

# RISULTATI DELLE PROVE VALUTATIVE PER I CONTAMINANTI NEGLI ALIMENTI

ANGELA SORBO-ANNA CHIARA TURCO



Area Funzionale Prove Valutative-Dipartimento SANV

XI 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  
23-24 maggio 2022

L' **Area Funzionale Prove Valutative** opera all'interno del Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria dell'ISS

E' accreditata secondo la norma ISO/IEC 17043 (**numero di accreditamento 0002P**)



<b>Dipartimento Sicurezza Alimentare, Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria - Istituto Superiore di Sanità</b>  Via Regina Elena, 299 00161 Roma RM	Numero di accreditamento: <b>0002 P Sede A</b>	
	Revisione: <b>4</b>	Data: <b>29/07/2020</b>
	pag. <b>1</b> di <b>1</b>	UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010

**ELENCO SCHEMI ACCREDITATI - CON CAMPO FLESSIBILE**

<i>Codice identificativo</i>	<i>Settore</i>	<i>Oggetto /Materiale/ Prodotto/Matrice</i>	<i>Misurando/ Proprietà misurata/ Grandezza</i>	<i>Tipologia</i>
	Alimentare	Alimenti	Metalli	Schema quantitativo

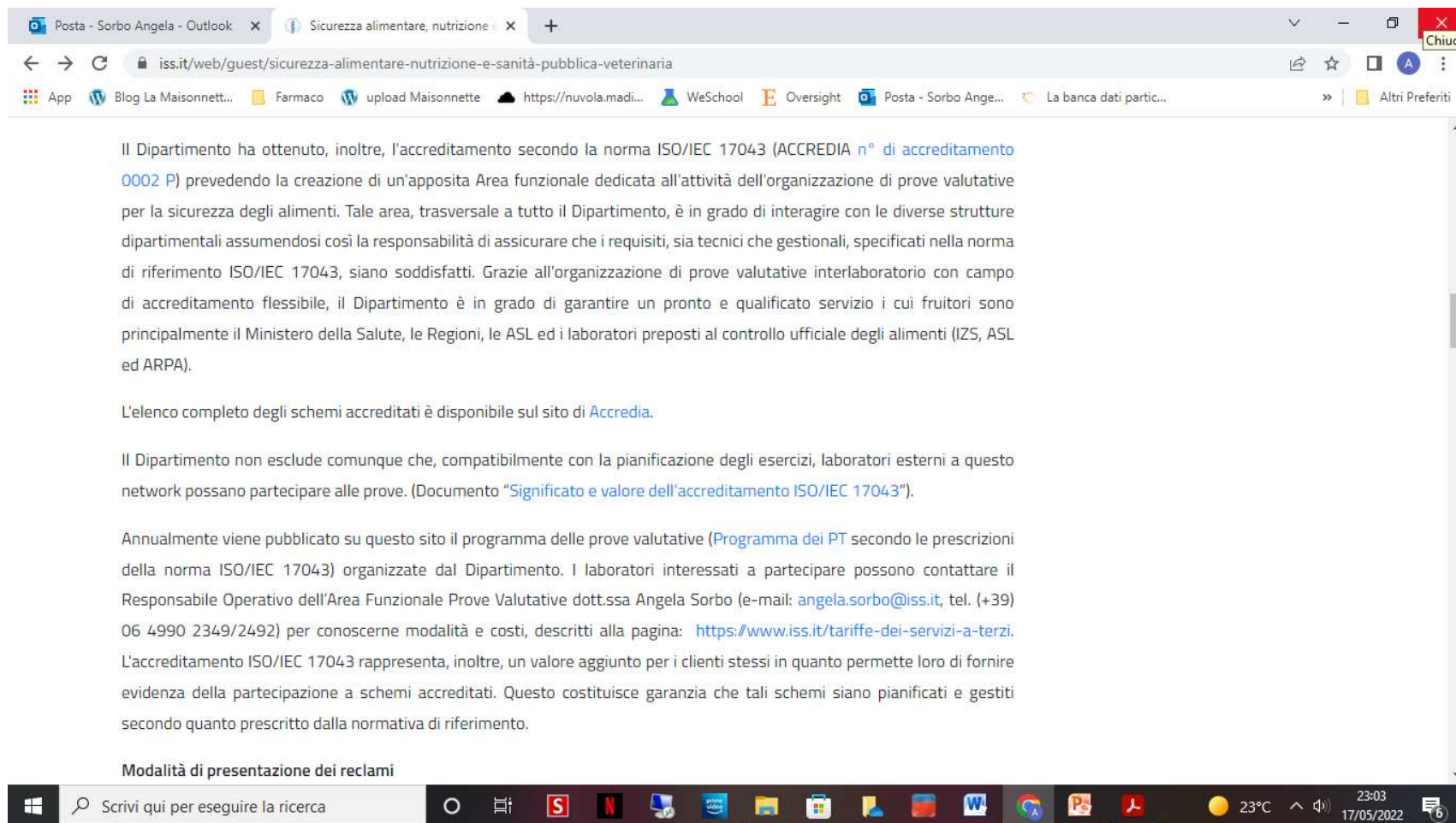
Organizza e coordina prove valutative accreditate e non prevalentemente per i Laboratori Nazionali di Riferimento presenti nel Dipartimento SANV



[www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria](http://www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria)



## <https://www.iss.it/web/guest/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria>



Il Dipartimento ha ottenuto, inoltre, l'accreditamento secondo la norma ISO/IEC 17043 (ACCREDIA n° di accreditamento 0002 P) prevedendo la creazione di un'apposita Area funzionale dedicata all'attività dell'organizzazione di prove valutative per la sicurezza degli alimenti. Tale area, trasversale a tutto il Dipartimento, è in grado di interagire con le diverse strutture dipartimentali assumendosi così la responsabilità di assicurare che i requisiti, sia tecnici che gestionali, specificati nella norma di riferimento ISO/IEC 17043, siano soddisfatti. Grazie all'organizzazione di prove valutative interlaboratorio con campo di accreditamento flessibile, il Dipartimento è in grado di garantire un pronto e qualificato servizio i cui fruitori sono principalmente il Ministero della Salute, le Regioni, le ASL ed i laboratori preposti al controllo ufficiale degli alimenti (IZS, ASL ed ARPA).

L'elenco completo degli schemi accreditati è disponibile sul sito di [Accredia](#).

Il Dipartimento non esclude comunque che, compatibilmente con la pianificazione degli esercizi, laboratori esterni a questo network possano partecipare alle prove. (Documento "Significato e valore dell'accreditamento ISO/IEC 17043").

Annualmente viene pubblicato su questo sito il programma delle prove valutative ([Programma dei PT](#) secondo le prescrizioni della norma ISO/IEC 17043) organizzate dal Dipartimento. I laboratori interessati a partecipare possono contattare il Responsabile Operativo dell'Area Funzionale Prove Valutative dott.ssa Angela Sorbo (e-mail: [angela.sorbo@iss.it](mailto:angela.sorbo@iss.it), tel. (+39) 06 4990 2349/2492) per conoscerne modalità e costi, descritti alla pagina: <https://www.iss.it/tariffe-dei-servizi-a-terzi>. L'accreditamento ISO/IEC 17043 rappresenta, inoltre, un valore aggiunto per i clienti stessi in quanto permette loro di fornire evidenza della partecipazione a schemi accreditati. Questo costituisce garanzia che tali schemi siano pianificati e gestiti secondo quanto prescritto dalla normativa di riferimento.

