







Primo Workshop annuale del Laboratorio Nazionale di Riferimento per i trattamento degli alimenti e dei loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti

Istituto Superiore di Sanità



Attività nel settore della Food Irradiation

Dott. A. Eugenio Chiaravalle

Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Puglia e della Basilicata

Attività nel settore della Food Irradiation

> Controlli

- Indagini ufficiali e conoscitive / Monitoraggio
- Affidabilità e qualità dei metodi
- Partecipazione a Proficiency Test
- Fornitura di materiale irradiato ai laboratori richiedenti
- Organizzazione di circuiti interlaboratorio

> Studi e Ricerche

- Potenzialità e limiti dei metodi usati
- Ottimizzazione dei metodi di analisi
- Estensione del campo di applicazione dei metodi validati
- Quantificazione della dose somministrata mediante ESR, TL e HS-SPME GC/MS



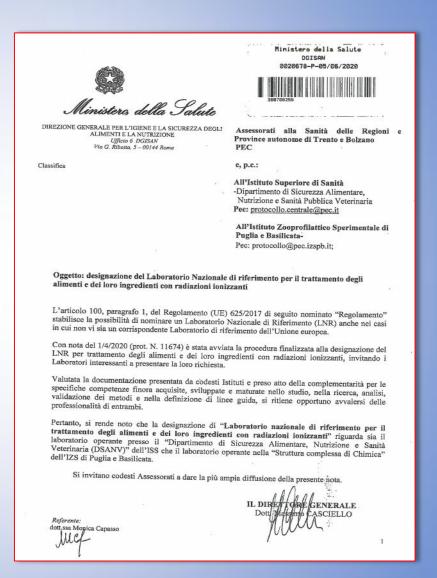
Controlli

Controlli Ufficiali nella Food Irradiation



Laboratorio Nazionale di Riferimento

- In data 25 maggio 2020 il Ministero della Salute ha reso noto che sono stati designati quale "Laboratorio nazionale di riferimento per il trattamento degli alimenti e dei loro ingredienti con radiazioni ionizzanti" il Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Veterinaria (DSANV) dell'ISS e l'Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Puglia e della Basilicata. – Comunicazione del 05/06/2020
- Tale designazione ha rappresentato il riconoscimento del lavoro, degli sforzi e dei risultati conseguiti in oltre 15 anni di attività nel settore



CONFRONTO FRA LE COMPETENZE Di un laboratorio nazionale di riferimento E LE ATTIVITA' SVOLTE DALL'IZSPB

Competenze di un Laboratorio Nazionale	Funzioni svolte dall'Istituto Zooprofilattico
di Riferimento	Sperimentale Puglia e Basilicata
Conferma, ove previsto, la diagnosi	Effettua analisi di conferma su casi dubbi e
effettuata da altri laboratori	positività riscontrati da altri laboratori
Attua la standardizzazione delle metodiche di analisi	Mette a punto e valida metodi normati e metodi interni per l'identificazione del trattamento radiante
Avvia, in collaborazione con l'ISS, idonei "ring test" fra istituti	Organizza con l'ISS test intervalidazione e test intercomparativi al fine di accrescere l'esperienza dei laboratori adibiti al controllo ufficiale
Produce, si rifornisce, detiene e distribuisce agli altri istituti zooprofilattici sperimentali o agli altri enti di ricerca reagenti di referenza	Produce materiale irraggiato a disposizione degli Istituti che ne facciano richiesta
Utilizza e diffonde i metodi ufficiali di	Supporta altri Istituti nella validazione dei
analisi	metodi di analisi

