



DIPARTIMENTO
**SICUREZZA ALIMENTARE, NUTRIZIONE
E SANITÀ PUBBLICA VETERINARIA**

marina.patriarca@iss.it ; paolo.stacchini@iss.it

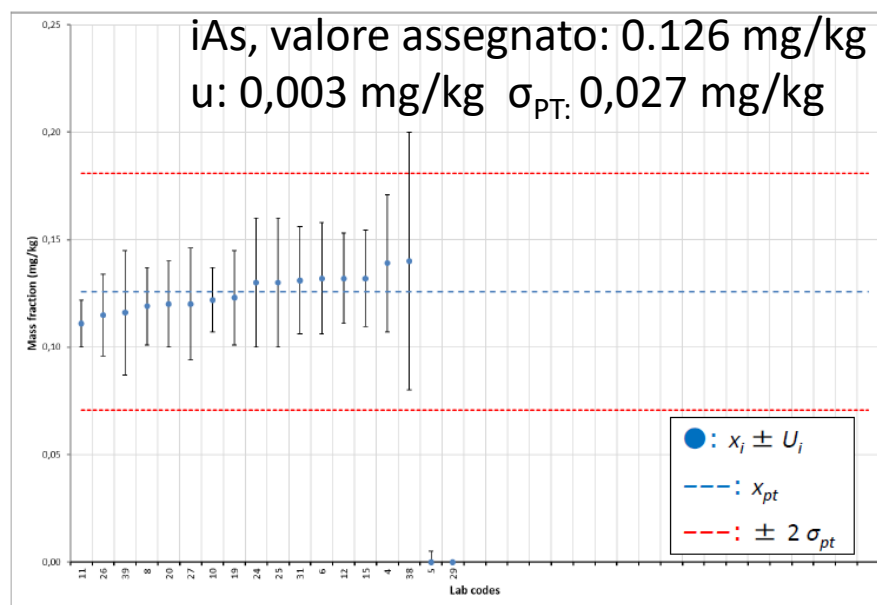
Aggiornamenti da parte degli EURL-MN (Alimenti) e EURL-PC

Marina Patriarca, Francesca Debegnach

XI Workshop
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
Evento virtuale, 23 e 24 maggio 2022

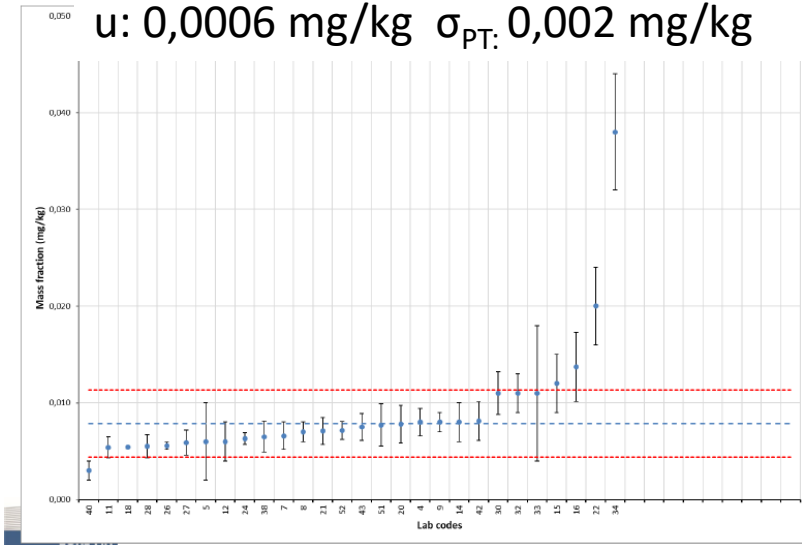
- **EURL-MN Workshop, 9-10 Novembre 2021**
 - **Evento ibrido**
- **Argomenti trattati**
 - **Risultati dei PT 2021**
 - **Insetti come alimento**
 - **Aggiornamenti da parte della Commissione Europea**
 - **Aggiornamenti sulle attività di CEN TC 275 WG 10 «Elementi e loro specie chimiche»**
 - **LOD / LOQ – stato della revisione della linea guida**
 - **Attività in programmazione**