**Modalità di presentazione dei reclami**





DIPARTIMENTO SICUREZZA ALIMENTARE, NUTRIZIONE E SANITA' PUBBLICA VETERINARIA

AREA FUNZIONALE PROVE VALUTATIVE PER LA SICUREZZA DEGLI ALIMENTI

MQAQSP07.E02

**Schemi accreditati UNI CEI EN ISO/IEC 17043**  
**(Accredia - Certificato di Accreditamento numero 0002 P)**

Rev. 2

17/12/2021

Pag. 1 di 1

<u>Anno</u>	<u>Codice Identificativo dello schema</u>	<u>Settore della Prova Valutativa</u>	<u>Oggetto da sottoporre a prova/Materiale/Prodotto/Ma trice</u>	<u>Misurando/Proprietà misurata/Grandezza da determinare</u>	<u>Tipologia di Prova Valutativa</u>	<u>Data di invio</u>
2022	MPA2022.1	Alimenti	Alimento trasformato a base di carne	Metalli (Cd, Pb)	Determinazione quantitativa	Entro luglio

Data 10/02/2022 ROP-PV: Angela Sisto

Data 10/02/2022 DD-SP: [Signature]



[www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria](http://www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria)



DIPARTIMENTO  
SICUREZZA ALIMENTARE, NUTRIZIONE  
E SANITÀ PUBBLICA VETERINARIA

## PVA MPA 2021.1

Determinazione delle concentrazioni totali di arsenico (As), cadmio (Cd), manganese (Mn), nichel (Ni), stagno (Sn) e piombo (Pb) in campioni di succo di mela

Il materiale oggetto della prova valutativa è stato preparato dal personale dell'Area PV coordinato dal responsabile per la preparazione dei materiali.

E' stata seguita una procedura di produzione messa a punto dal laboratorio e lungamente utilizzata nella preparazione di campioni liquidi per PT accreditati. Prima di procedere alla preparazione del materiale per la PVA è stato prodotto un lotto di prova allo scopo sia di verificare la procedura in uso presso il laboratorio sia di valutare la stabilità degli analiti nella matrice proposta, per la quale non erano disponibili dati pregressi.

Il materiale per la prova valutativa è stato spedito ai partecipanti in data 05/05/2021 e la scadenza per la sottomissione dei risultati è stata fissata il 16/06/2021. Il Rapporto preliminare ed il Rapporto finale sono stati emessi rispettivamente il 26/07/2021 ed il 18/10/2021.



Analita	Valore Assegnato (mg/kg)	$u_x$ (mg/kg)	$\sigma_{pHorwitz}$ (mg/kg)
As	0,0460	0,0029	0,0101
Cd	0,0267	0,0010	0,0059
Pb	0,0415	0,0010	0,0091
Sn	19,1	0,4	2,0
Mn	0,400	0,009	0,073
Ni	0,110	0,004	0,024



## MPA 2021.1: RISULTATI e Z SCORE

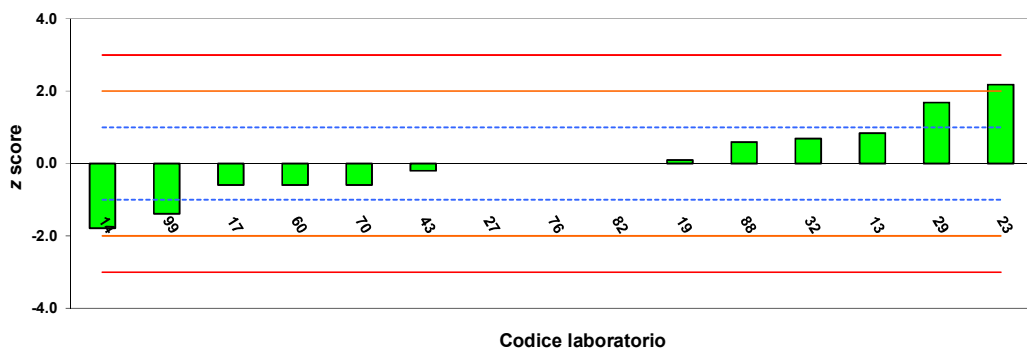
Codice Lab	As		Cd		Pb		Sn		Mn		Ni	
	Risultato mg/kg	Z-score $\sigma_{pHorwitz}$	Risultato mg/kg	Z-score $\sigma_{pHorwitz}$	Risultato mg/kg	Z-score $\sigma_{pHorwitz}$	Risultato mg/kg	Z-score $\sigma_{pHorwitz}$	Risultato mg/kg	Z-score $\sigma_{pHorwitz}$	Risultato mg/kg	Z-score $\sigma_{pHorwitz}$
13	0,0545	0,8	0,0284	0,3	0,0438	0,3	20,0	0,5	0,32	-1,1	0,12	0,4
14	0,028	-1,8	0,014	-2,2	ND		22,676	1,8	0,396	-0,1	0,146	1,5
17	0,040	-0,6	0,024	-0,5	0,040	-0,2	ND		0,44	0,5	0,11	0,0
19	0,047	0,1	0,026	-0,1	0,040	-0,2	18,9	-0,1	0,402	0,0	0,109	0,0
23	0,068	2,2	0,03	0,6	0,04	-0,2	19	-0,1	0,4	0,0	0,15	1,7
27	0,046	0,0	0,027	0,1	0,040	-0,2	20,42	0,7	0,38	-0,3	0,15	1,7
29	0,063	1,7	0,029	0,4	0,052	1,2	18,0	-0,6	ND		<20	
32	0,053	0,7	0,023	-0,6	0,036	-0,6	17,44	-0,8	0,445	0,6	0,102	-0,3
34	ND		0,031	0,7	0,043	0,2	ND		ND		ND	
43	0,044	-0,2	0,025	-0,3	0,039	-0,3	17,8	-0,7	0,34	-0,8	0,106	-0,2
60	0,040	-0,6	0,025	-0,3	0,050	0,9	18,25	-0,4	0,41	0,1	0,118	0,3
62	ND		0,031	0,7	0,04	-0,2	ND		ND		0,109	0,0
70	0,040	-0,6	0,028	0,2	0,047	0,6	20	0,5	0,39	-0,1	0,11	0,0
76	0,046	0,0	0,026	-0,1	0,041	-0,1	ND		0,417	0,2	0,122	0,5
80	ND		0,029	0,4	0,04	-0,2	ND		ND		ND	
82	0,046	0,0	0,026	-0,1	0,038	-0,4	ND		0,285	-1,6	0,077	-1,4
88	0,052	0,6	0,028	0,2	0,042	0,1	18,71	-0,2	0,399	0,0	0,108	-0,1
99	0,032	-1,4	0,022	-0,8	0,042	0,1	17,7	-0,7	0,422	0,3	0,16	2,1



