

Ricerca Finalizzata 2006 - Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Lazio e della Toscana

“Qualità e sicurezza degli alimenti di origine animale con particolare riferimento a quelli di origine acquatica e degli ambienti relativi alla loro filiera di produzione”

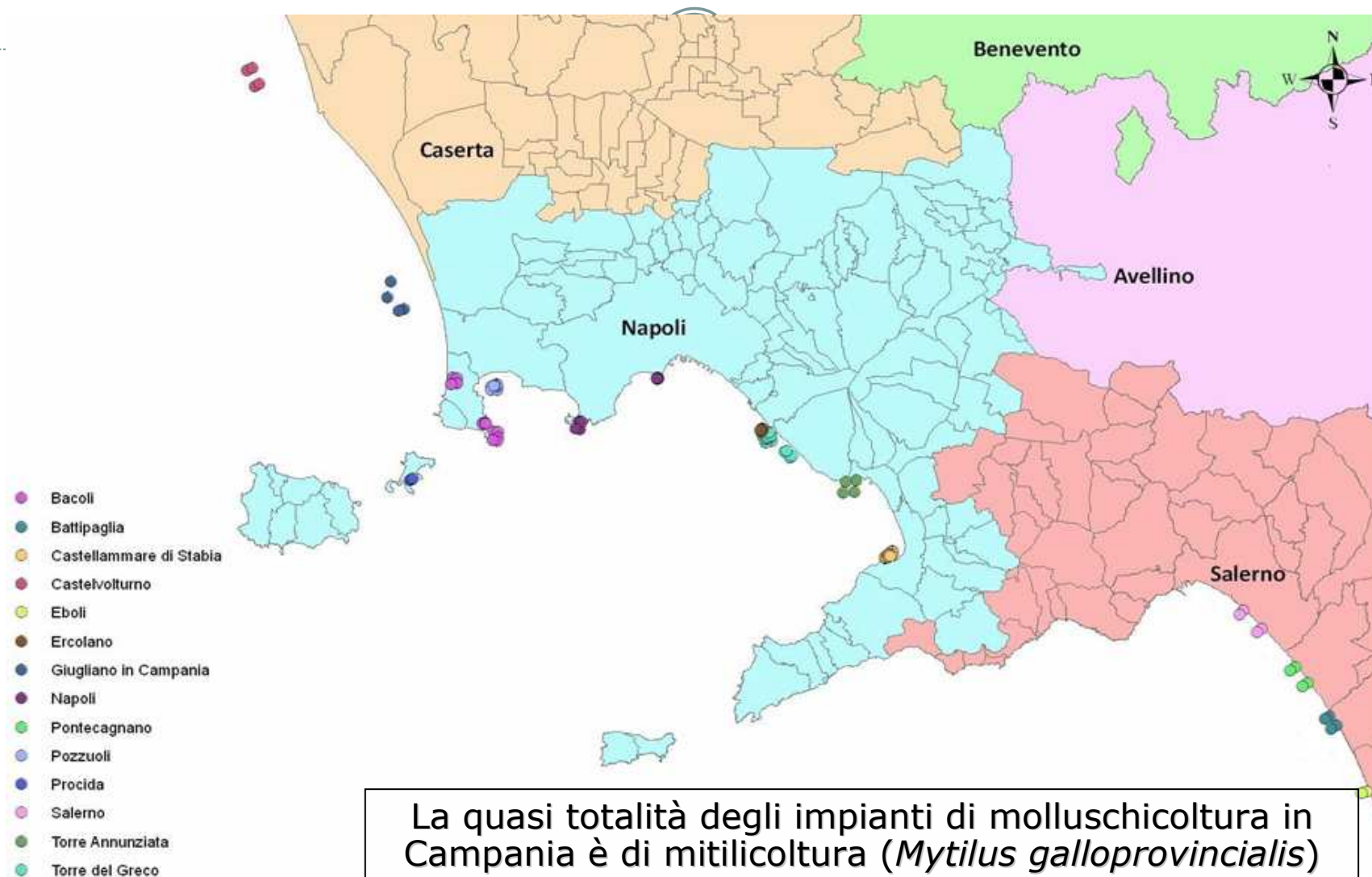
U.O. 7: Molluschi eduli lamellibranchi

Francesco Paolo Serpe

Dipartimento di Chimica, Istituto Zooprofilattico
Sperimentale del Mezzogiorno

ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ – ROMA, 19 APRILE 2011

Aree destinate alla molluschicoltura in Campania



Mitilicoltura in Italia



In Italia, la mitilicoltura è la **principale attività di allevamento di specie acquatiche**, per i quantitativi prodotti, la diffusione sul territorio nazionale ed il numero di insediamenti produttivi.

(fonte: sito web IZS Umbria e Marche)

La specie prodotta e commercializzata è il *Mytilus galloprovincialis*:



Impianti di tipo *long-line*



Impianti di allevamento
(Torre Annunziata. Sullo sfondo
Vico Equense)



Aree di prelievo dei mitili (*Mytilus galloprovincialis*)



✓ **Litorale Domitio**
(Castelvolturmo, Giugliano)

✓ **Golfo di Pozzuoli**
(Bacoli, Pozzuoli)

✓ **Golfo Napoli**
(Napoli, Ercolano, Torre del Greco, Torre Annunziata, Castellammare di Stabia)

✓ **Golfo di Salerno**
(Pontecagnano, Battipaglia)



- Gli impianti sono suddivisi in **classe A** (consumo umano diretto), **B e C** (con obbligo di depurazione o stabulazione; D.Lgs 530/92, Regolamento CE 854/2004);
- Tutti i campioni analizzati provengono da zone di **classe A** e **classe B** (classificazione invariata per tutti gli specchi d'acqua nel periodo 2008-2010);
- Per ogni allevamento sono state prelevate **5 aliquote** in 5 diversi punti ed a diversi livelli di profondità;
- Tutti i campionamenti sono stati effettuati dai **Servizi Sanitari** nell'ambito del monitoraggio Regionale degli specchi d'acqua destinati alla molluscoltura (**D.G.R.C. 342/06, D.G.R.C. 2234/07 e P.R.I. 2008-2010 sez. 2.3.6.b**)

260 campioni di mitili analizzati all'IZS del Mezzogiorno



Analisi Chimica (145 +72 di altre UUOO)

- IPA (11)
- PCB (18)
- Piombo
- Cadmio
- Mercurio
- Cromo

Analisi Virologica (115)

- Rotavirus
- Norovirus
- Epatite A virus

Trattamento preliminare del campione



Il mitilo intero è conservato a -20°C fino al momento dell'analisi.
La cozza è sgusciata, sgocciolata ed omogenata insieme agli altri esemplari del campione (almeno 20 rappresentativi).