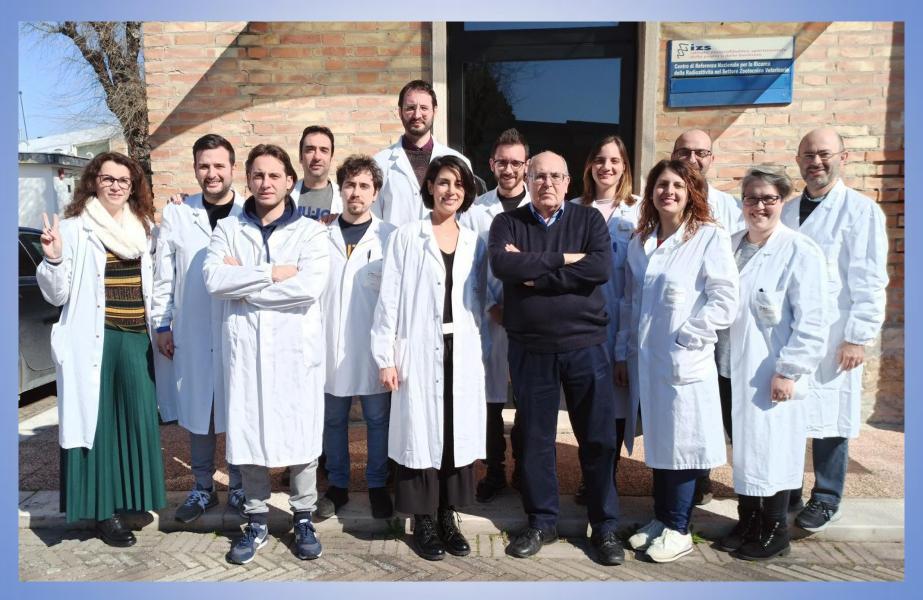
Primo Workshop annuale per il trattamento degli alimenti e dei loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti Roma, 20 Maggio 2021

CONFRONTO FRA LE COMPETENZE DI UN LABORATORIO NAZIONALE DI RIFERIMENTO E LE ATTIVITÀ SVOLTE DALL'IZSPB

Competenze di un Laboratorio Nazionale di Riferimento	Funzioni svolte dall'Istituto Zooprofilattico Sperimentale Puglia e Basilicata
Organizza corsi di formazione per il personale degli altri istituti zooprofilattici sperimentali	Organizza corsi di formazione per gli operatori delle Strutture deputate al controllo ufficiale degli alimenti irradiati
Fornisce agli altri istituti zooprofilattici sperimentali e agli altri enti di ricerca informazioni relative alle novità nel settore specialistico	Diffonde i risultati delle ricerche per mezzo di articoli scientifici, organizzazione di workshop e meeting
Predispone piani di intervento	Collabora con il Ministero della Salute e le Autorità Sanitarie Regionali nelle attività di programmazione ed intervento nell'ambito dei controlli sugli irradiati
Collabora con altri centri di referenza comunitari o di Paesi terzi	Partecipa a circuiti interlaboratorio organizzati da Paesi terzi
Fornisce al Ministero della Salute assistenza ed informazioni specialistiche	Fornisce supporto tecnico-scientifico al Ministero della Salute nella programmazione dei piani e nella raccolta ed elaborazione dei dati sui controlli ufficiali

Primo Workshop annuale per il trattamento degli alimenti e dei loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti Roma, 20 Maggio 2021

Laboratorio Nazionale di Riferimento



Primo Workshop annuale per il trattamento degli alimenti e dei loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti Roma, 20 Maggio 2021

Controlli Ufficiali nella Food Irradiation

- Negli anni 2004-2006 la Commissione Europea, a seguito di due distinte visite ispettive, commina due non conformità all'Italia non avendo ottemperato alle norme europee (Direttive Europee 1992/2, 1992/3) che imponevano i controlli nel campo dei dell'irraggiamento degli alimenti né su quelli in importazione e né su quelli presenti sul territorio nazionale
- La Commissione Europea sollecita ed invita il Ministero della Salute ad effettuare i dovuti controlli e vengono, quindi, invitate le Regioni Italiane ad ottemperare. Anche la Regione Puglia e la Regione Basilicata vengono sollecitate ad ottemperare. L'IZS-PB si rende parte attiva nel 2006 ed avvia la messa a punto dei metodi normati e la loro validazione effettuando idonei programmi di monitoraggio a scopo conoscitivo