- **EURL-MN PT-2021-01:**
As, iAs, Cd e Pb in alimenti per l'infanzia a base di riso
- **Partecipanti: 42**
- **Aggiunta di Cd e Pb**
- **Valutazione dell'omogeneità e della stabilità**
- **Prestazioni del Network: buone**
- **Criticità: solo 18 dei partecipanti hanno riportato risultati per iAs**

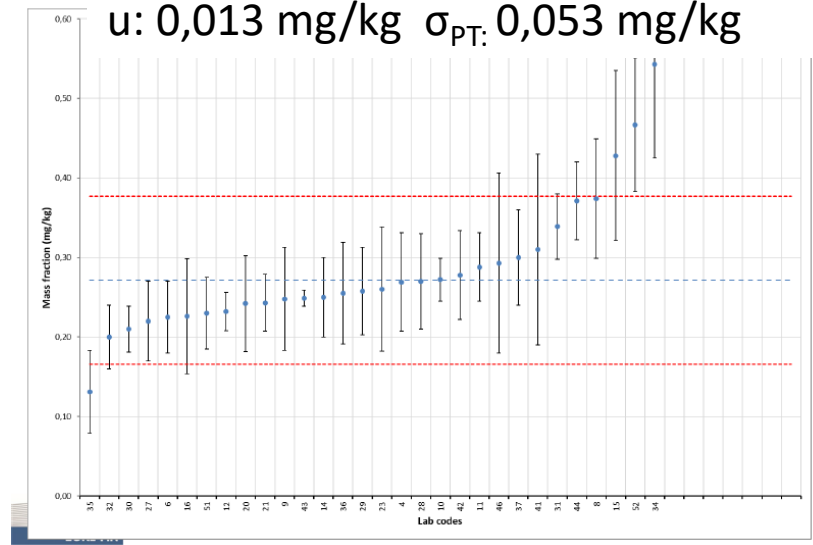


- **EURL-MN PT-2021-02:**
As, Cd, Hg, Ni e Pb in farina di insetti
- **Partecipanti: 47**
- **Valutazione dell'omogeneità e della stabilità**
- **Prestazioni del Network: buone**
- **Criticità: minore esperienza per la determinazione di Hg e Ni**

Hg, valore assegnato: 0.0079 mg/kg
u: 0,0006 mg/kg σ_{PT} : 0,002 mg/kg



Ni, valore assegnato: 0.271 mg/kg
u: 0,013 mg/kg σ_{PT} : 0,053 mg/kg



Insetti

- **As, Cd, Hg e Pb possono accumularsi negli insetti**
- **Possibili rischi associati con l'impiego della farina di insetti**
 - **come mangime (per maiali, polli, pesci)**
 - **in alcuni alimenti**
- **La produzione di insetti in Europa**
 - **È in crescita**
 - **Si prevede un aumento dell'impiego della farina di insetti come mangime e come alimento**