I campioni sono aliquotati:



2.00 ± 0.01 g di omogenato sono destinati alla determinazione degli **IPA**

5.00 ± 0.01 g sono prelevati per l'analisi dei **PCB**

0.75 ± 0.01 g sono destinati alla determinazione dei **metalli**

Regolamento 1881/2006

20.12.2006

IT

Gazzetta ufficiale dell'Unione europea

L 364/5

REGOLAMENTO (CE) N. 1881/2006 DELLA COMMISSIONE

del 19 dicembre 2006

che definisce i tenori massimi di alcuni contaminanti nei prodotti alimentari

(Testo rilevante ai fini del SEE)

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità europea,

























visto il regolamento (CEE) n. 315/93 del Consiglio, dell'8 febbraio 1993, che stabilisce procedure comunitarie relative ai contaminanti nei prodotti alimentari ⁽¹⁾, in particolare l'articolo 2, paragrafo 3,

considerando quanto segue:

gruppi vulnerabili della stessa sia prossima o superiore alla dose tollerabile, occorre fissare tenori massimi al livello più basso ragionevolmente ottenibile (*ALARA — as low as reasonably achievable*). Tali approcci garantiscono l'applicazione, da parte degli operatori del settore alimentare, di misure volte a evitare e ridurre quanto più possibile la contaminazione, così da tutelare la salute pubblica. Per la tutela della salute dei lattanti e dei bambini, che costituiscono un gruppo vulnerabile, è altresì opportuno stabilire tenori massimi ai più bassi livelli ottenibili mediante una selezione rigorosa delle materie prime impiegate nella produzione degli alimenti destinati ai lattanti e ai bambini. Tale selezione rigorosa delle materie prime è opportuna anche ai fini della produzione di alcuni specifici prodotti alimentari, quali la crusca destinata al consumo umano diretto.

Idrocarburi Policiclici Aromatici (IPA/PAHs)

Table 1. Molecular structures of PAHs of concern

				US-EPA	SCF	JECFA
Acenaphthene	ACP		154 AMU	x		
Acenaphthylene	ACY		152 AMU	x		
Anthracene	ANT		178 AMU	x		
Fluoranthene	FLT		202 AMU	x		
Fluorene	FLR		166 AMU	x		
Naphthalene	NAP		128 AMU	x		
Phenanthrene	PHE		178 AMU	x		
Pyrene	PYR		202 AMU	x		
Benzo[a]anthracene	BaA		228 AMU	x	x	x
Benzo[b]fluoranthene	BbF		252 AMU	x	x	x
Benzo[j]fluoranthene	BjF		252 AMU		x	x
Benzo[k]fluoranthene	BkF		252 AMU	x	x	x
Benzo[ghi]perylene	BgP		276 AMU	x	x	
Benzo[a]pyrene	BaP		252 AMU	x	x	x
Chrysene	CHR		228 AMU	x	x	x
Cyclopenta[cd]pyrene	CPP		226 AMU		x	
Dibenzo[a,h]anthracene	DhA		278 AMU	x	x	x
Dibenzo[a,e]pyrene	DeP		302 AMU		x	x
Dibenzo[a,h]pyrene	DhP		302 AMU		x	x
Dibenzo[a,i]pyrene	DiP		302 AMU		x	x
Dibenzo[a,l]pyrene	DlP		302 AMU		x	x
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	IcP		276 AMU	x	x	x
5-Methylchrysene	5MC		242 AMU		x	x
Benzo[c]fluorene	BcL		216 AMU			x

Wenzl T., Simon R., Kleiner J. and Anklaam E. (2006). Analytical methods for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in food and the environment needed for new food legislation in the European Union. *Trends in analytical chemistry*, 25(7), 716-725.

La scelta è stata dettata dalla loro **tossicità**

Tra gli 11 scelti, ci sono **3 probabili** cancerogeni (IARC, gruppo 2A):

- Benzo[a]pirene
- Dibenzo[a,h]antracene
- Benzo[a]antracene

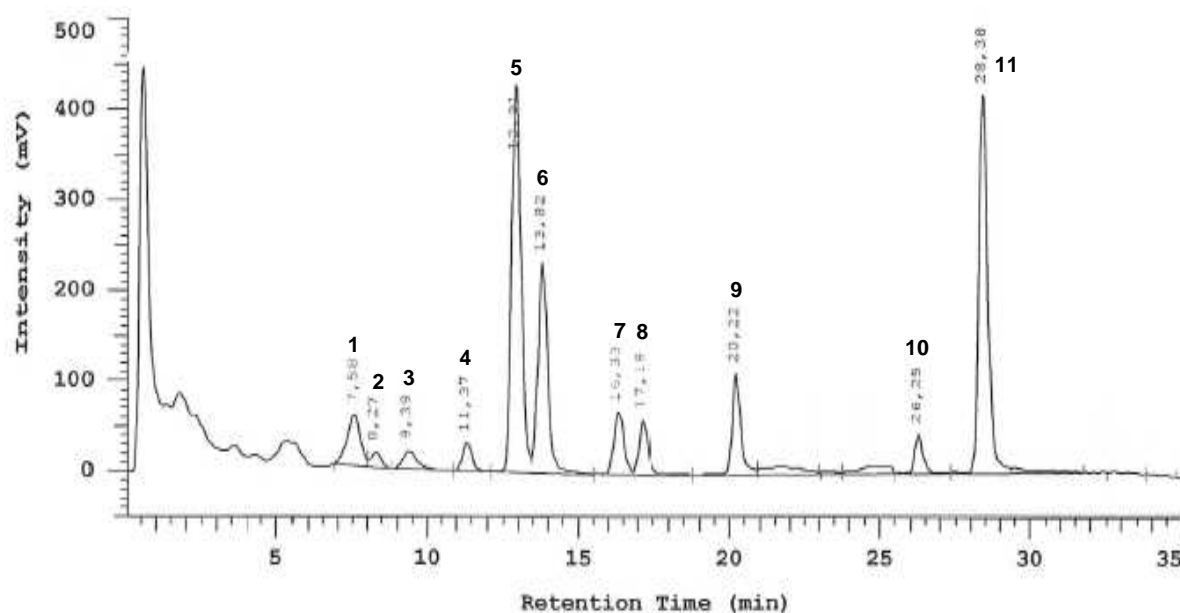
...e **5 possibili** cancerogeni (IARC, gruppo 2B):

- 5-metilchrysene
- Benzo[b]fluorantene
- Benzo[k]fluorantene
- Dibenzo[a,i]pirene
- Indeno[1,2,3-cd]pirene

IPA – sviluppo del metodo di analisi

Preparazione del campione: saponificazione, estrazione e clean-up. **Parametri HPLC:** gradiente H₂O/acetonitrile 60%-100%. Colonna C-18 2.1 x 50 mm, 1.8 µm. Pompa HPLC classica. Detector: fluorimetro. Standardizzazione esterna.