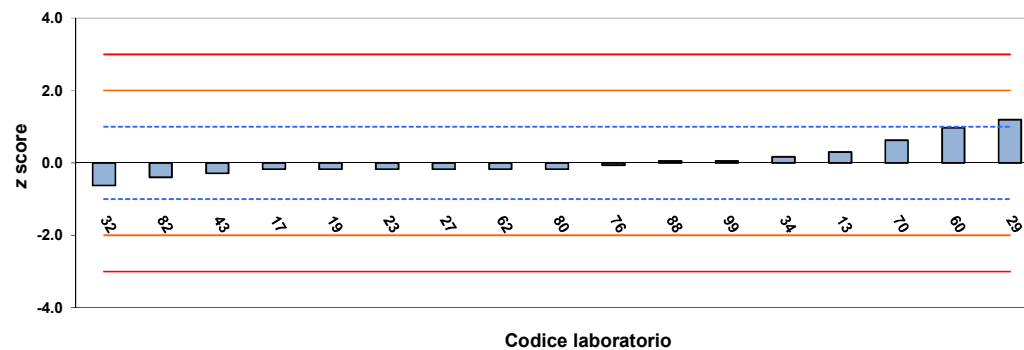


# MPA 2021.1: DISTRIBUZIONE Z SCORE

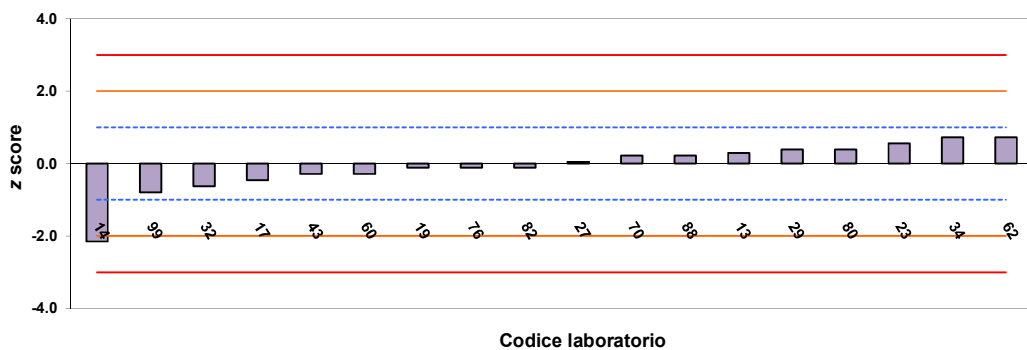
## Arsenico



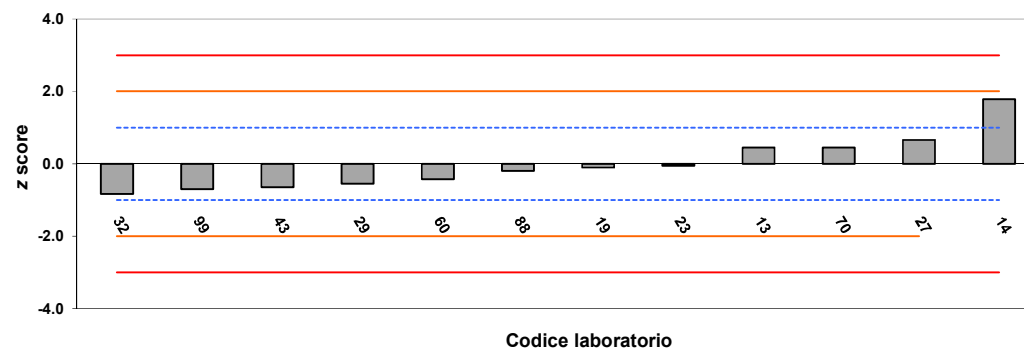
## Piombo



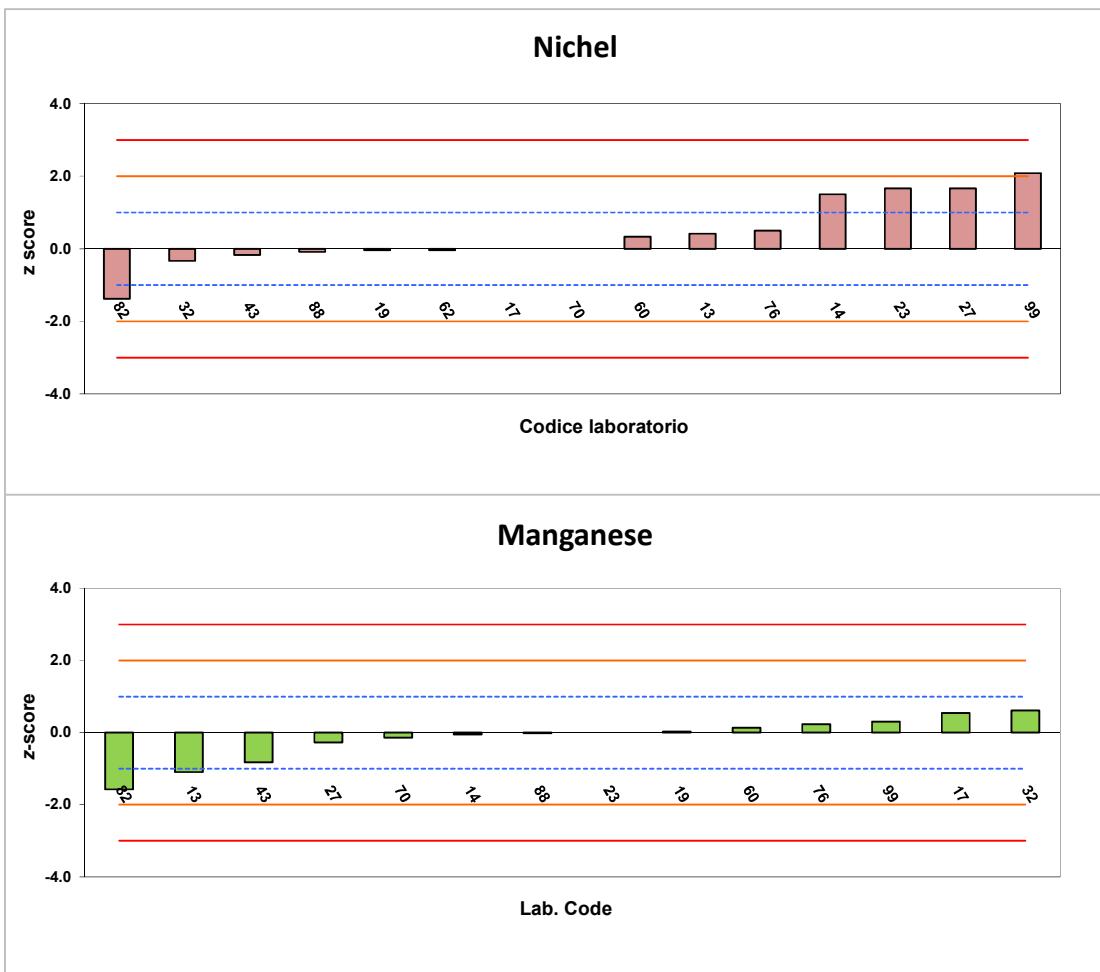
## Cadmio



## Stagno



## MPA 2021.1: DISTRIBUZIONE Z SCORE



## Considerazioni finali

Per tutti gli analiti proposti la prestazione generale dei laboratori è stata estremamente soddisfacente

Quasi tutti i laboratori hanno inviato i risultati anche per gli analiti per i quali non è definito un tenore massimo nei regolamenti in vigore

Non sono emerse particolari criticità nelle incertezze di misura riportate dai laboratori

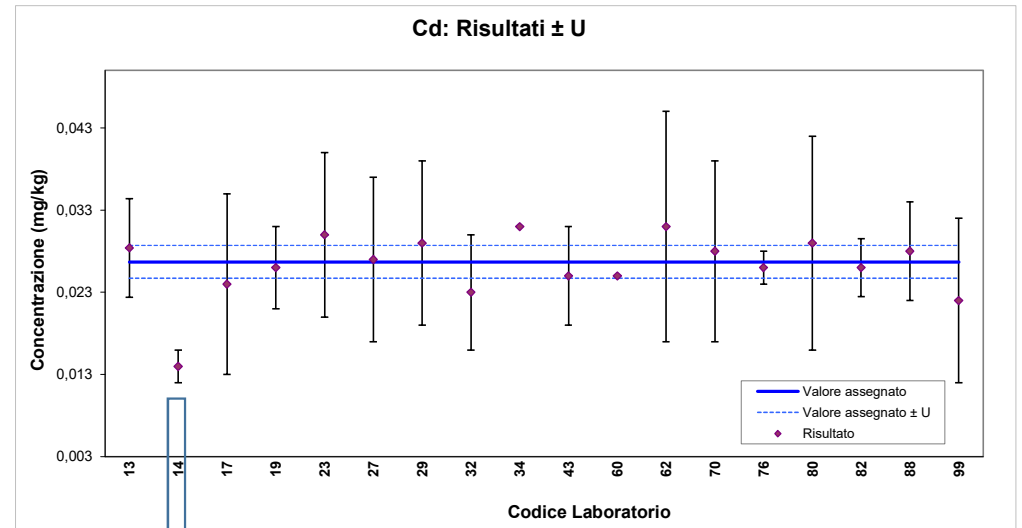
I LoQ dichiarati rispettano i requisiti del Regolamento (CE) 333/2007 e s.m.i.