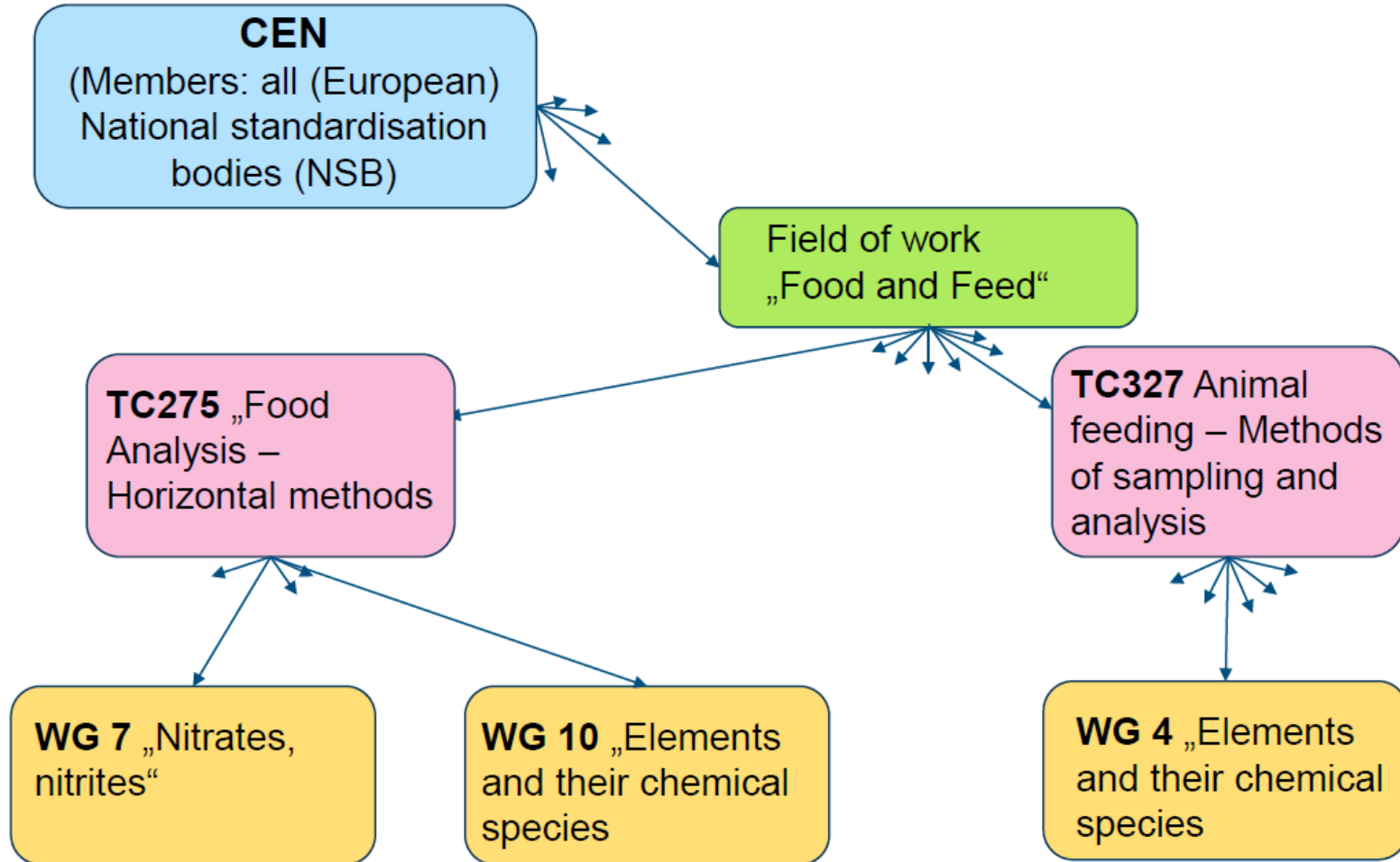
Aggiornamenti da parte della Commissione Europea

- **Cadmio, Reg. UE 2021 /1323**
 - **Riduzione di alcuni LM**
 - **Sale: 0,5 mg/kg (pari al limite CODEX)**
- **Piombo, Reg. UE 2021 / 1317**
 - **Riduzione di alcuni LM**
 - **Sale: 1,0 mg/kg (pari al limite CODEX)**
- **Mercurio, Reg, UE 2022 / 617**
 - **Riduzione del LM (0,3 mg / kg) per cefalopodi, gasteropodi e alcuni pesci**
 - **Sale: 0,10 mg/kg (pari al limite CODEX)**
- **Arsenico – bozza di regolamento in discussione**
 - **iAs: LM per alimenti per l'infanzia, prodotti della pesca**
 - **As: LM per il sale**