Timetable detector.



- | | |
|------------------------|---------------------------|
| 1) benzo[a]antracene | 7) dibenzo[a,l]pirene |
| 2) crisene | 8) dibenzo[a,h]antracene |
| 3) 5-metilcrisene | 9) indeno[1,2,3-cd]pirene |
| 4) benzo[b]fluorantene | 10) dibenzo[a,i]pirene |
| 5) benzo[k]fluorantene | 11) dibenzo[a,h]pirene |
| 6) benzo[a]pirene | |

Cromatogramma di un campione di mitili IPA free fortificato a 10 µg/kg

min	λ _{ecc}	λ _{em}
0	294	404
15,5	270	420
18,8	294	404
25,4	240	450
35	end	end

Si sfruttano 3 cambi di lunghezza d'onda per utilizzare sempre la coppia $\lambda_{ecc}-\lambda_{em}$ ottimale per ogni IPA.

Il metodo è stato validato ai sensi della **Decisione CE 657/2002** e del **Regolamento CE 333/2007**.



Contents lists available at ScienceDirect

Food Chemistry

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



Analytical Methods

Optimisation and validation of an HPLC method for determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in mussels

Francesco Paolo Serpe*, Mauro Esposito, Pasquale Gallo, Luigi Serpe

Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Mezzogiorno, Via Salute, 2, 80055 Portici (Napoli), Italy

ARTICLE INFO

Article history:

Received 8 September 2009

Received in revised form 15 March 2010

Accepted 16 March 2010

Keywords:

Polycyclic aromatic hydrocarbons

Mussels

HPLC

ABSTRACT

A method for determination of 11 polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in mussels (*Mytilus galloprovincialis*), using HPLC coupled to a fluorescence detector, has been optimised and validated, according to European Community rules. Sample preparation involves alkaline digestion of mussel tissue, liquid–liquid extraction of organic compounds and solid phase clean-up. Accuracy and precision of the method were determined by a validation study, carried out to demonstrate that the method is useful for both screening purposes and confirmation. Commission Regulation (EC) No. 2007/333/EC stated the performance criteria for the analysis of the only benzo[a]pyrene (BaP) in food products of animal origin, since BaP is the most studied PAH. We extended the BaP analysis performance criteria to other 10 toxic PAHs (listed in Commission Recommendation (EC) No. 2005/108/EC) and the validation study was performed also in agreement with Commission Decision (EC) No. 2002/657/EC. The method was applied to investigate 27 mussel samples from actively producing shellfish plants located in Campania (Italy) and variable levels of PAHs were detected ranging from <0.2 to 16 µg/kg wet weight.

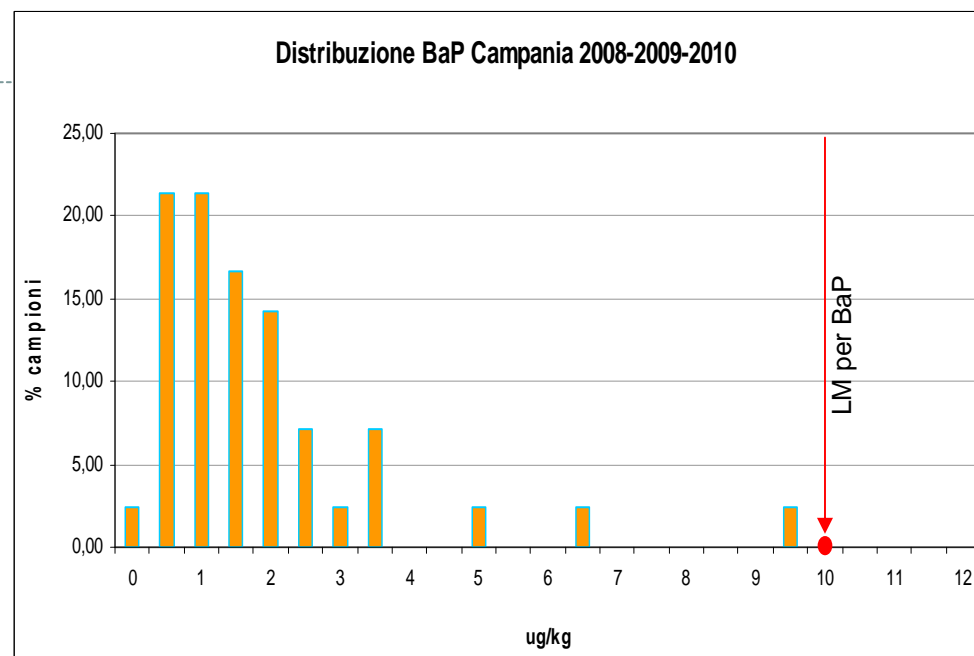
© 2010 Elsevier Ltd. All rights reserved.

Ricerca IPA – risultati del monitoraggio 2008-2009-2010

✓ Sono state effettuate **44** determinazioni per la ricerca di IPA in mitili (più **7 campioni** di altre UU.OO), oltre alle prove effettuate ai fini della validazione del metodo che ha esteso a n.11 il numero degli IPA studiati.

✓ **Tutti i campioni sono risultati conformi** ai sensi del **Regolamento CE 1881/2006** in cui è riportato il tenore massimo **per il solo Benzo[a]pirene (10 µg/kg)** nei molluschi bivalvi e altri prodotti del mare.

✓ In 3 campioni provenienti dal comune di Bacoli la concentrazione di Benzo[a]pirene è risultata di poco inferiore al limite massimo consentito.



	Benzo[a]Pirene (µg/kg)	Σ di BaA, 5MC, BbF, BkF, DhA, IcP, DiP. (µg/kg)	Σ di Chr, DIP, DhP. (µg/kg)
Media	1.85	11.5	2.4
Mediana	1,36	10.2	0.7
Min	< LOQ	<LOQ	<LOQ
Max	9,3	38.7	17.7
SD	1.75	9.4	3.8

IPA appartenenti ai gruppi IARC 2A e 2B. L'ultima sommatoria è relativa agli IPA appartenenti al **gruppo 3 IARC**, cioè aventi probabile **azione sinergica** nella carcinogenesi.