# MPA 2021.1: A PROPOSITO DI U

$$\zeta_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{u^2(x_i) + u^2(x_{pt})}}$$

Codice laboratorio	Cd		Pb		Sn	
	z	ζ	z	ζ	z	ζ
13	0.3	0.5	0.3	0.5	0.4	0.5
14	-2.2	-9.0			1.8	
17	-0.5	-0.5	-0.2	-0.2		
19	-0.1	-0.3	-0.2	-0.3	-0.1	-0.3
23	0.6	0.6	-0.2	-0.2	-0.1	-0.1
27	0.1	0.1	-0.2	-0.3	0.7	0.8
29	0.4	0.5	1.2	1.0	-0.6	-0.6
32	-0.6	-1.0	-0.6	-0.9	-0.8	-0.6
34	0.7		0.2	0.2		
43	-0.3	-0.5	-0.3	-0.6	-0.7	-0.5
60	-0.3		0.9	1.7	-0.4	-0.5
62	0.7	0.6	-0.2	-0.1		
70	0.2	0.2	0.6	0.6	0.4	0.4
76	-0.1	-0.5	-0.1	-0.2		
80	0.4	0.3	-0.2	-0.1		
82	-0.1	-0.3	-0.4	-1.0		
88	0.2	0.4	0.1	0.1	-0.2	-0.2
99	-0.8	-0.9	0.1	0.0	-0.7	-0.7



U= 14%



## PVA Nitrati 2021

Determinazione della concentrazione di nitrati in campioni di spinaci liofilizzati

Collaborazione con il Laboratorio Nazionale di Riferimento tedesco per i metalli e i composti azotati presso il Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (BVL) di Berlino (Agenzia federale per la protezione dei consumatori e la sicurezza alimentare)



Il LNR tedesco ha preparato il materiale e ne ha verificato sia l'omogeneità che la stabilità

I campioni sono stati inviati ai laboratori italiani il 6/10/2021

La scadenza per la sottomissione dei risultati è stata fissata il 16/11/2021

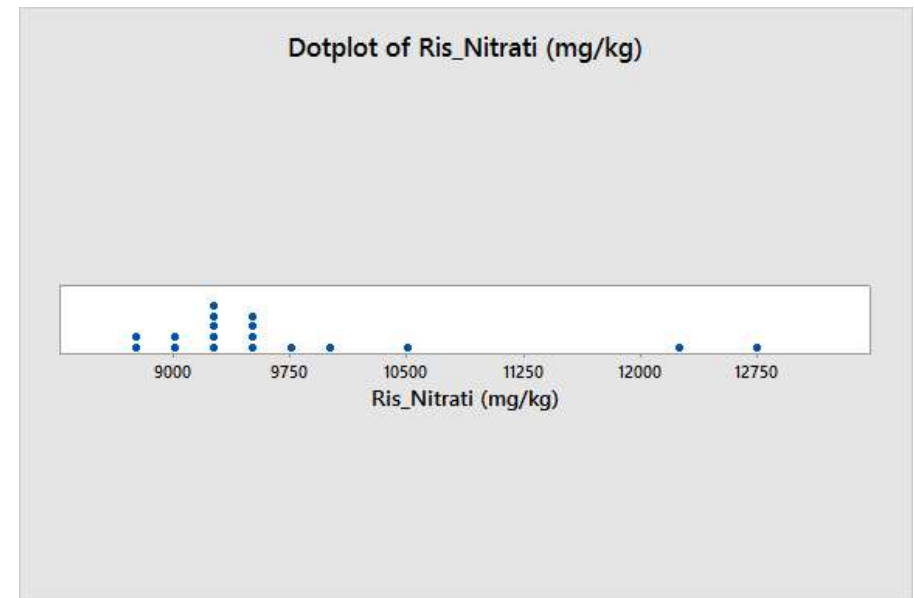
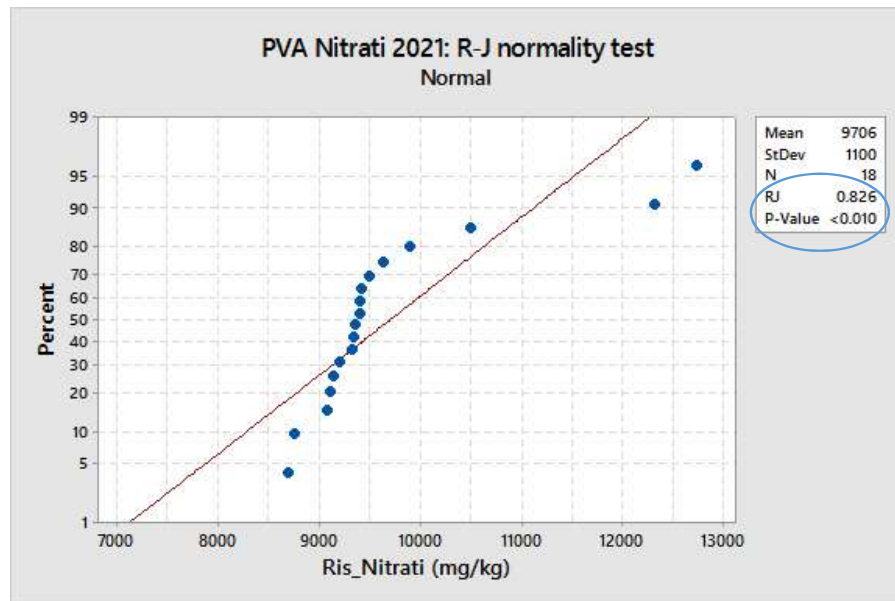
Il Rapporto sulla prova valutativa è stato emesso il 15/02/2022



## PVA Nitrati 2021: ELABORAZIONE DATI (ISO 13528:2015)

- ✓ Numerosità dataset : n=18
- ✓ Nessun dato estremo, qualitativo o sospetto
- ✓ Nessun dato fuori dall'intervallo mediana  $\pm$  50%

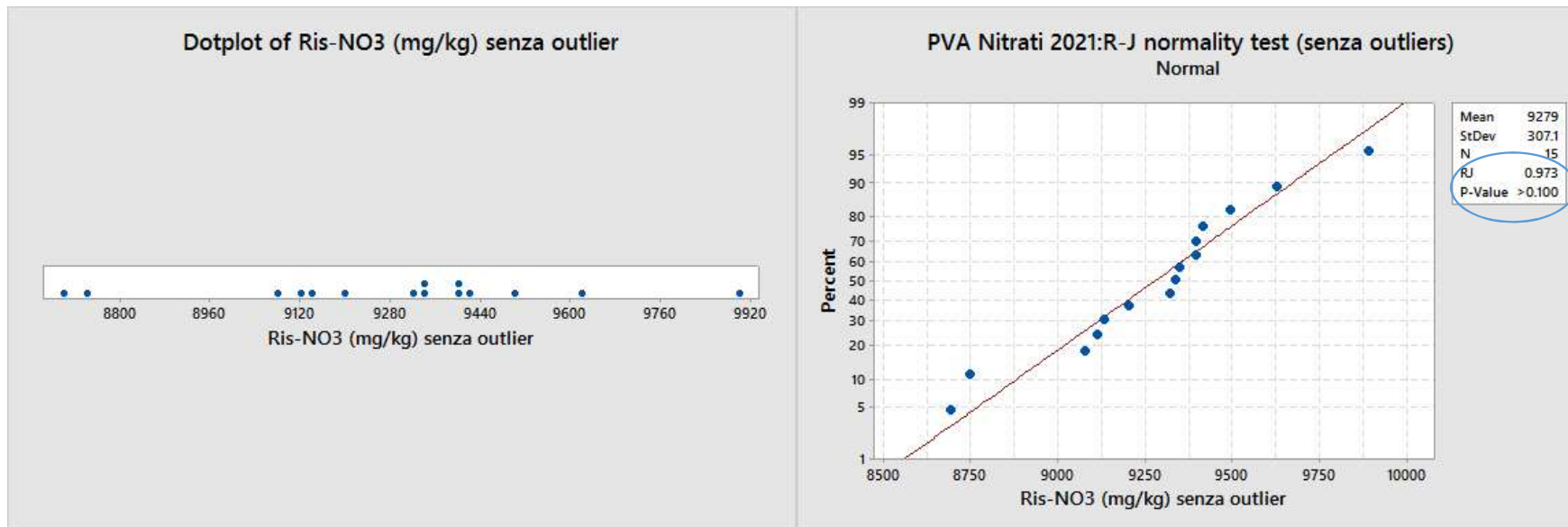
- ✓ Distribuzione rozzamente simmetrica



Distribuzione non normale (R-J p-value <0.010;  $\alpha=0.05$ )