Aggiornamenti da parte della Commissione Europea

- **Arsenico «organico» - mandato a EFSA per la valutazione del rischio dovuto alla presenza negli alimenti di**
 - **Specie metilate: metilarsenato, dimetilarsenito e dimetilmonotioarsenato**
 - **Altre specie «organiche»: arsenobetaina, arsenolipidi, arsenozuccheri**
- **Metilmercurio:**
 - **Proposta per il monitoraggio dei livelli nei pesci, nei crostacei e nei molluschi bivalvi (in discussione)**
 - **Pescato e prodotti di allevamento**
- **Nichel:**
 - **Discussione in corso su possibili LM**
- **Metalli e iodio nelle alghe, alofite e prodotti a base di alghe:**
 - **Analisi dei risultati del monitoraggio in corso**

CEN TC 275 WG 10 «Elementi e loro specie chimiche»



CEN TC 275 WG 10 «Elementi e loro specie chimiche» Aggiornamenti

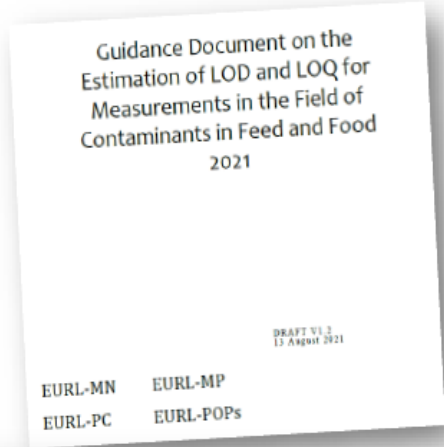
- Metodo per la “Determinazione di Ag, As, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Tl, U e Zn mediante ICP-MS dopo digestione sotto pressione”
Bozza WI00275368 approvata per la sottomissione al TC275
- Aggiornamento della EN13806 (divisa in tre parti)
 - “Determinazione del Hg mediante CVAAS”
 - “Determinazione del Hg mediante CVAFS”
 - “Determinazione del Hg mediante DMA”
- Studio collaborativo concluso
- Bozze dei metodi in preparazione

CEN TC 275 WG 10 «Elementi e loro specie chimiche» Programma di lavoro

- Arsenico inorganico (estensione alla matrice «insetti») e specie metilate dell'arsenico
- Metilmercurio – metodo orizzontale
- Titanio negli alimenti
- Revisione dei metodi basati su ETAAS
- Estensione del metodo multielementare in ICP-MS a elementi «difficili»: Hg, Fe, Sb, Sn



Status on the guidance document



Distinzione tra le attività di «controllo ufficiale» e quelle di monitoraggio
 Obiettivo della linea guida è il controllo ufficiale
 Applicazione ai soli metodi quantitativi
 Può essere necessario tenere conto di situazioni particolari nelle diverse aree

Table of Contents

1. Scope and Field of Application	5
2. Acronyms	6
3. Definitions	6
4. Estimation of LOQ	8
4.1. General approach - Lowest validated level	8
4.2. Alternative approaches	8
4.3. Procedural blanks	8
5. Specific approaches for Metals & Nitrogenous Compounds	11
6. Specific approaches for Mycotoxins and Plant Toxins	11
7. Specific approaches for Processing Contaminants	11
6. Specific approaches for halogenated POPs	11
8.1. Signal-to-noise ratio approach	12
8.2. Lowest calibration standards approach	13
8.3. Sum parameters	13
9. References	13

L'approccio utilizzato prende in considerazione il livello validato più basso che soddisfi criteri specificati per la precisione e la giustezza



EURL-MN activities in 2021+22 (1)

Organisation of PTs

· EURL-MN PT-2021-01 (food)	Baby food (rice based)	Cd, Pb, As, iAs, NO ₃ ⁻
· EURL-MN PT-2021-02 (feed)	Vegetable based	Cd, Pb, As, iAs, NO ₂ ⁻ , NO ₃ ⁻
· EURL-MN PT-2021-03 (feed/feed)	Insect meal	Hg, Cd, Pb, As, NO ₂ ⁻ , NO ₃ ⁻
· EURL-MN PT-2022-01 (food)	Vegetable based food	Cd, As, iAs, Al, NO ₃ (tentative list)
· EURL-MN PT-2022-02 (food)	Marine based food	Hg, Cd, Pb, As, iAs (tentative list)
· EURL-MN PT-2022-03 (feed)	Pet food	Cd, Pb, Ni, Cu, Hg, As, iAs, NO ₂ +3- (tentative list)