Regolamento 1881/2006

Parte 6: Idrocarburi policiclici aromatici

Prodotti alimentari		Tenori massimi (µg/kg di peso fresco)
6.1	Benzo(a)pirene ⁽²⁵⁾	
6.1.1	Oli e grassi (escluso il burro di cacao) destinati al consumo umano diretto o all'impiego quali ingredienti di prodotti alimentari	2,0
6.1.2	Cami affumicate e prodotti a base di carni affumicate	5,0
6.1.3	Muscolo di pesce affumicato e prodotti della pesca affumicati ⁽²⁵⁾ ⁽²⁶⁾ , esclusi i molluschi bivalvi. Il tenore massimo si applica ai crostacei affumicati, escluse le carni scure del granchio e quelle della testa e del torace dell'aragosta e di grossi crostacei analoghi (<i>Nephropidae</i> e <i>Palinuridae</i>).	5,0
6.1.4	Muscolo di pesce ⁽²⁴⁾ ⁽²⁵⁾ non affumicato	2,0
6.1.5	Crostacei e cefalopodi non affumicati ⁽²⁶⁾ . Il tenore massimo si applica ai crostacei, escluse le carni scure del granchio e quelle della testa e del torace dell'aragosta e di grossi crostacei analoghi (<i>Nephropidae</i> e <i>Palinuridae</i>).	5,0
6.1.6	Molluschi bivalvi ⁽²⁶⁾	10,0
6.1.7	Alimenti a base di cereali e altri alimenti destinati ai lattanti e ai bambini ⁽⁷⁾ ⁽²⁷⁾	1,0
6.1.8	Alimenti per lattanti e alimenti di proseguimento, compresi il latte per lattanti e il latte di proseguimento ⁽⁸⁾ ⁽²⁷⁾	1,0
6.1.9	Alimenti dietetici a fini medici speciali ⁽⁹⁾ ⁽²⁷⁾ destinati specificamente ai lattanti	1,0

Proposta modifica Regolamento EC 1881/2006



EUROPEAN COMMISSION

Brussels,
C(2009) SANCO/10616/2009 rev. 5
(21.2.2011)

Draft

COMMISSION REGULATION (EU) No .../...

of

amending Regulation (EC) No 1881/2006 setting maximum levels for certain
contaminants in foodstuffs as regards polycyclic aromatic hydrocarbons

(Memorandum from Mr J. DALLI)

In cui sono proposti l'**abbassamento** del LM per il benzo[a]pirene nei molluschi bivalvi da 10.0 a 5.0 µg/kg e l'**introduzione** del LM negli alimenti per la somma di benzo[a]pirene, benzo[a]antracene, crisene e benzo[b]fluorantene; per i molluschi bivalvi, il valore proposto è di 30.0 µg/kg.

Confronto dei risultati della ricerca con i limiti proposti



ANNEX

The Annex to Regulation (EC) No 1881/2006 is amended as follows:

(1) Section 6: *Polycyclic aromatic hydrocarbons* is replaced by the following:

"6.1		Maximum levels (µg/kg wet weight)	
		Benzo(a)pyrene	Sum of benzo(a)pyrene, benzo(a)anthracene, chrysene and benzo(b)fluoranthene(*)
6.1.1	Oils and fats (excluding cocoa butter and coconut oil) intended for direct human consumption or use as an ingredient in food	2,0	10,0
6.1.2	Cocoa butter	5,0	35,0
6.1.3	Coco nut oil intended for direct human consumption or use as an ingredient in food	2,0	20,0
6.1.4	Smoked meat and smoked meat products; fried meat and fried meat products sold to the final consumer	5,0 until 31.8.2014 2,0 as from 1.9.2014	30,0 as from 1.9.2012 until 31.8.2014 12,0 as from 1.9.2014
6.1.5	Muscle meat of smoked fish and smoked fishery products ⁽²⁵⁾⁽³⁶⁾ excluding fishery products listed in points 6.1.6 and 6.1.7. The maximum level for smoked crustaceans applies to muscle meat from appendages and abdomen ^(new footnote from proposal 12069/2010) . In case of smoked crabs and crab-like crustaceans (<i>Brachyura</i> and <i>Anomura</i>) it applies to muscle meat from appendages.	5,0 until 31.8.2014 2,0 as from 1.9.2014	30,0 as from 1.9.2012 until 31.8.2014 12,0 as from 1.9.2014
6.1.6	Smoked sprats and canned smoked sprats ^{(**)(25)} (<i>sprattus sprattus</i>); bivalve molluscs	5,0	30,0

	Benzo[a]Pirene (µg/kg)	Σ di BaP, BaA, Chr, BbF (µg/kg)
Media	1.85	11.5
Mediana	1,36	10.2
Min	< LOQ	<LOQ
Max	9,3	38.7
SD	1.75	9..4

- Numero di campioni positivi per BaP (Campania): **5 / 44** (2.2%)
- Numero di campioni positivi per la somma (Campania): **3 / 44** (1.3%)

Collaborazione con altre UU.OO. – campioni provenienti da altre aree



Località	BaA	Chr	5-MC	BbF	BkF	BaP	DIP	DhA	IcP	DeP	DiP	DhP
Taranto	0,96	2,8	4,69	1,55	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Cagnano Varano	<LOQ	1,3	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Taranto	<LOQ	<LOQ	2,46	<LOQ	0,36	1,09	<LOQ	0,45	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Savelletri di Fasano	0,33	4	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Taranto	<LOQ	2,74	2,51	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Svignano sul Rubicone	<LOQ	3,61	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ
Trani	<LOQ	3	0,87	0,87	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ	<LOQ

È stata effettuata la determinazione degli IPA su 7 campioni provenienti dalla U.O. 8 – **IZS Puglia e Basilicata**.