Controlli Ufficiali nella Food Irradiation

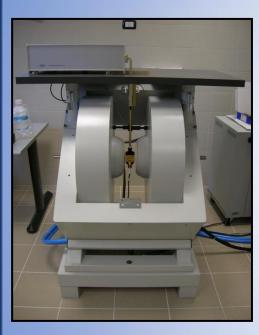
- L'IZS-PB, con propri finanziamenti, provvede ad attrezzarsi idoneamente per l'esecuzione dei metodi normati; vengono acquistati e messi in funzione:
 - uno Spettrometro di Risonanza Elettronica di Spin,
 - un Lettore di Termo-Luminescenza con sorgente radioattiva di Sr-90,
 - un Lettore di Fotoluminescenza
- e successivamente nel 2010_2011
 - un Irraggiatore a Raggi X,
 - un sistema per l'analisi del DNA con il Saggio della Cometa
 - un GasCromatografo con Rivelatore MS

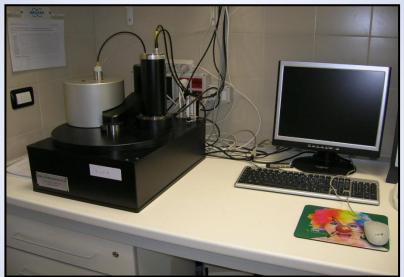
Strumentazione in dotazione

ESR

TL

PSL







Spettrometro di Risonanza Elettronica di Spin – Bruker EMX 113

Lettore di Termoluminescenza RISO TL/OSL Modello DA-20

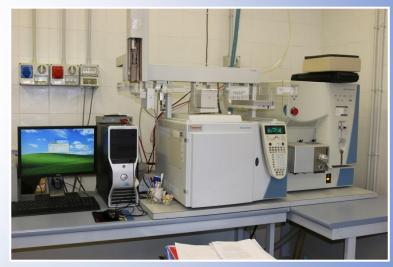
Lettore di Luminescenza foto stimolata - SURRC

Irraggiatore A raggi X e sistema GC/MS



Irraggiatore a Raggi X di bassa energia (d.d.p. < 150 kV) RAD SOURCE Inc. Mod. RS 2400

Trace GC-MS TSQ Quantum



Primo Workshop annuale per il trattamento degli alimenti e dei loro ingredienti trattati con radiazioni ionizzanti Roma, 20 Maggio 2021

Controlli Ufficiali nella Food Irradiation

- Nel 2006 l'IZSPB ha implementato e validato la tecnica analitica ESR per la ricerca del trattamento radiante su matrici contenenti ossa o lisca
- L'IZS PB dopo aver intrapreso tali attività, a partire dal 2007, inizia a fornire i primi dati di controllo ufficiale parallelamente all'intensificarsi delle attività di studio e ricerca.
- Dal 2008 vengono <u>implementate</u> più tecniche analitiche fino al completo uso dei metodi fisici nel 2009 (3 metodi ESR, PSL screening e calibrata, Termoluminescenza)
- Nel 2017 è stato accreditato un metodo interno HS-SPME GC/MS per la determinazione del trattamento radiante in campioni alimentari contenenti grassi (carne, pesce, uova, formaggi, frutta esotica, frutta secca.)