Organisation of annual workshop

- 09-10 November 2021 in Copenhagen/on-line (hybrid event)
- **xx-xx** November 2022 (week 46) in Copenhagen (dates will be announced by email and on website)

Trainings

- Determination of inorganic arsenic in food and feed (on-line, December 14, 2021 + hands-on in 2022)
- Determination of nitrite and nitrate in food and feed by IC-UV (hands-on training @DTU) in 2022

EURL-MN activities in 2021+22 (tentative)

- **Work related to analytical methods**

- Nitrite/nitrate in food and feed (including stability)
- MeHg in marine samples by HPLC-ICPMS (incl possible contribution to CEN work)
- Determination of N-nitrosamines (overview of analytical methods)
- Fluoride in feed (overview of methodologies ISE, IC-UV, ICP-QQQ)

- **EURL contaminants cluster**

- LOD/LOQ guidance document

- **Technical and scientific advice**

- EC (DG SANTE)
- NRLs and OCLs
- EFSA.....

Interpretazioni coerenti

Cadmio

Reg. UE 2021 / 1323

Voce	Inglese	Italiano
3.2.7	Legume vegetables	Legumi
3.2.10.1	Pulses	Legumi secchi

Piombo

Reg. UE 2021 / 1317

Voce	Inglese	Italiano
3.1.12	Cereals and pulses	Cereali e leguminose
3.1.13	Legume vegetables	Legumi

Reg. (CE) 396/2005 e s.m.i.

“Legume vegetables” (“Legumi”), indica i legumi con o senza baccello, per i quali il limite massimo si applica al prodotto intero

“Pulses” (“Legumi secchi”) si riferisce ai soli legumi di cui si consumano i semi essiccati, ai quali si applica direttamente il limite massimo.

Interpretazioni coerenti

Cadmio

Reg. UE 2021 / 1323

Voce	Inglese	Italiano
3.2.2.4	Beetroots	Bietole



Reg. (CE) 396/2005 e s.m.i.
beetroots: «Beta vulgaris var. vulgaris»

Bieta a foglie:
«Beta vulgaris var flavescens»

Prodotti trasformati: valutazione della conformità

sottrarre l'incertezza di misura estesa al valore determinato e moltiplicare il risultato per il fattore di concentrazione/diluizione.

il fattore di concentrazione / diluizione rappresenta sempre il rapporto tra la concentrazione nel prodotto alimentare fresco e in quello trasformato.

- Esempio 1 Concentrazione dell'analita nel prodotto trasformato
- LM 0,050 mg/kg
- Risultato del laboratorio:
 $0,065 \text{ mg/kg} \pm 0,012$ (k =2, 95%)
- Risultato – incertezza estesa:
 $0,065 - 0,012 = 0,053 \text{ mg/kg}$
- Fattore (di concentrazione): 0,8
- Valore da considerare ai fini dell'applicazione del tenore massimo:
 $0,053 \times 0,8 = 0,042 \text{ mg/kg}$,
conforme

Esempio 2 diluizione dell'analita nel prodotto trasformato:

- LM 0,050 mg/kg
- Risultato del laboratorio:
 $0,055 \text{ mg/kg} \pm 0,012$ (k =2, 95%)
- Risultato – incertezza estesa:
 $0,055 - 0,012 = 0,043 \text{ mg/kg}$
- Fattore (di concentrazione): 1,2
- Valore da considerare ai fini dell'applicazione del tenore massimo:
 $0,043 \times 1,2 = 0,052 \text{ mg/kg}$,
non conforme