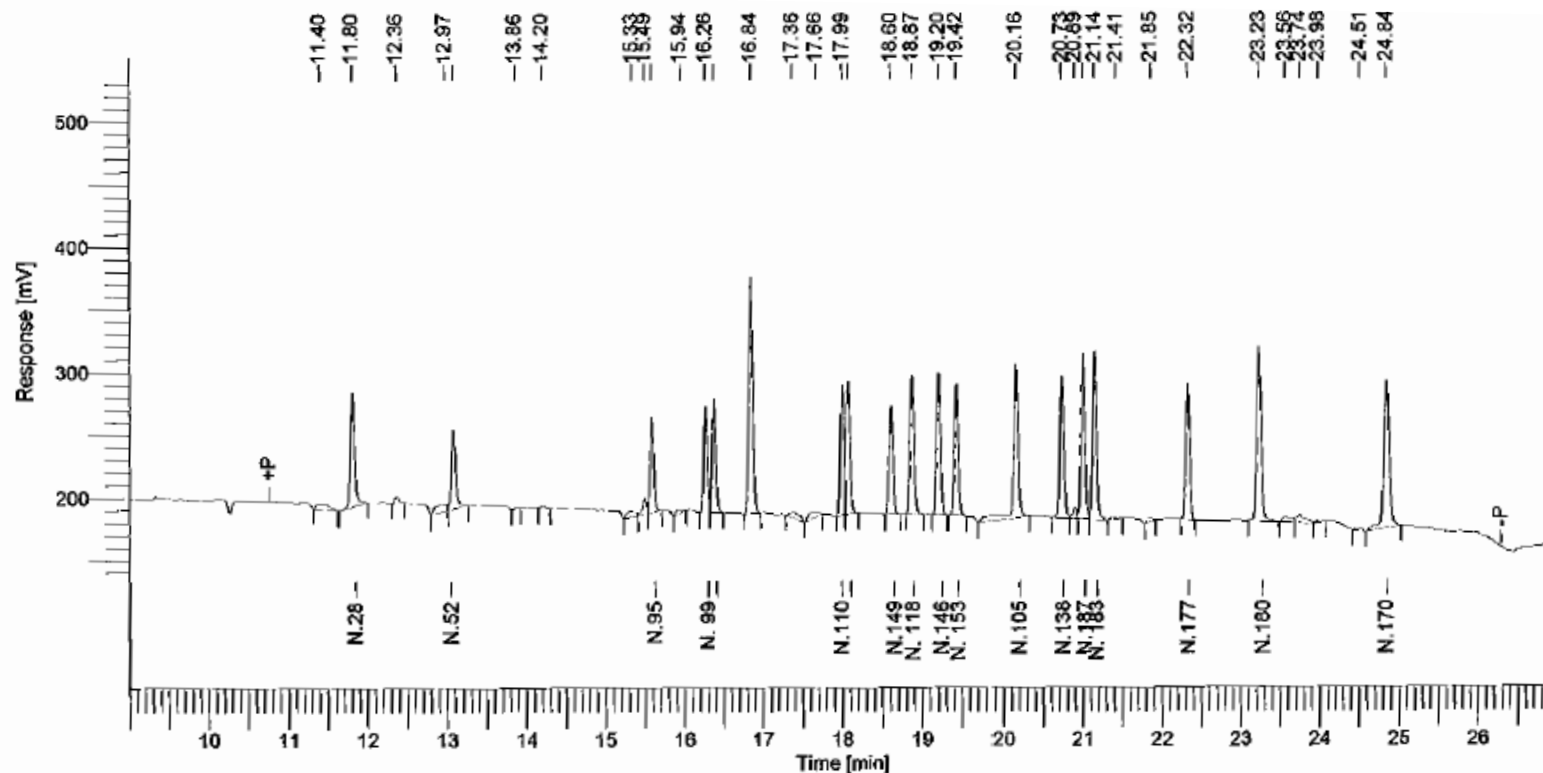
Policlorobifenili (PCB) – sviluppo del metodo e risultati del monitoraggio 2008-2009-2010



Preparazione del campione: estrazione dalla matrice, mineralizzazione e clean-up.

Determinazione: analisi gas-cromatografica con rivelazione a cattura di elettroni (GC-ECD) e standardizzazione esterna.

- Sono state effettuate **63 determinazioni** per la ricerca di 18 PCB “indicatori” in mitili, oltre alle prove effettuate ai fini della validazione del metodo (prova 6 PCB accreditata Accredia).
- Non esistono ancora livelli massimi per i ndl-PCB negli alimenti, in ogni caso, in tutti i campioni si sono riscontrati solo livelli di fondo, vicini al LOQ del metodo di analisi.
- Per la ricerca di tutti i **dioxin like-PCB** e delle **diossine** si è provveduto alla spedizione di alcuni campioni di mitili ad **altre UU.OO.** afferenti al progetto.



polichlorobifenili (PCB)

	Σ 18 PCB (ng/g)	Σ 6 NDL-PCB (ng/g)
media	6,81	2,73
mediana	4,94	2,23
min	nr	nr
max	26,42	13,29
sd	6,42	2,73

PCB ricercati:

28, 52, 95, 101, 99, 110, 151, 149,
118 (DL), 146, 153, **105 (DL)**, 138,
 187, 183, 177, 180, 170.

Proposta introduzione normativa NDL-PCB (DG SANCO 2009)



EUROPEAN COMMISSION
HEALTH AND CONSUMERS DIRECTORATE-GENERAL

Safety of the Food chain
Chemicals, contaminants, pesticides

Possible harmonized levels of non-dioxin-like PCBs (NDL-PCBs) in food of animal origin

In cui è proposta **l'introduzione** del LM negli alimenti **(75.0 ng/g per I mitili)** per la somma di 6 NDL-PCB indicatori, ovvero 28, 52, 101, 138, 153, 180.



