Paola (a), Marchese Chiara (a), Palmegiano Paolo (a), Leogrande Maria (a), Mastellone Giulia (a), Ciccotelli Valentina (a), Giugliano Roberta (a), Vivaldi Barbara (a), Nicola Silvana (b), Ertani Andrea (b), Bulgari Roberta (b), Profico Cosimo (b), Abete Maria Cesarina (a), Squadrone Stefania (a)

- (a) CReAA, Centro di Referenza Nazionale per la Sorveglianza e il Controllo degli Alimenti per gli Animali, Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, Torino
- (b) DISAFA, Dipartimento di Scienze Agrarie, Forestali e Alimentari, Università di Torino, Torino

**Introduzione**. La coltura soilless consiste nel far crescere la pianta in assenza del suolo. Il foraggio coltivato con queste tecniche innovative e in ambienti controllati può essere prodotto con graminacee dotate di un alto tasso di germinazione dei semi e, a differenza delle colture tradizionali, con rapida crescita (7-8 giorni).

Metodi. Sono stati selezionati diverse tipologie di semi di mais e di orzo da mettere in coltura soilless indoor. Lo studio è stato condotto dal Centro di Referenza nazionale per la sorveglianza e il Controllo degli Alimenti per gli Animali (CReAA), in collaborazione con l'Università di Torino (UNITO), Dipartimento di Scienze Agrarie, Forestali e Alimentari (DISAFA). La quantificazione degli elementi in traccia e dei lantanidi (REEs) è stata effettuata tramite spettrometria di massa interfacciata al plasma ad accoppiamento induttivo (ICP-MS 7800, Agilent). L'elaborazione statistica dei risultati degli elementi in traccia è stata condotta mediante l'applicativo CAT (Chemometric Agile Tool). L'analisi dei nitriti e nitrati è stata condotta mediante cromatografia ionica con rivelatore conduttimetrico (IC-CD); l'analisi dei fitosanitari è stata eseguita su uno spettrometro di massa abbinato ad un sistema gas cromatografico (GC-MS).

Risultati. Il progetto ha confermato la fattibilità della coltivazione di cerealicole, come mais e orzo, all'interno di una microstruttura idroponica indoor. Zinco, ferro e manganese sono stati gli elementi più rappresentati in tutti i campioni. Le concentrazioni più elevate sono state riscontrate nei campioni a coltura tradizionale: Zn=1.188 mg/kg, Fe=397 mg/kg, Mn=229 mg/kg per l'orzo; Zn=97 mg/kg, Fe=87 mg/kg e il Mn=85 mg/kg per il mais. Le concentrazioni di cadmio e piombo sono risultate conformi al limite massimo fissato dalla Direttiva 2002/32/CE relativa alle sostanze indesiderabili nell'alimentazione degli animali, (1 mg/kg e 10 mg/kg, rispettivamente). Alluminio e rubidio erano presenti in tutti i campioni esaminati: Al è stato quantificato nei semi di orzo nell'intervallo 3,50-205 mg/kg, nell'orzo soilless nell'intervallo 5,24-42 mg/kg e nell'orzo tradizionale nell'intervallo 223-455 mg/kg; Rb è stato quantificato nei semi nell'intervallo 0,54-11 mg/kg, nell'orzo soilless nell'intervallo 0,14-1,6 mg/kg e nell'orzo tradizionale nell'intervallo 4,4-15 mg/kg. Nei campioni di mais le concentrazioni medie sono risultate pari a 183 mg/kg per l'alluminio e 1,7 mg/kg per il rubidio. Il valore massimo di Al è stato 1.015 mg/kg in un campione di seme

di mais, il valore massimo di Rb è stato 6,1 mg/kg in un campione di mais tradizionale. I REEs (sono stati riscontrati nei semi e nell'orzo e nel mais soilless a valori trascurabili: la loro somma (ΣREE) variava da 0,013 a 0,11 mg/kg nell'orzo soilless, da 0,020 a 0,22 mg/kg nei semi; nel mais soilless il *range* era compreso tra 0,010 e 0,037 mg/kg nel mais soilless, tra 0,0021 e 1,6 mg/kg nei semi di mais. In nessuno dei campioni analizzati è stata rilevata la presenza di nitrito di sodio. Nessun microgreens conteneva nitrato di sodio, riscontrato solo in alcuni campioni di semi conciati in valori molto elevati. L'analisi dei campioni di piante di mais e orzo foraggero coltivate con metodo soilless evidenzia una riduzione significativa delle concentrazioni di residui di fitosanitari rispetto alle coltivazioni convenzionali.