Aggiornamenti EURL-PC

Workshop 29-30/09/2021

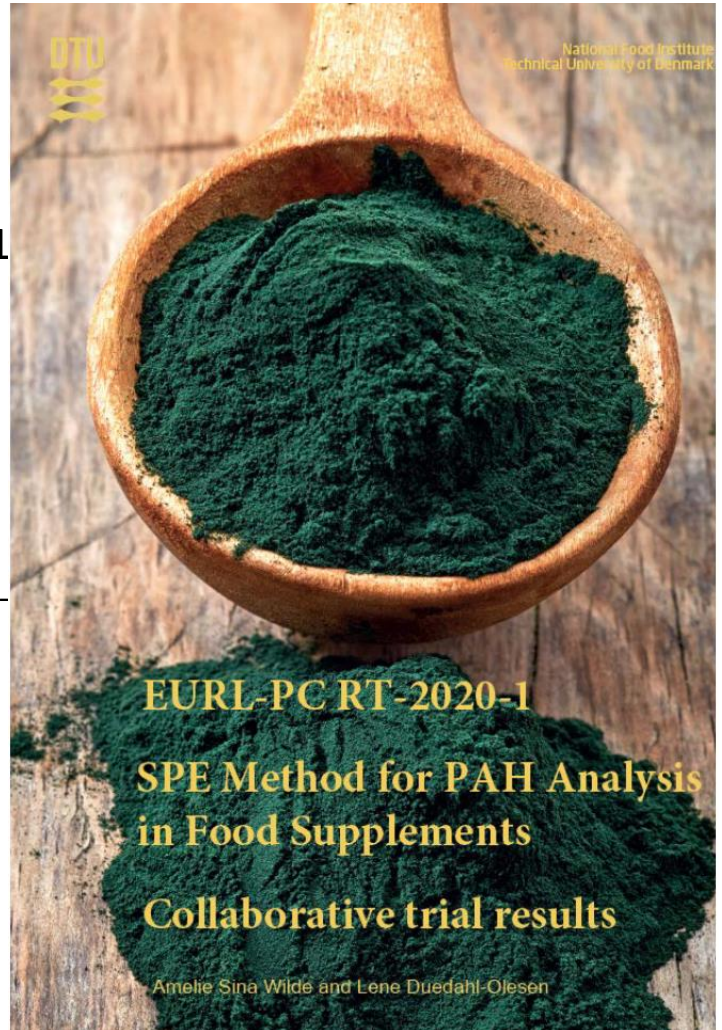
Gruppo di lavoro:

Marilena D'Amato, Barbara De Santis, Francesca Debegnach, Mauro Di Pasquale, Augusto Pastorelli, Marina Patriarca, Angela Sorbo, Paolo Stacchini,
Anna Chiara Turco

Start	Title
13:00	Welcome and the program of the day
13:05	Determination of processing contaminants

EFSA call for data in food and feed (deadline 01/10/2021)

- Furani e furani sostituiti
EFSA opinion DOI:<https://doi.org/10.2903/j.efsa.2021>
EURL video e metodo pubblicato sul sito
- Acrilamide
EURL metodo pubblicato
<https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2021.108515>
https://backend.orbit.dtu.dk/ws/portalfiles/portal/193196480/2019_
- IPA
Collaborative trial, Report available
- 3-MCPD e GEs degli acidi grassi
EURL video e metodo pubblicato sul sito
- Etil carbammato



Start	Title
13:00	Welcome and the program of the day
13:05	Determination of processing contaminants
13:20	Optimisation and validation of a SPME-GC-MS method for the analysis of furan and alkylfurans in various matrices

Validation Results Summary

Matrici:

Food category	Furan	RSD _R (%)	Recovery (%)	LOQ (µg/kg)	U (%)
Cereal, baby food, drinks, chips and sn	Cereal-based foods	2.4	92 – 99	0.40	19
Coffee	Retail baby foods	3.6	95 – 103	0.50	17
	Drinks containing caramel	3.3	99 – 108	0.50	9
	Chips & snacks	2.7	95 – 103	0.50	14
	Coffee	7.2	89 – 107	1.80	17