## PVA Nitrati 2021: ELABORAZIONE DATI (ISO 13528:2015)

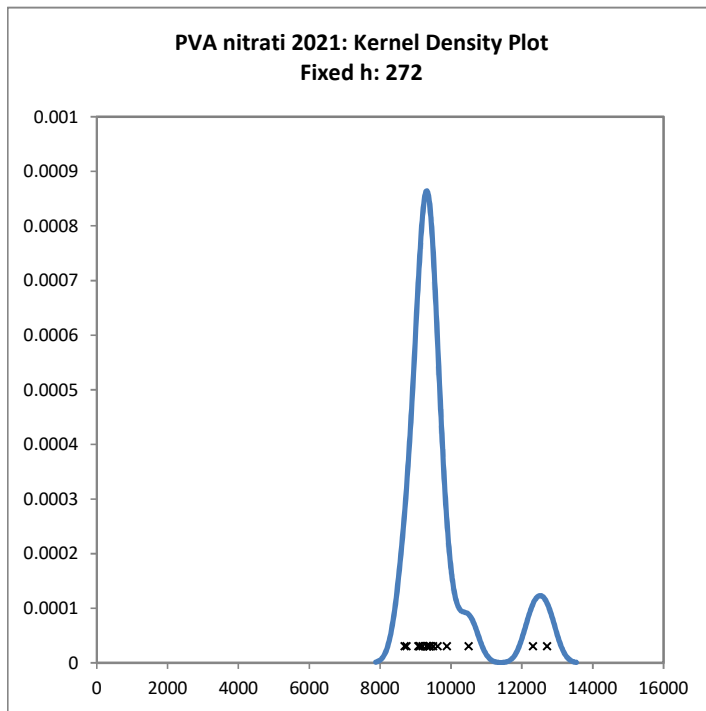
- ✓ Tre outliers (codici : 5, 72 e 162)
- ✓ Dopo l'esclusione degli outliers la simmetria della distribuzione risulta migliorata ed è verificato il ripristino della normalità (R-J p-value >0.10;  $\alpha=0.05$ )





## PVA Nitrati 2021: ELABORAZIONE DATI (ISO 13528:2015)

Valutazione della unimodalità della distribuzione utilizzando il Kernel Density Plot ( $h = 0.75\sigma_{pt}$ )



- ✓ Tre outliers (non esclusi col criterio della mediana).
- ✓ Due determinano una moda che sembra contribuire per più del 5% alla moda totale ma gli altri dati sono abbastanza concordanti da determinare una moda ben definita
- ✓ Gli indicatori robusti compensano bene la presenza dei due outliers tanto che la differenza dei due dataset non è rilevante

Indicatore	Valore (n=18) (mg/kg)	Valore (n=16) (mg/kg)
Media	9706	9355
SD	1100	426
Mediana	9371	9341
sMAD	367.7	269
Media robusta	9431	9321
Deviazione standard robusta	507	334

## PVA Nitrati 2021: ELABORAZIONE DATI (ISO 13528:2015)

**Rob. mean (H15)**    **9431**  
**Rob.St. Dev.**        **507**

**Mediana**            **9371**  
**sMAD**                **368**

**Media**                **9706**  
**SD**                    **1100**

Rob. Mean	$\sigma_{pt}$
9431	381

radq18= 4.2

ux= 149.4

0.3 $\sigma_{pt}$ = 114.3

ux < 0.3 $\sigma_{pt}$     **NO**

Mediana	$\sigma_{pt}$
9371	378

radq18= 4.2

ux= 108.4

0.3 $\sigma_{pt}$ = 113

ux < 0.3 $\sigma_{pt}$     **SI**

Media	$\sigma_{pt}$
9706	390

radq18= 4.2

ux= 259.3

0.3 $\sigma_{pt}$ = 117

ux < 0.3 $\sigma_{pt}$     **NO**

In base a considerazioni statistiche e alle valutazioni fatte rispetto all'unimodalità la scelta della mediana è confermata dal rispetto del criterio sull'incertezza del valore assegnato





## PVA Nitrati 2021: RISULTATI e Z SCORE

Analita	Valore Assegnato mg/kg	$u_x$ mg/kg	$\sigma_{pt}$ mg/kg
Nitrati	9371	108	378

$$z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

$|z| \leq 2.0$  risultato/prestazione accettabile

$2.0 < |z| < 3.0$  prestazione corrispondente ad un segnale di "warning"

$|z| \geq 3.0$  risultato/prestazione non accettabile

Codice Lab	Nitrati	
	Risultato mg/kg	z score
5	12721	8.9
21	9396	0.1
32	9347	-0.1
45	9321	-0.1
53	9394	0.1
61	9132	-0.6
72	10500	3.0
83	9335	-0.1
98	9495	0.3
106	8746	-1.7
112	9201	-0.4
121	9413	0.1
129	9077	-0.8
133	9890	1.4
136	9628	0.7
141	8693	-1.8
145	9112	-0.7
162	12313.9	7.8

## PROVA VALUTATIVA EURL-PC PT-2021-07 PAH IN PLANT MATERIAL

Determinazione della concentrazione di idrocarburi policiclici aromatici (IPA) in matrice vegetale

### **Analiti oggetto della PVA**

Nella prova valutativa sono stati considerati i seguenti 8 analiti: **benzo[a]antracene, benzo[a]pirene, benzo[b]fluorantene, crisene, benzo[ghi]perilene, benzo[k]fluorantene, dibenzo[a,h]antracene, indeno[1,2,3-cd]pirene, somma di benzo[a]antracene, benzo[a]pirene, benzo[b]fluorantene e crisene.**

I laboratori hanno dovuto obbligatoriamente determinare la concentrazione di benzo[a]antracene, benzo[a]pirene, benzo[b] fluorantene, crisene e loro somma, mentre la determinazione dei restanti IPA è stata su base volontaria.

### **8 laboratori italiani** hanno aderito alla prova valutativa

- ✓ Tutti i partecipanti hanno inviato i risultati per benzo[a]antracene, benzo[a]pirene, benzo[b]fluorantene, crisene, e loro somma
- ✓ Tre laboratori hanno quantificato anche benzo[ghi]perilene e indeno[1,2,3-cd]pirene
- ✓ Due partecipanti hanno inviato i risultati per benzo[k]fluorantene e dibenzo[a,h]antracene



PROVA VALUTATIVA EURL-PC PT-2021-07 PAH in plant material: SCHEMA DELLE PRESTAZIONI DEI LABORATORI UFFICIALI ITALIANI PER GLI IPA DA QUANTIFICARE OBBLIGATORIAMENTE

Codice laboratorio	benzo[a]antracene		benzo[a]pirene		benzo[b]fluorantene		crisene		Somma 4 IPA	
	risultato	z score	risultato	z score	risultato	z score	risultato	z score	risultato	z score
5	4.5	-1.0	5.6	-0.2	6.0	0.2	5.2	-0.8	21.2	-0.5
7	6.1	0.2	6.9	0.9	5.7	0.0	7.3	0.7	26.0	0.5
11	3.9	-1.5	3.8	-1.6	4.4	-1.1	2.2	-2.9	14.3	-1.8
12	5.2	-0.5	5.7	-0.1	5.9	0.1	5.7	-0.5	22.4	-0.2
14	7.2	1.1	7.0	1.0	6.6	0.7	7.2	0.6	28.0	0.8
18	6.6	0.6	5.0	-0.7	5.6	-0.1	6.5	0.1	23.7	0.0
32	6.3	0.4	6.9	0.9	5.9	0.1	7.1	0.6	26.2	0.5
34	5.6	-0.1	5.6	-0.1	8.2	2.0	6.7	0.3	26.1	0.5