Conclusioni. Questo studio si è focalizzato sul grado di sicurezza del foraggio idroponico. La produzione di mangimi idroponici rappresenta un approccio innovativo e sostenibile per rispondere alla crescente domanda di mangimi di alta qualità, riducendo al minimo l'impatto ambientale rispetto all'agricoltura tradizionale.

#### DETERMINAZIONE DELLO IODIO NEI MANGIMI

Marchese Chiara, Avolio Rosa

CReAA, Centro di Referenza Nazionale per la Sorveglianza e il Controllo degli Alimenti per gli Animali, Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta, Torino

Lo iodio è un micronutriente essenziale utilizzato dalla ghiandola tiroidea per la produzione di ormoni. È naturalmente presente in alcuni alimenti ed è essenziale per la salute in tutte le fasi della vita. Tuttavia, l'introduzione di nuovi alimenti e mangimi, come le alghe, può comportare un rischio di sovraesposizione a questo elemento sia per l'uomo che per gli animali. Sebbene sia necessario per la crescita e lo sviluppo, un'assunzione eccessiva può portare a effetti negativi sulla salute, causando potenzialmente ipertiroidismo o ipotiroidismo. Nei mangimi, i sali di iodio sono aggiunti come additivi per garantire un adeguato apporto di iodio agli animali. L'impiego di tali sostanze come additivi è autorizzato ai sensi del Regolamento (CE) n. 1831/2003 del Parlamento europeo e del Consiglio che stabilisce una procedura comunitaria per l'autorizzazione all'immissione sul mercato e all'utilizzazione degli additivi per mangimi. La tipologia di mangime (completo, complementare, ...) e la specie a cui è destinato influenzano naturalmente l'effettivo quantitativo di iodio che verrà assunto. La potenziometria è una tecnica estremamente versatile che consente analisi rapide e facili grazie all'uso di un elettrodo Ionoselettivo (ISE) a membrana cristallina. Obiettivo di questa ricerca è lo sviluppo di un semplice metodo con ISE per rilevare e quantificare selettivamente gli ioni ioduro, mediante una retta di calibrazione costruita nel range di concentrazione di interesse, al fine di valutare l'esposizione allo iodio di uomo e animali. La preparazione del campione prevede l'estrazione con acido acetico al 3% (v/v), seguita dall'aggiunta di un tampone acetato. L'estratto è poi diluito con acqua ultrapura e filtrato. Per la determinazione quantitativa dello iodio è stato utilizzato uno ionometro (Metrohm) equipaggiato con un elettrodo ISE per ioni ioduro, un elettrodo di misurazione del pH, un elettrodo di riferimento (Metrohm) e un agitatore magnetico (Metrohm). Il metodo ha mostrato linearità nell'intervallo 5-500 mg kg-1 (R<sup>2</sup> > 0,99) con un limite di quantificazione di 5 mg kg-1. Il metodo è ancora in fase di ottimizzazione e, pertanto, al momento non è ancora stato validato. A seguito della determinazione potenziometrica, nella quasi totalità dei campioni analizzati, il contenuto dell'analita ricercato è risultato al di sotto del LOQ (5 mg kg-1). Il valore più elevato (69 mg kg-1) è stato riscontrato in un mangime complementare; questo comunque andrebbe diluito, secondo specifica indicazione del produttore, prima di essere somministrato agli animali.

Questa ricerca è stata finanziata dal Ministero della Salute Italiano (progetto di ricerca IZSPLV 12C22)

# **INDICE DEGLI AUTORI**

Abete MC	Majolini MB 3; 8
Avolio R20; 22	Marchese C
Brizio P 5; 19; 20	Mastellone G20
Bulgari R	Menditto A13
Capasso M	Menotta S16
Ciccotelli V	Nicola S20
Civitareale C	Paduano S15
Cocco C	Palmegiano P20
D'Amato M6	Peloso M16
Ertani A	Profico C20
Fedrizzi G16	Rolle F12
Filati P9	Semeraro A10
Fiore A	Sorbo A 6; 10; 17
Fiori M	Squadrone S 4; 19; 20
Giugliano R	Stacchini P 10; 13
Gregori E	Turco AC17
Ingravalle F	Vitellino M16
Leogrande M	Vivaldi B20

Serie ISTISAN Congressi gennaio-marzo 2025 (n. 1)

> Stampato CLEVERAGE SRL