SANTE requirements: 12-15: coffee 16-21: others. 80-110 % 5, 20 µg/kg ≤ 30%

Start	Title
13:00	Welcome and the program of the day
13:05	Determination of processing contaminants
13:20	Optimisation and validation of a SPME-GC-MS method for the analysis of furan and alkylfurans in various matrices
13:40	New findings in the analysis of furan and alkylfurans and the implications for the production of PT or reference material

Ottimizzazione del metodo:

- Intensità segnale e temperatura
- Standard deviation e modalità di macinazione (*grinding balls*)
- Precisione e condizioni per lo spazio di testa
- Produzione materiale per il PT

Cucinato e preparato il materiale, studio stabilità

Pre trial dic 2021-gen 2022

Start	Title
13:00	Welcome and the program of the day
13:05	Determination of processing contaminants
13:20	Optimisation and validation of a SPME-GC-MS method for the analysis of furan and alkylfurans in various matrices
13:40	New findings in the analysis of furan and alkylfurans and the implications for the production of PT or reference material
14:00	News from the Commission
14:40	Furans in Coffee Samples - Occurrence, Type Dependence, Cup Delivery and Analytical Facts
15:00	Coffee break
15:20	3-MCPDE and GE in E471
15:35	Effects of storage of beer
15:50	EURL-PT Furans in cereals
16:05	EURL-PT PAH in plant material
16:20	EURL-PTs in 2022
16:35	LOQ determination
	End of session
18:30	Dinner

News from the Commission (I)

No novità normative nell'ultimo anno

❖ MCPD esters/GE

Regolamento (UE) 2020/1322 (in vigore dal 1/1/2021)

In discussione limiti in particolari matrici (RASFF livelli molto alti in biscotti)

Food	Suggested ML for glycidyl esters ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Suggested ML for sum of 3-MCPD and 3-MCPD esters (expressed as 3-MCPD) ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
Cereal based foods for infants and young children (including biscuits and rusks)	75	100
Baby food (Ready-to-eat meals for infants and young children)	15	25

Per altri prodotti sono in discussione approcci diversi legati alla composizione (% di olio vegetale) o specifici alimenti

News from the Commission (II)

❖ Acrilamide

Regolamento (UE) 2017/2158

In discussione limiti per baby foods biscuits and rusks for infant (150 µg/kg) e baby foods (50 µg/kg).

Nuova bench mark level. Effetti neoplastici ma non genotossici. EFSA deve decidere se modificare la sua Scientific Opinion

❖ Furani

Pochi occurrence data per la valutazione dell'esposizione ai metilfurani

❖ Nitrosammine

EFSA Scientific Opinion attesa per 30/06/2022

News from the Commission (III)

Analisi multiple di contaminanti chimici negli alimenti

Campionamento guidato dalle esigenze dell'analita con maggiori restrizioni

Micotossine e Tossine Vegetali Naturali

Costituzione gruppo di lavoro Ministero della Salute

Richiesta ampliamento valori di recupero accettati

Lavoro dell'EURL Mycotoxins and PT sui *Performance criteria*

Start	Title
13:00	Welcome and the program of the day
13:05	Determination of processing contaminants
13:20	Optimisation and validation of a SPME-GC-MS method for the analysis of furan and alkylfurans in various matrices
13:40	New findings in the analysis of furan and alkylfurans and the implications for the production of PT or reference material
14:00	News from the Commission
14:40	Furans in Coffee Samples - Occurrence, Type Dependence, Cup Delivery and Analytical Facts
15:00	Coffee break
15:20	3-MCPDE and GE in E471
15:35	Effects of storage of beer
15:50	EURL-PT Furans in cereals
16:05	EURL-PT PAH in plant material
16:20	EURL-PTs in 2022
16:35	LOQ determination
	End of session
18:30	Dinner