Per tutti gli analiti i laboratori ufficiali italiani hanno ottenuto risultati soddisfacenti e solo un laboratorio ha avuto uno z score tra 2 e 3 per il crisene che corrisponde ad una prestazione dubbia



PROVA VALUTATIVA EURL-PC PT-2021-07 PAH in plant material: SCHEMA DELLE PRESTAZIONI DEI LABORATORI UFFICIALI ITALIANI PER GLI IPA DA QUANTIFICARE SU BASE VOLONTARIA

Codice laboratorio	benzo[ghi]perilene		benzo[k]fluorantene		dibenzo[a,h]antracene		indeno[1,2,3-cd]pirene	
	risultato	z score	risultato	z score	risultato	z score	risultato	z score
14	8.2	1.8	5.2	-0.6	6.2	0.6	7.8	1.8
18	5.6	-0.2	5.7	-0.2			4.9	-0.6
32	6.1	0.2			5.6	0.1	5.4	-0.2

Sulla base di quanto riportato dall'EURL-PC nel Report Finale relativo alla PVA sulla determinazione degli IPA in integratore di origine vegetale, le prestazioni dei laboratori ufficiali italiani non solo sono state estremamente soddisfacenti ma sono risultate sovrapponibili a quelle della rete dei Laboratori Nazionali di Riferimento (NRL) dell'UE



## **Prove Valutative negli Alimenti (PVA) in corso**

Organizzate da EURL-PC e gestite da Area PV

**EURL-PC PT-2022-09**: Acrylamide in dry cereal based baby food (4 laboratori ufficiali italiani partecipanti)

Campione spedito da ISS in data 11/04/2022

Scadenza per l'invio dei risultati 5/05/2022

**EURL-PC PT-2022-10**: Furan and alkylated furans in cereal (2 laboratori ufficiali italiani partecipanti)

Campione spedito da EURL in data 09/05/2022

Scadenza per l'invio dei risultati 09/06/2022



## Prove Valutative negli Alimenti (PVA) in programma

Organizzate da EURL-PC e gestite da Area PV

**EURL-PC PT-2022-11**: Free and Bound 3-MCPD e GE in infant formula

**EURL-PC PT-2022-12**: Free and Bound 3-MCPD e GE in baby biscuits

I laboratori già in possesso delle credenziali per poter accedere al Webtool dell'EURL-PC possono registrarsi fino al **27/05/2022**

I nuovi laboratori o i laboratori che hanno cambiato referente devono compilare l'apposito form ed inviarlo all'ISS che provvederà a mandarlo all'EURL (entro 17/05/2022).

Costi: a carico di ISS

Timeline: entro la prima settimana di giugno spedizione campioni e invio dei risultati entro **08/07/2022**



## PROVA VALUTATIVA: PT NRL tedesco per i Contaminanti da Processo (PZK0921)

Determinazione della concentrazione di MCPD e Glicidil Esteri in Olio di pesce

Collaborazione con il Laboratorio Nazionale di Riferimento tedesco per i contaminanti da processo

### **Proficiency Test of the National Reference Laboratory for Processing Contaminants “Determination of MCPD and Glycidyl Esters in Fish Oil - PZK0921”**

Rapporto preliminare  
emesso il 21.01.2022

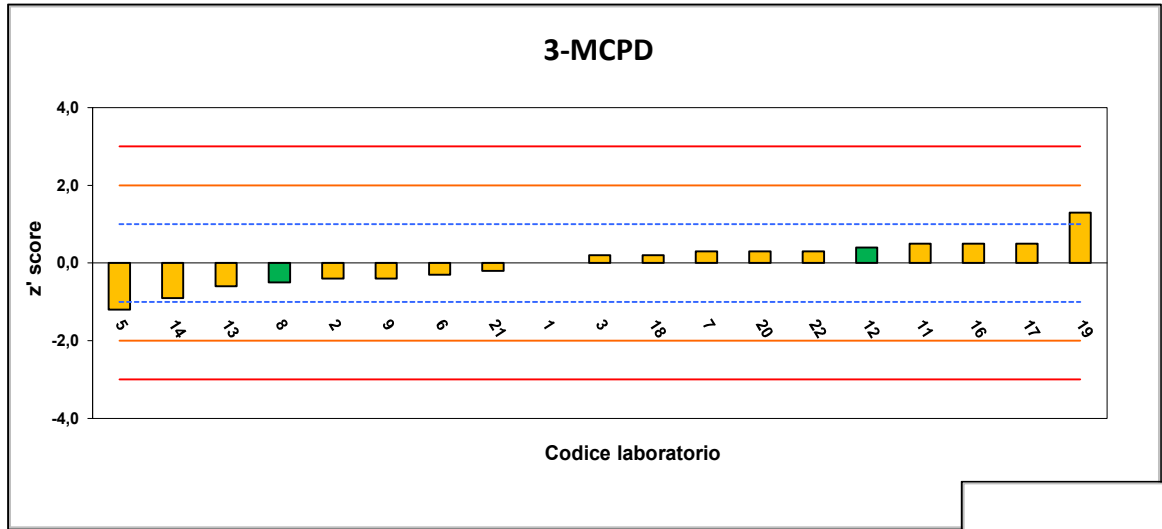
- ✓ 21 laboratori partecipanti: NRL, laboratori ufficiali tedeschi, laboratori ufficiali di altri Stati Membri dell'UE (**2 laboratori italiani**), laboratori appartenenti a comitati di standardizzazione
- ✓ Valore assegnato ( $x_{pt}$ ) e deviazione standard di riproducibilità ( $s_R$ ) calcolate secondo il metodo Q/Hampel
- ✓ Scarto tipo per la valutazione di competenza ( $\sigma_{pt}$ ) ricavato dall'equazione di Horwitz

Analyte	$x_{pt}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\sigma_{pt}$ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	$\sigma_{pt}$ (%)
Bound 3-MCPD	908,7	147,5	16,2
Bound 2-MCPD	164,6	34,5	21,0
Glycidol	148,4	31,6	21,3





# PT of NRL for Processing Contaminants (PZK0921): Distribuzione z' score




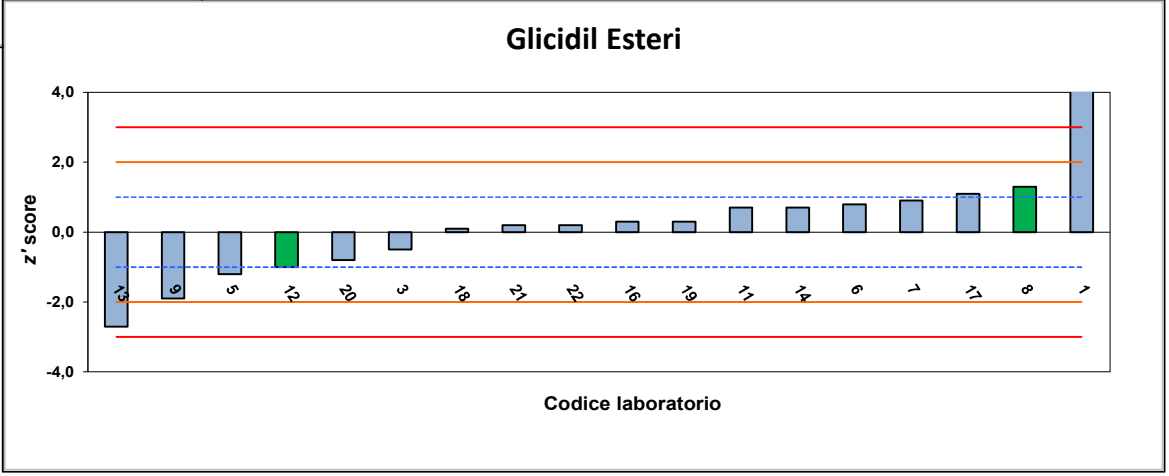
$|z'| \leq 2.0$  risultato/prestazione accettabile

$2.0 < |z'| < 3.0$  prestazione corrispondente ad un segnale di "warning"