European Food Safety Authority

EFSA Journal 2010; 8(7):1701

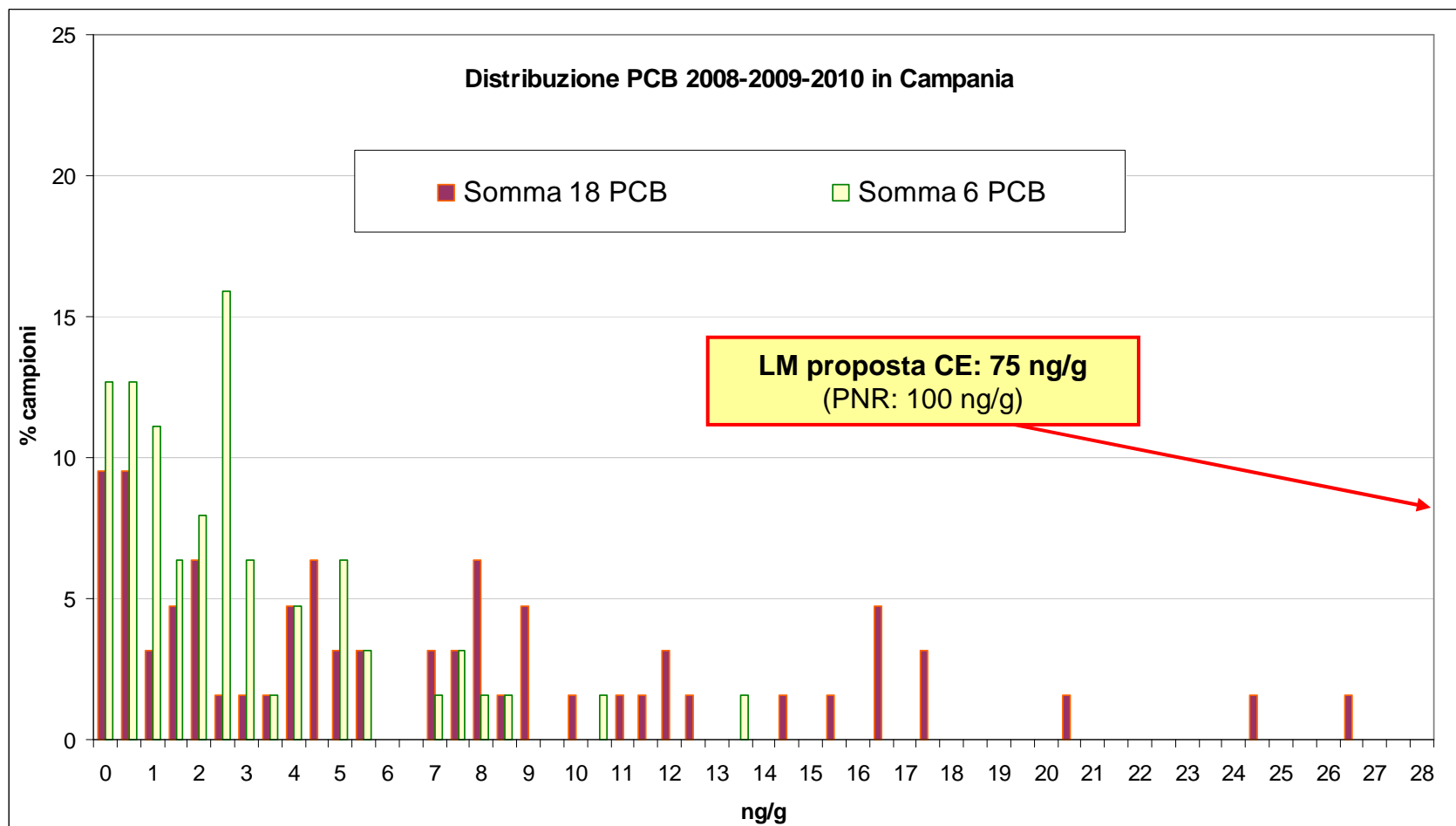
SCIENTIFIC REPORT OF EFSA

Results of the monitoring of non dioxin-like PCBs in food and feed¹

European Food Safety Authority^{2, 3}

European Food Safety Authority (EFSA), Parma, Italy

Confronto dei risultati della ricerca con i limiti proposti



PCDD/F e PCB-DL - risultati prove su MITILI

U.O. 6 – IZS Lazio e Toscana



	PCDD/F pg-WHO-TEQ/g wet weight (UPPER BOUND) LM 4.0 pg WHO-TEQ/g wet weight	PCB-DL pg-WHO-TEQ/g wet weight (UPPER BOUND)	PCDD/F + PCB-DL pg-WHO-TEQ/g wet weight (UPPER BOUND) LM 8.0 pg WHO-TEQ/g wet weight
IZSM n. 8235/08 Punta Terone - Bacoli (NA)	0,21	0,44	0,65
IZSM n. 8237/08 Punta Pennata - Bacoli (NA)	0,232	0,351	0,583
IZSM n. 8238/08 Varcaturò - Giugliano (NA)	0,174	0,658	0,832
IZSM n. 103567/08 Castel Volturno (NA)	0,352	0,807	1,16
IZSLT n. 10026341 Anzio (RM)	0,163	0,138	0,301

n ± I.M. = valore oltre il limite di azione, n ± I.M. = valore oltre LM

Regolamento 1881/2006

Parte 5: Diossine e PCB ⁽³¹⁾

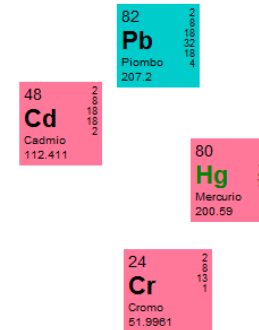
Prodotti alimentari		Tenori massimi	
		Somma di diossine (OMS-PCDD/F-TEQ) ⁽³²⁾	Somma di diossine e PCB diossina-simili (OMS-PCDD/F-PCB-TEQ) ⁽³²⁾
5.1	Carni e prodotti a base di carne (escluse le frattaglie commestibili) dei seguenti animali ⁽⁶⁾		
	— bovini e ovini	3,0 pg/g grasso ⁽³³⁾	4,5 pg/g grasso ⁽³³⁾
	— pollame	2,0 pg/g grasso ⁽³³⁾	4,0 pg/g grasso ⁽³³⁾
	— suini	1,0 pg/g grasso ⁽³³⁾	1,5 pg/g grasso ⁽³³⁾
5.2	Fegato degli animali terrestri di cui al punto 5.1 ⁽⁶⁾ e relativi prodotti derivati	6,0 pg/g grasso ⁽³³⁾	12,0 pg/g grasso ⁽³³⁾
5.3	Muscolo di pesce e prodotti della pesca e loro derivati, esclusa l'anguilla ⁽³⁵⁾ ⁽³⁴⁾ . Il tenore massimo si applica ai crostacei, escluse le carni scure del granchio e quelle della testa e del torace dell'aragosta e di grossi crostacei analoghi (<i>Nephropidae</i> e <i>Palinuridae</i>).	4,0 pg/g peso fresco	8,0 pg/g peso fresco
5.4	Muscolo di anguilla (<i>Anguilla anguilla</i>) e prodotti derivati	4,0 pg/g peso fresco	12,0 pg/g peso fresco
5.5	Latte crudo ⁽⁶⁾ e prodotti lattiero-caseari ⁽⁶⁾ , compreso il grasso del burro	3,0 pg/g grasso ⁽³³⁾	6,0 pg/g grasso ⁽³³⁾

Metalli pesanti – metodi di analisi



Metalli pesanti ricercati:

- Piombo
- Cadmio
- Mercurio
- Cromo totale (VI tossico + III)
- Arsenico totale (organico + inorganico)



Trattamento del campione: è unico per tutti i metalli. La mineralizzazione del campione è effettuata in forno a microonde in presenza di HNO_3 e H_2O_2 .

Determinazione: Analisi spettrofotometrica di assorbimento atomico con standardizzazione esterna. **Atomizzazione:** tecnica del fornello di grafite (Pb, Cd, Cr ed As) e della generazione di idruri (Hg).

Limiti massimi consentiti nei mitili (Regolamento CE 1881/2006):

✓ Pb → **1.5 mg/kg**

✓ Cd → **1.0 mg/kg**

✓ Hg → **0.5 mg/kg**

✓ Cr → assenza riferimento
normativo per cromo totale.