Validazione e accreditamento dei metodi di prova

2006	ESR: per analisi di campioni contenenti ossa o lisca UNI EN 1786:1997
	ESR: per analisi di campioni contenenti cellulosa (UNI EN 1787:2000) e zucchero cristallino (UNI EN 13708:2001)
2008	PSL – PSL calibrata: erbe, spezie, condimenti, molluschi e crostacei, vegetali con centri luminescenti (patate, cipolle, aglio, legumi, etc) UNI EN 13751:2002
	TL: erbe, spezie, condimenti, integratori alimentari, estratti vegetali, molluschi, crostacei, frutta secca, funghi ess., vegetali, – UNI EN 1788:2001
2010	DNA Comet Assay: matrici contenenti tessuti animali e vegetali UNI EN 13784:2001
2014	GC-MS: matrici alimentari contenenti grasso - UNI EN 1785:2003
Gennaio 2018	HS-SPME GC-MS – alimenti contenenti grasso origine veg anim.: carne, pesce, uova, formaggi, frutta esotica, frutta secca, etc – Ricerca del 2-DCB Metodo Interno PT/CH/305

Controlli ufficiali in Italia 2010-2011

- L'IZS PB, nell'ambito di progetti di ricerca finalizzata sugli alimenti irraggiati, nel 2010 e nel 2011 ha dato disponibilità al Ministero della Salute per effettuare gratuitamente il controllo, in fase di commercializzazione e/o all'importazione, degli alimenti e loro ingredienti eventualmente trattati con radiazioni ionizzanti e/o non correttamente etichettati al fine di fornire i dati richiesti dalla Commissione Europea.
- Le Regioni che hanno accolto tale proposta sono:
 - Campania, Lazio, Liguria, Emilia Romagna, Umbria, Piemonte, Trentino Alto Adige, Marche e Puglia, oltre ai <u>PIF</u> ed agli <u>USMAF</u>

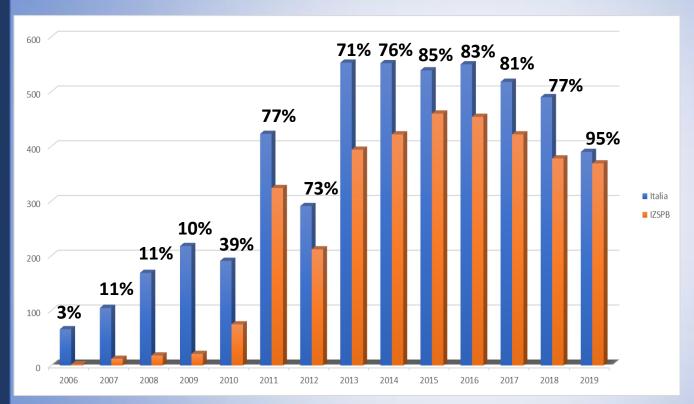
Controlli IZSPB in Italia dal 2006 al 2020

 Tutte le non conformità evidenziate nell'ambito dei controlli ufficiali dal sistema Italia sono state riscontrate dai laboratori dell'Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Puglia e della Basilicata

CONTROLLI SUI PRODOTTI IN FASE DI COMMERCIALIZZAZIONE ANALIZZATI DALL'IZS PB

Anno	N° Campioni analizzati	N° Campioni non conformi
2006	2	0
2007	12	0
2008	18	0
2009	21	5
2010	75	2
2011	324	16
2012	212	7
2013	394	17
2014	422	16
2015	460	10
2016	454	0
2017	422	6
2018	378	0
2019	369	0
2020	298	2

% Campioni esaminati dall'IZSPB



Dal 2014 oltre il 75% delle analisi effettuate in Italia sono state eseguite dall'IZS PB fino a giungere al 95% dei campioni rendicontati nel 2019

Campioni ufficiali positivi/non conformi - IZSPB

Anno	n° Positivi	Matrice	Provenienza
2010 Tot: 2	2	Cosce di rana	Vietnam
	2	Seppie	Vietnam
	1	Gamberi	Vietnam
	3	Vongole	Vietnam
2011 Tot:	1	Polpi	Vietnam
16	5	Cosce di rana	Vietnam
	3	Calamari	Cina
	1	Pepe bianco	Cina
2012	2	Calamari	Vietnam
Tot: 11	8	Cosce di rana* (4)	Vietnam
	1	Estratto di riso rosso	Cina