$|z'| \geq 3.0$  risultato/prestazione non accettabile

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

 Laboratori italiani



## PVA Acrilammide 2021

Determinazione della concentrazione di acrilammide in campioni di caffè

La prova valutativa è stata organizzata in collaborazione con il Laboratorio Nazionale di Riferimento tedesco per i contaminanti da processo (**PTP Accreditato**) presso l' Agenzia federale per la protezione dei consumatori e la sicurezza alimentare



LNR tedesco

- Preparazione materiale
- Analisi per omogeneità
- Analisi per stabilità

Area PV (Dipartimento SANV)

- Invio campioni laboratori ufficiali italiani
- Elaborazione statistica
- Preparazione Rapporto PVA per i partecipanti italiani



## PVA ACRILAMMIDE 2021: PANORAMICA ELABORAZIONE DATI

**Elaborazione statistica in accordo con quanto previsto dalla ISO 13528:2015**

Dataset costituito da 26 risultati  
(18 DE + 8 IT)

- ✓ Nessun dato estremo, qualitativo o sospetto
- ✓ Quattro dati fuori dall'intervallo mediana  $\pm$  50%
- ✓ Distribuzione rozzamente simmetrica e normale (R-J p-value =0.07;  $\alpha$ =0.05)
- ✓ Unimodalità ad un valore di h pari a 24,36
- ✓ Applicazione della statistica robusta

ROBUST WINSORISATION Methodology				©Cortez & MERMAYDE 2003-2007	
File: E:\PT Acrilammide caffè\Acrilammide caffè_01_03_2022\RPT\[Annex 5a_.xls]Robust					
Project: Acrilammide caffè 2021				Read the instructions below before use!	
Label	Average	Comment1	Reallocated	Raw Data	Count = 22
6	147,7			Average =	151,12
13	149,7			Median =	148,17
17	143,1			St.Dev. =	20,72
10	155			s(MAD) =	17,05
1	147,3			MAD =	11,5
20	135,37			Minimum =	114,6
8	128,17			Maximum =	197
18	163,67			<b>Winsorised Data</b>	
4	190,6		-67,580	Nr of Reallocated Data (18%)	
7	125,5			Nr of Iterations	
2	148,34			4	for Average: 5
11	148				for St.Dev.: 7
19	150,7			Robust Average (H15) =	149,14
9	160			Robust St.Dev. (H16) =	17,42
16	163,34			r.s.d. =	12%
15	148			Digit Rounding & Iteration Limit = 0,01	
27	149			<b>Winsorisation Parameters</b>	
39	190		-66,980	Cut-Off, c =	1,5
46	114,6		8,420	$\beta$ =	0,778
52	132,4			c(small n) =	1,47
64	137			Proposed $\beta$ =	0,778
94	197		-73,980	<b>Iteration Progress</b>	
				Initial Values	Next It
				Last It	Difference
				148,9145455	149,13735
				17,04827122	17,411861
					149,1397719
					0,00242233
					17,4186052
					0,00674422



## PVA ACRILAMMIDE 2021: VALORE ASSEGNATO

Rob. Mean (H15)	$\sigma_{pt}$
149,1	31,8

Rob. St. Dev. 17,42

radq22 4,69

ux 4,64

$0.3\sigma_{pt}$  9,54

$u_x < 0.3\sigma_{pt}$  **SI**

Mediana	$\sigma_{pt}$
148,2	31,6

sMAD 17,05

radq22 4,69

ux 4,54

$0.3\sigma_{pt}$  9,48

$u_x < 0.3\sigma_{pt}$  **SI**

Media	$\sigma_{pt}$
151,11	32,1

SD 20,72

radq22 4,69

ux 4,42

$0.3\sigma_{pt}$  9,63

$u_x < 0.3\sigma_{pt}$  **SI**

Valore di concentrazione di acrilammide dai dati di omogeneità (NRL DE):  
**153,1  $\mu\text{g}/\text{kg}$**

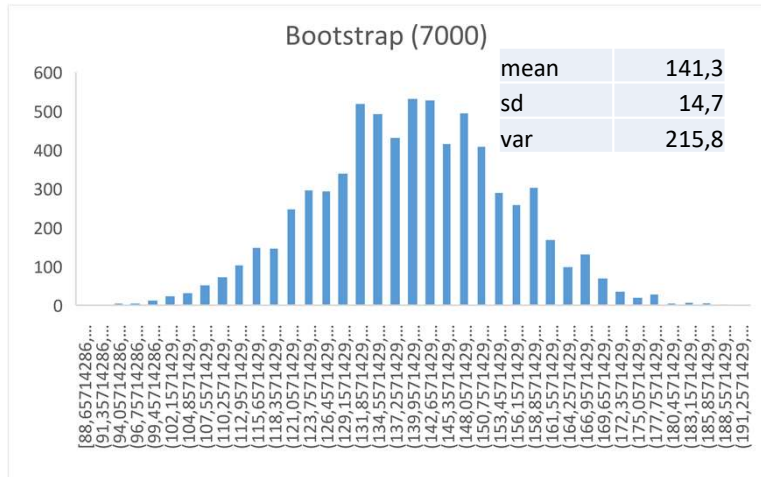
Valore assegnato (NRL DE) basato sul metodo di QHampel:  
**149,5  $\mu\text{g}/\text{kg}$**

Gli indicatori di tendenza centrale sono praticamente sovrapponibili e consistenti con i dati del LNR tedesco

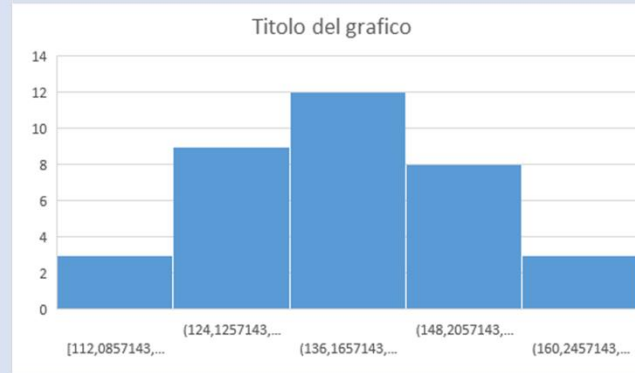


## PVA ACRILAMMIDE 2021: APPROCCIO BOOTSTRAP

Il Bootstrap permette di effettuare calcoli statistici (es. indicatori di tendenza centrale e di dispersione) con mezzi puramente computazionali. Può essere usato per stimare qualsiasi statistica, in ogni condizione (outliers, asimmetria, bimodalità) e senza nessuna assunzione sulla distribuzione dei dati



mean 142,0008  
sd 13,56879



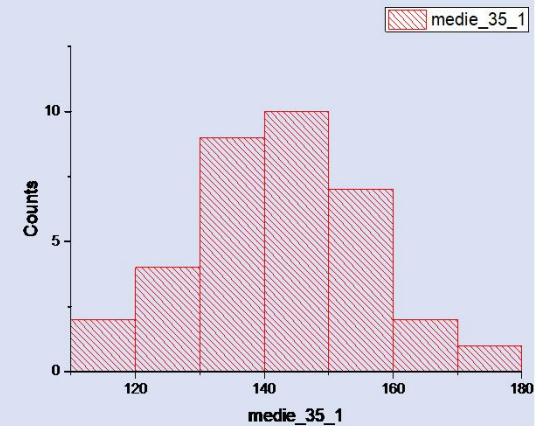
statistica descrittiva (da R)		confronto con originale	
nbr.val	35	nbr.val	7
nbr.null	0	nbr.null	0
nbr.na	0	nbr.na	0
min	112,085700	min	73,800000
max	172,285700	max	197,000000
range	60,200000	range	123,200000
sum	4970,029000	sum	988,800000
median	141,257100	median	137,000000
mean	142,000800	mean	141,257143
SE.mean	2,293545	SE.mean	16,071490
CI.mean.0	4,661044	CI.mean.0	39,325519
Var	184,112100	Var	1808,049524
std.dev	13,568790	std.dev	42,521166
coef.var	0,095554	coef.var	0,301020