Metodi validati secondo i criteri
previsti dal **Regolamento CE
333/2007**. Accreditemento Accredia

Metalli pesanti – risultati del monitoraggio 2008-2010



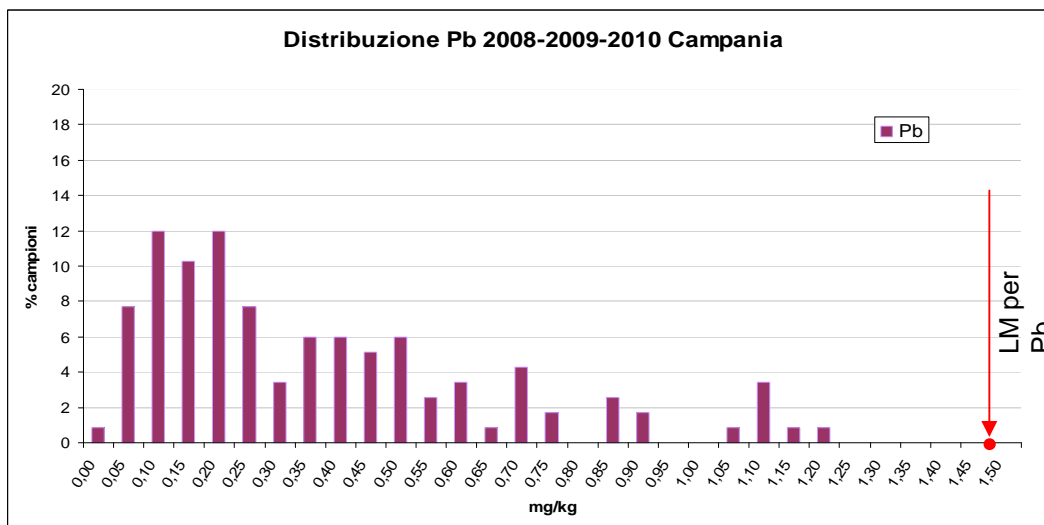
✓ Sono state effettuate **461** determinazioni per la ricerca dei metalli in mitili più **260** in campioni di **altre UU.OO.**

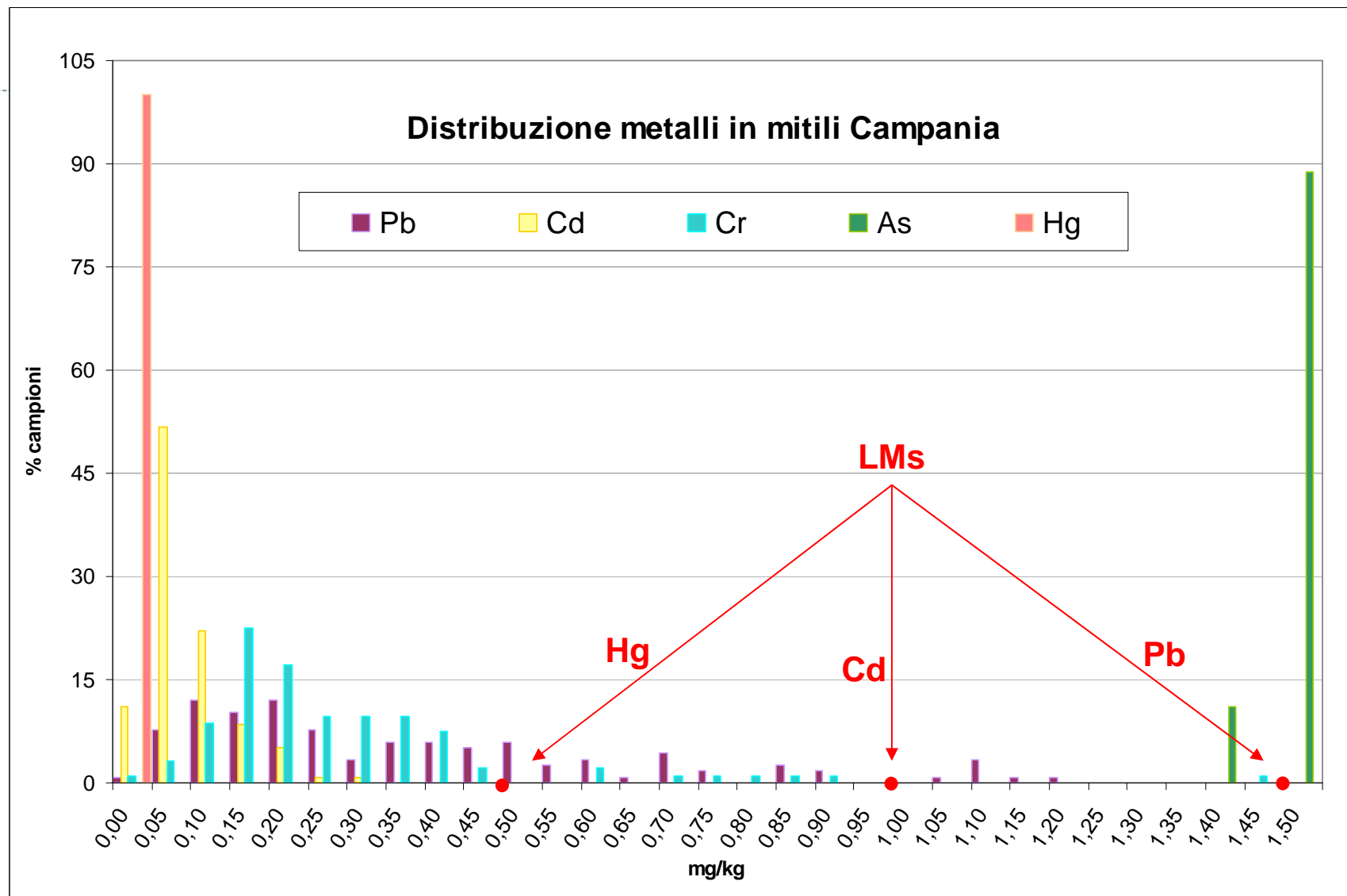
✓ **Tutti i campioni sono risultati conformi** ai sensi del **Regolamento CE 1881/2006**.

✓ **In diversi campioni** provenienti da zone fortemente urbanizzate la concentrazione di **piombo** si è avvicinata al limite massimo consentito pur restando al di sotto di esso.

✓ I valori del **cadmio** sono risultati sempre ad un **livello di fondo**, mentre il **mercurio** è risultato sempre **< LOQ**.

	Pb (mg/kg) 2008-2010	Cd (mg/kg) 2008-2010	Cr (mg/kg) 2008-2009	As (mg/kg) 2008	Hg (mg/kg) 2008-2010
n°	117	118	93	9	120
media	0,361	0,075	0,275	2,271	nr
mediana	0,270	0,061	0,219	2,149	nr
min	0,021	nr	nr	1,381	nr
max	1,165	0,288	1,460	3,910	nr
sd	0,279	0,054	0,213	0,747	nr