Anno	n° Positivi	Matrice	Provenienza
	9	Cosce di rana	Vietnam
2013 Tot:	4	Estratto di riso rosso	Cina
17	3	Gamberi	Danimarca
	1	Pepe nero	Paesi diversi
	1	Estratto di riso rosso	Cina
2014 Tot:	3	Estratto di cassia nomea	Cina
18	12	Cosce di rana* (2)	Vietnam
	2	Funghi secchi	Italia – Croazia
	1	Acciughe essiccate	Thailandia
2015	1	Estratto di orthosiphom	Cina
Tot:	1	Estratto di betulla	Cina
23	7	Estratto riso rosso	Cina
	13	Cosce di rana*(13)	Vietnam

Anno	n° Positivi	Matrice	Provenienza
2016 Tot: 8	8	Cosce di rana* (8)	Vietnam
2017	3	Riso rosso	Cina
Tot:	1	Vongole	
11	7	Cosce di rana*(5)	Vietnam
2018 Tot: 9	9	Cosce di rana* (9)	Vietnam
2019 Tot: 11	11	Cosce di rana* (11)	Vietnam
2020 Tot: 11	9	Cosce di rana* (9)	Vietnam
	2	Pesce gatto	Vietnam

Validazione e accreditamento dei metodi di prova

Attualmente in Italia ed in Europa l'IZS-PB rappresenta una realtà unica con tutte le tipologie di metodi accreditati ed in grado di:

- Effettuare l'analisi di gran parte delle matrici alimentari
- Soddisfare l'esigenza analitica prevista dal Piano Nazionale di Controllo Ufficiale sugli Alimenti e loro Ingredienti trattati con Radiazioni ionizzanti

Ulteriori attività legate al controllo ufficiale

- Progettazione, sviluppo e implementazione di un Sistema Informativo Nazionale Alimenti Irradiati (S.I.N.A.I.) per la raccolta centralizzata dei dati relativi a al controllo ufficiale nella Food Irradiation
- Organizzazione, in collaborazione con l'ISS, di circuiti interlaboratorio che hanno visti coinvolti tutti i laboratori impegnati nel controllo ufficiale
- Organizzazione di piani di monitoraggio a livello nazionale
- Collaborazione con il Ministero della Salute e con l'ISS per la stesura del primo Piano Nazionale di Controllo Ufficiale per gli alimenti irradiati nel periodo 2015-2019 e per l'aggiornamento del Piano nel periodo 2020-2022



Studi e Ricerche

Ricerche finanziate dal Ministero della Salute nel Settore della Food Irradiation

Progetti di Ricerca Corrente

- Ricerca Corrente 2007 "Sviluppo e validazione di un metodo di conferma con tecnica TL (Termoluminescenza) per l'identificazione di prodotti ittici irraggiati" – Capofila
- <u>Ricerca Corrente 2008</u> "Messa a punto e sviluppo di metodiche fisiche innovative con tecniche PSL, TL e ESR per l'analisi quali/quantitativa di alimenti irradiati di origine vegetale" – Capofila
- <u>Ricerca Corrente 2009</u> "Identificazione di alimenti irradiati: erbe spezie e matrici vegetali di largo consumo" U.O.
- Ricerca Corrente 2009 "Studio degli effetti dell'irraggiamento con raggi X di bassa energia sulla sopravvivenza di Salmonella spp inoculata in prodotti alimentari di largo consumo (pollame)" – Capofila

Ricerche finanziate dal Ministero della Salute nel Settore della Food Irradiation

Progetti di Ricerca Corrente

- Ricerca Corrente 2010 "Identificazione di prodotti carnei irradiati e valutazione della dose di trattamento" Capofila
- Ricerca Corrente 2011 "Biomarker chimici e fisici per <u>l'identificazione</u>
 quantitativa di alimenti irradiati " Capofila
- Ricerca Corrente 2016 "Sviluppo di metodi innovativi basati sulle tecniche di Risonanza di Spin Elettronico (ESR) e HS-SPME GC-MS per l'analisi qualiquantitativa di alimenti irradiati di origine animale e vegetale" Capofila