### ANALISI STATISTICA DA ORIGIN (PER VERIFICA NORMALITA' DI medie\_35)

	N Analysis	N Missing	Mean	Standard	ISE of Mean
medie_35	35	0	142,0008	13,56879	2,29354

Test	DF	Statistic	p-value	Decision at level(5%)
Shapiro-Wilk	35	0,97607	0,62909	Can't reject normality
Lilliefors	35	0,11141	0,2	Can't reject normality
Kolmogorov-Smirnov	35	0,11141	0,78125	Can't reject normality
Anderson-Darling		0,38897	0,36639	Can't reject normality
D'Agostino-K squared test		0,05786	0,97149	Can't reject normality
medie_35 D'Agostino		-0,19474	0,84559	Can't reject normality
medie_35 D'Agostino		0,14117	0,88773	Can't reject normality
Chen-Shapiro		0,00735	0,03768	Can't reject normality



# PVA ACRILAMMIDE 2021: Z SCORE



Dipartimento di Sicurezza Alimentare,  
Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria  
Istituto Superiore di Sanità  
V.le Regina Elena 299 - 00161 Roma

## Rapporto Sintetico della Prova Valutativa ACRILAMMIDE 2021-Schema: quantitativo

Determinazione della concentrazione di  
acrilammide in campioni di caffè

Emesso dalla Coordinatrice della PVA: Dott.ssa Angela Sorbo

*Angela Sorbo*

Data: 03/03/2022

Persona di contatto per la prova valutativa: Dott. Paolo Stacchini, tel. 06 4990 2533, paolostacchini@iss.it;  
LNReprocesso@iss.it

Pag.1 di 2



Dipartimento di Sicurezza Alimentare,  
Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria  
Istituto Superiore di Sanità  
V.le Regina Elena 299 - 00161 Roma

Analita	Valore Assegnato $\mu\text{g}/\text{kg}$	$\mu_x$ $\mu\text{g}/\text{kg}$	$\sigma_{\mu}$ $\mu\text{g}/\text{kg}$
Acilammide	148,2	4,5	31,6

### Risultati e z scores

Codice Lab	Acilammide	
	Risultato $\mu\text{g}/\text{kg}$	z score
27	149	0,0
39	190	1,3
46	114,6	-1,1
52	132,4	-0,5
64	137	-0,4
71	52,5	-3,0
89	73,8	-2,4
94	197	1,5

Fine del Rapporto

Pag.2 di 2



## PVA ACRILAMMIDE 2021: INFORMAZIONI DAI PARTECIPANTI

PVA Acrilammide 2021								Acrilammide (nel caffè)										
Codice Privacy Laboratorio	Media	Repliche						SD	Unità di Misura	LoD	Unità di misura LoD	LoQ	Unità di misura LoQ	Tecnica utilizzata	Incertezza di Misura (U)	Unità di Misura	Fattore di copertura	U (%)
27	144								µg/kg		20	µg/kg	LC-MS/MS	37	µg/kg	2	25,7	
39	190								µg/kg	2	µg/kg	20	µg/kg	LC-MS/MS	78	µg/kg	2	41,0
46	114,6	114,4	114,7					0,21	µg/kg	15	µg/kg	50	µg/kg	LC-MS/MS	50,8	µg/kg	2	44,3
52	132,4	130,6	134,2					2,5	µg/kg	5	µg/kg	20	µg/kg	LC-MS/MS	20	µg/kg	2	15,1
64	137	137							µg/kg	1,5	µg/kg	5	µg/kg	LC-MS/MS	59	µg/kg	2	43,1
71	52,5	58,0	48,7	50,8				4,9	µg/kg	30	µg/kg	50	µg/kg	GC-MS	14,7	µg/kg	2	20,7
89	73,8	72,9	74,6					1,2	µg/kg			30	µg/kg	LC-MS/MS	32,5	µg/kg	2	44,0
94	197	206	209	189	184			12	µg/kg	9,6	µg/kg	2,9	µg/kg	LC-MS/MS	80	µg/kg	2	40,6

L'unico laboratorio italiano che ha ottenuto uno z score insoddisfacente ha utilizzato GC-MS

Gli unici due laboratori tedeschi che hanno utilizzato GC-MS hanno al contrario sovrastimato in modo significativo





## Invito a partecipare ad uno studio sulla determinazione di contaminanti da processo in alimenti per l'infanzia (jarred baby food)

### Study of the National Reference Laboratory for Processing Contaminants "Determination of contaminants in baby food"

Collaborazione con il Laboratorio Nazionale di Riferimento tedesco per i contaminanti da processo presso il Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit (BVL) di Berlino (Agenzia federale per la protezione dei consumatori e la sicurezza alimentare )

La partecipazione è **gratuita** e i partecipanti avranno l'opportunità di testare i loro metodi di routine con la garanzia dell' **anonimato**




[www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria](http://www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria)

Posta - Sorbo Angela - Outlook - Google Chrome  
outlook.office.com/mail/deeplink?Print

Rispondi a tutti | Elimina | Posta indesiderata | Blocca mittente

### Studie des Nationalen Referenzlabors für Prozesskontaminanten „Bestimmung von Kontaminanten in Babybrei - PZK06/22“ / Study of the National Reference Laboratory for Processing Contaminants "Determination of contaminants in baby food - PZK06/22"

Hai inoltrato questo messaggio il Lun 09/05/2022 13:15

 Kaminski, Dr. Martin <martin.kaminski@bvl.bund.de>  
Cc: Becker, Dr. René <rene.becker@bvl.bund.de>; Hackenberg, Dr. Rudolf <rudolf.hackenberg@bvl.bund.de>; Kaminski, Dr. Martin <martin.kaminski@bvl.bund.de> **Altri 4** mar 03/05/2022 12:03

Dear Sir or Madam,

The National Reference Laboratory for Processing Contaminants is conducting a study in 2022 to determine contaminants in jarred baby food. Please refer to the attachments for further information.

If you have any questions, please do not hesitate to contact us.

Best regards,

Martin Kaminski

Dr. Martin Kaminski  
Scientific Officer, Deputy Quality Manager Department 5

Department 5: Method Standardisation, Reference Laboratories, Resistance to Antibiotics  
Federal Office of Consumer Protection and Food Safety

P.O.B. 11 02 60, 10832 Berlin, Germany  
Phone: 0049 30 18445 - 8411  
Fax: 0049 30 18445 - 8099

Windows taskbar: 28°C Soleggiato 17.02 17/05/2022



Lo studio sarà diviso in quattro parti



Acrylamide in baby food  
Furan + alkylfurans in baby food  
Benzene in baby food  
MCPD + glycidyl esters in baby food

## MATRICI COINVOLTE

Vegetable-based baby food for acrylamide

Fruit-based baby food for furan, 2-methylfuran, 3-methylfuran, 2,5-dimethylfuran, 2,3-dimethylfuran, 2-ethylfuran, 2-butylfuran, 2-pentylfuran

Fruit-based baby food for benzene

Fish-vegetable-based baby food (two samples) for free and bound 2-MCPD and 3-MCPD, as well as GE

I campioni saranno spediti tutti entro metà [giugno 2022](#) tranne i campioni per la determinazione di MCPD e GE che saranno spediti a [settembre 2022](#)

Si può aderire ad una o più parti dello studio e non è obbligatorio inviare i risultati per tutti gli analiti

**REGISTRAZIONE ENTRO [03/06/2022](#) (ONLINE)**



[www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria](http://www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria)

# GRAZIE PER L'ATTENZIONE!



[pv.sanv@iss.it](mailto:pv.sanv@iss.it)

[angela.sorbo@iss.it](mailto:angela.sorbo@iss.it)

[annachiara.turco@iss.it](mailto:annachiara.turco@iss.it)



[www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria](http://www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria)



DIPARTIMENTO  
SICUREZZA ALIMENTARE, NUTRIZIONE  
E SANITÀ PUBBLICA VETERINARIA



DIPARTIMENTO

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

[www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria](http://www.iss.it/sicurezza-alimentare-nutrizione-e-sanità-pubblica-veterinaria)