Diverse tostature e preparazioni

Sviluppo metodo e validazione

Fattori che influenzano la formazione di etil carbammato

Start	Title
13:00	Welcome and the program of the day
13:05	Determination of processing contaminants
13:20	Optimisation and validation of a SPME-GC-MS method for the analysis of furan and alkylfurans in various matrices
13:40	New findings in the analysis of furan and alkylfurans and the implications for the production of PT or reference material
14:00	News from the Commission
14:40	Furans in Coffee Samples - Occurrence, Type Dependence, Cup Delivery and Analytical Facts
15:00	Coffee break
15:20	3-MCPDE and GE in E471
15:35	Effects of storage of beer
15:50	EURL-PT Furans in cereals
16:05	EURL-PT PAH in plant material
16:20	EURL-PTs in 2022
16:35	LOQ determination
	End of session
18:30	Dinner

EURL-PTs in 2022 (I)

EURL-PC PT-2022-09: Acrylamide in dry cereal based infant food

Registration: 3 March 2022

Registration deadline: 24 March 2022

Shipment of samples: 4 April 2022

Deadline for submission of results: 5 May 2022 at 23:30 CET

EURL-PC PT-2022-10: Furan and alkylated furans in cereal based product

Registration: 7 April 2022

Registration deadline: 5 May 2022

Shipment of samples: 9 May 2022

Deadline for submission of results: 9 June 2022 at 23:30 CET

EURL-PTs in 2022 (II)

EURL-PC PT-2022-11: Free and Bound 3-MCPD and GEs in powdered infant formula

Registration: 3 May 2022

Registration deadline: 27 May 2022

Shipment of samples: 6 June 2022

Deadline for submission of results: 8 July 2022 at 23:30 CE

EURL-PC PT-2022-12: Free and Bound 3-MCPD and Glycidyl Esters in baby biscuit

Registration: 3 May 2022

Registration deadline: 27 May 2022

Shipment of samples: 6 June 2022

Deadline for submission of results: 8 July 2022 at 23:30 CET

A training on Acrylamide validation.

Scheduled: 27 September 2022

This will take place with the 2022 EURL-PC workshop.

Start	Title
13:00	Welcome and the program of the day
13:05	Determination of processing contaminants
13:20	Optimisation and validation of a SPME-GC-MS method for the analysis of furan and alkylfurans in various matrices
13:40	New findings in the analysis of furan and alkylfurans and the implications for the production of PT or reference material
14:00	News from the Commission
14:40	Furans in Coffee Samples - Occurrence, Type Dependence, Cup Delivery and Analytical Facts
15:00	Coffee break
15:20	3-MCPDE and GE in E471
15:35	Effects of storage of beer
15:50	EURL-PT Furans in cereals
16:05	EURL-PT PAH in plant material
16:20	EURL-PTs in 2022
16:35	LOQ determination
	End of session
18:30	Dinner

- Per il controllo ufficiale non è necessario lavorare sul LOD
- Posso ricavare il LOD dal LOQ validato?
- Nel caso del controllo ufficiale si tratta di un *reporting limit*, non di LOQ analitico, che può essere molto più basso
- Stesso metodo (o stesso dato) usato anche per RA
- Approccio LB per la somma di analiti (analiti <LOQ non contribuiscono alla somma)



Start	Title
09:30	Welcome and the program of the day
09:35	Acrylamide in baby food
09:50	Findings of acrylamide levels in canned table olives of the Greek Marked
10:10	Monitoring of acrylamide in Belgium
10:25	Polycyclic aromatic hydrocarbons in traditional Croatian meat products
10:45	PAH solvent extraction efficiency
11:00	Coffee break
11:20	Processing contaminants in caramel colours
11:35	Conclusions and end of the workshop
11:40	Training QC
12:30	Lunch

Next meeting 27-28 September 2022



Grazie
per la
vostra
attenzione!

Contatti:

eurl-pc@food.dtu.dk

lnr.metalli@iss.it