Ricerche finanziate dal Ministero della Salute nel Settore della Food Irradiation

Progetti di Ricerca Finalizzata

- Ricerca Finalizzata 2006 "Sviluppo, validazione e applicazione di metodologie innovative basate sulle tecniche di risonanza di spin elettronico (ESR) e termoluminescenza (TL) per l'identificazione di alimenti irradiati" – Capofila
- Ricerca Finalizzata 2007 "Development, validation and application of biological, chemical and physical methods for irradiated food identification and evaluation of the original dose" – U.O.
- Ricerca Finalizzata 2010 "Food irradiation: quality and detection of plant origin food with health benefits" – Capofila
- Ricerca Finalizzata 2013 "Development of Innovative Analytical Methods For Meat Products Safety and Quality Assurance" – Capofila
- Ricerca Finalizzata 2018 "New strategies for the evaluation of safety and quality X-Ray irradiated soft and dairy products" – Capofila

Accordi di collaborazione con il Ministero

- **2015** "Sviluppo delle attività di controllo degli alimenti trattati con radiazioni ionizzanti" U.O.
- <u>2017</u> "Sviluppo delle attività del controllo ufficiale degli alimenti irradiati attraverso l'estensione dei protocolli analitici e l'implementazione del Sistema informativo nazionale per la raccolta dei dati" – U.O.
- 2020 "Sviluppo di procedure analitiche basate sulla tecnica della luminescenza foto stimolata per <u>l'identificazione di frutta fresca,</u> essiccata e a guscio" U.O.

Altri progetti e collaborazioni

- Progetti finanziati dal M.I.U.R.
- Programma Operativo Nazionale 2000-2006 "Ricerca Scientifica, Sviluppo Tecnologico, Alta Formazione" – Progetto PON "Ce.R.T.A.": Costituzione e Avvio dei Centri Regionali per le Tecnologie Agroalimentari
- ▶ Research Agreement Proposal IAEA (International Atomic Energy Agency) "Combining radiation technologies and packaging nanotechnology to contribute to worldwide food quality, quantity, and safety" Consiglio Nazionale delle Ricerche/ Istituto di Chimica e tecnologia dei Polimeri

Collaborazioni

- Istituto Superiore di Sanità Roma
- Università degli Studi di Milano
- ISOF CNR Bologna;
- IPMB CNR Pozzuoli
- Università degli Studi di Palermo
- Università degli Studi di Foggia
- Università degli Studi di Bari
- Università degli Studi di Napoli
- Università degli Studi di Genova
- SUERC University of Glasgow Scotland
- IZS Sicilia; IZS Umbria e Marche; IZS LER
- IZS Lazio e Toscana; IZS-PLVA; IZS-AM
- Regioni e Province Autonome per i controlli ufficiali

Partecipazione a convegni/congressi

ESTERI

- Effost (European Federation on Food Science and Technology
- Food Innovation
- IMRP (International Meeting on Radiation Processing)
- IRRMA (International Topical Meeting on industrial and radioisotope measurement application)
- Tihany Symposium on Radiation Chemistry
- EPR Biodose
- ASSET
- •

ITALIANI

- Chimica Analitica
- Sisvet
- Sidily
- Aivi
- Sipaoc
- Girse
- Ciseta
- •

Attività di formazione

- Workshop Food Irradiation: Aspetti scientifici, normativi e sanitari 23
 Maggio 2009
- 1° Corso di formazione: Metodi di identificazione degli alimenti trattati con radiazioni ionizzanti (ESR e DNA Comet Assay) con esercitazioni – 7-8 Giugno 2011
- 1° Giornata di approfondimento sulla Food Irradiation 18 Gennaio 2012
- 2° Corso di formazione: Metodi di identificazione degli alimenti trattati con radiazioni ionizzanti (TL e PSL) con esercitazioni – 26-27 Novembre 2012
- Meeting: Il controllo ufficiale degli alimenti irradiati: dal campionamento alla gestione dei dati con il nuovo sistema informativo nazionale alimenti irradiati – 13 Ottobre 2016
- Workshop: Il controllo ufficiale degli alimenti irradiati: dal campionamento alla gestione dei dati con in nuovo Sistema Informativo Nazionale Alimenti Irradiati – S.I.N.A.I. – 21 Marzo 2017

Workshop – Corsi Formazione



Foggia 29 Maggio 2009

Workshop – Corsi Formazione









FOGGIA 7 - 8 GIUGNO 2011

Biblioteca "C. Battelli" - Via Manfredonia, 20

1° CORSO DI FORMAZIONE

METODI DI IDENTIFICAZIONE DEGLI ALIMENTI TRATTATI CON RADIAZIONI IONIZZANTI



CORSO DI FORMAZIONE EF

(EVENTO FORMATIVO)

"II° Corso di formazione sui metodi di identificazione degli alimenti trattati con radiazioni ionizzanti"

FOGGIA

26-27/11/2012

Biblioteca «C. Battelli» Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Puglia e della Basilicata Via Manfredonia, 20 Foggia

Foggia 7-8 Giugno 2011

Foggia 26-27 Novembre 2012

Disseminazione dei risultati

- 18 Pubblicazioni nel settore della food irradiation su riviste scientifiche con impact factor
- 61 Partecipazioni a convegni nazionali e internazionali con presentazione di lavori

Contents lists available at Sciverae ScienceDirect

Official Checks by

Michele Mangiacotti*

Antonio Eugenio Chiatatalle

AR TICLE IN FO

Secondo Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Science Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Suna Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Science Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Science Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Sirance Science Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Sirance Science Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Sirance Science Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Sirance Science Insular Sirance Science Insular Sperimensule della Pagilla e della Baullicana Via Mangiacotta i Sirance Science Insular Sirance Science Insular Sirance Insular Siranc

Radiation Physics and Chemistry 150 (2018) 35-39

Contents lists available at ScienceDirect

Radiation Physics and Chemistry

journal homepage: www.elsevier.com/locate/radphyschem

Identification of X-ray irradiated walnuts by ESR spectroscopy

Michele Tomaiuolo, Michele Mangiacotti, Gabriele Trotta, Giuliana Marchesani, Andrea Chiappinelli, Antonio Eugenio Chiaravalle*

Istituto Zooprofilattico Sperimentale della Puglia e della Basilicata, Via Manfredonia, 20 Foggia, Italy

ARTICLE INFO

Keywords: Electron Spin Resonance Food Irradiation Walnut Fading

ABSTRACT

Samples of non-irradiated walnuts exhibit a single line with a g value of 2.0045 ± 0.0006 . The irradiation process gives rise to "cellulose-like" Electron Spin Resonance (ESR) spectrum two lines symmetrical to the central line, at a distance of ca. 3 mT. Irradiation increases the central line and produces two satellite peaks (lines) with an amplitude growing with dose. The stability of the radiation-induced ESR signal at room temperature was studied from a quantitative point of view. The fading study and dose evaluation were pursued for a

Prospettive future

- ➤ Organizzare e gestire circuiti interlaboratorio a livello nazionale in collaborazione con l'Istituto Superiore di Sanità
- ➤ Produzione di Materiali Irradiati e Certificati per i laboratori ufficiali
- ➤ Portare a pieno regime il Sistema Informativo Nazionale (S.I.N.A.I) per la raccolta dei dati dei controlli sugli alimenti irradiati
- Continuare a fornire supporto alle Autorità Competenti per il controllo ufficiale e al Ministero della Salute
- ➤ Organizzare attività di formazione/aggiornamento per tutti gli operatori del controllo ufficiale del settore alimentare incluse le autorità competenti

Grazie per l'attenzione