Regolamento 1881/2006

Parte 3: Metalli

Prodotti alimentari ⁽¹⁾		Tenori massimi (mg/kg di peso fresco)
3.1	Piombo	
3.1.1	Latte crudo ⁽⁶⁾ , latte trattato termicamente e latte destinato alla fabbricazione di prodotti a base di latte	0,020
3.1.2	Alimenti per lattanti e alimenti di proseguimento ⁽⁴⁾ ⁽⁵⁾	0,020
3.1.3	Carni (escluse le frattaglie) di bovini, ovini, suini e pollame ⁽⁶⁾	0,10
3.1.4	Frattaglie di bovini, ovini, suini e pollame ⁽⁶⁾	0,50
3.1.5	Muscolo di pesce ⁽²⁴⁾ ⁽²⁵⁾	0,30
3.1.6	Crostacei, ad eccezione delle carni scure del granchio, della testa e del torace dell'aragosta e di grossi crostacei analoghi (<i>Nephropidae</i> e <i>Palinuridae</i>) ⁽²⁶⁾	0,50
3.1.7	Molluschi bivalvi ⁽²⁶⁾	1,5
3.1.8	Cefalopodi (senza visceri) ⁽²⁶⁾	1,0
3.1.9	Cereali, legumi e leguminose	0,20
3.1.10	Ortaggi, esclusi quelli del genere Brassica, ortaggi a foglia, erbe aromatiche e funghi ⁽²⁷⁾ . Nel caso delle patate, il tenore massimo si applica alle patate sbucciate.	0,10

Regolamento 1881/2006

3.3	Mercurio	
3.3.1	Prodotti della pesca ⁽²⁶⁾ e muscolo di pesce ⁽²⁴⁾ ⁽²⁵⁾ , escluse le specie elencate al punto 3.3.2. Il tenore massimo si applica ai crostacei, escluse le carni scure del granchio e quelle della testa e del torace dell'aragosta e di grossi crostacei analoghi (<i>Nephropidae</i> e <i>Palinuridae</i>).	0,50
3.2	Cadmio	
3.2.1	Carni (escluse le frattaglie) di bovini, ovini, suini e pollame ⁽⁶⁾	0,050
3.2.2	Carne di cavallo, escluse le frattaglie ⁽⁶⁾	0,20
3.2.3	Fegato di bovini, ovini, suini, pollame e cavallo ⁽⁶⁾	0,50
3.2.4	Rene di bovini, ovini, suini, pollame e cavallo ⁽⁶⁾	1,0
3.2.5	Muscolo di pesce ⁽²⁴⁾ ⁽²⁵⁾ , escluse le specie elencate ai punti 3.2.6 e 3.2.7	0,050
3.2.6	Muscolo dei seguenti pesci ⁽²⁴⁾ ⁽²⁵⁾ : acciuga (<i>Engraulis species</i>) palamita (<i>Sarda sarda</i>) sarago fasciato comune (<i>Diplodus vulgaris</i>) anguilla (<i>Anguilla anguilla</i>) cefalo (<i>Mugil labrosus labrosus</i>) suro o sugarello (<i>Trachurus species</i>) luvaro o pesce imperatore (<i>Lutjanus imperialis</i>) sardina (<i>Sardina pilchardus</i>) sardine del genere <i>Sardinops</i> (<i>Sardinops species</i>) tonno e tonnetto (<i>Thunnus species</i> , <i>Euthynnus species</i> , <i>Katsuwonus pelamis</i>) sogliola cuneata (<i>Dicologlossa cuneata</i>)	0,10
3.2.7	Muscolo di pesce spada (<i>Xiphias gladius</i>) ⁽²⁴⁾ ⁽²⁵⁾	0,30
3.2.8	Crostacei, ad eccezione delle carni scure del granchio, della testa e del torace dell'aragosta e di grossi crostacei analoghi (<i>Nephropidae</i> e <i>Palinuridae</i>) ⁽²⁶⁾	0,50
3.2.9	Molluschi bivalvi ⁽²⁶⁾	1,0

Collaborazione con altre UU.OO. – campioni provenienti da altre aree



Campioni Veneto 2008-2009-2010

	Hg(mg/kg)	Pb(mg/Kg)	Cd(mg/Kg)	Cr(mg/Kg)
n°	28	28	28	28
media	0,047	0,016	0,001	0,132
mediana	nr	nr	nr	0,082
min	nr	nr	nr	0,004
max	0,230	0,094	0,033	0,861
sd	0,079	0,024	0,006	0,169

Campioni Lavagna 2008-2009-2010

	Hg(mg/kg)	Pb(mg/Kg)	Cd(mg/Kg)	Cr(mg/Kg)
n°	20	20	20	20
media	0,022	0,076	0,001	0,097
mediana	nr	0,062	0,000	0,052
min	nr	nr	nr	0,000
max	0,223	0.217	0,019	0,452
sd	0,055	0,068	0,004	0,113

Campioni Porto Venere 2008-2009-2010

	Hg(mg/kg)	Pb(mg/Kg)	Cd(mg/Kg)	Cr(mg/Kg)
n°	17	17	17	17
media	0,035	0,088	0,002	0,025
mediana	nr	0,064	0,000	0,006
min	nr	nr	nr	nr
max	0,199	0,252	0,037	0,147
sd	0,065	0,083	0,009	0,038

Determinazione dei metalli pesanti
su 65 campioni di branzino inviati
dall'U.O. 13 – **Università degli Studi
di Genova**

Risultati indagine virologica



	N. campioni	Positività mitili Campania	Risultati Controllo Ufficiale
Epatite A Virus	115	15% (17/115)	tutti gli allevamenti conformi
Norovirus	115	22% (19/115)	tutti gli allevamenti conformi
Rotavirus	115	60% (69/115)	tutti gli allevamenti conformi

Positività riscontrate

Tipologie di coinfezione

Campioni positivi	coinfezione Epatite A	coinfezione Norovirus	coinfezione Rotavirus	tutti
Epatite A Virus	29 % solo	6%	41%	24%
Norovirus	5%	16% solo	63%	16%
Rotavirus	13%	15%	68% solo	4%

Sommario e conclusioni



- Il lavoro di ricerca ha portato alla messa a punto, validazione ed accreditamento con l'Ente di Accreditamento Nazionale "Accredia" i metodi analitici per la determinazione di IPA, NDL-PCB, Pb, Cd, Hg, Cr ed As in mitili.
- Sui 145 campioni raccolti nel periodo 2008-2010 sono state effettuate 44 determinazioni di IPA (più 7 su campioni provenienti da altre aree), 63 determinazioni di NDL-PCB e 461 determinazioni di metalli pesanti (più 260 su campioni provenienti da altre aree).
- I risultati delle analisi effettuate mostrano una **generale contaminazione di fondo dei mitili oggetto del monitoraggio per tutti gli analiti ricercati**, ad eccezione del mercurio che è risultato sempre < LOQ.

In particolare:

- ✓ Livelli apprezzabili di **Benzo[a]pirene** ed in generale di tutti gli IPA ricercati sono stati riscontrati in mitili di zone ben localizzate come le acque del comune di Bacoli.
- ✓ Livelli apprezzabili di **piombo** sono stati riscontrati in **diverse zone** aventi come caratteristica comune una forte urbanizzazione.
- ✓ I livelli sia di Benzo[a]pirene che di piombo, tuttavia, non hanno mai ecceduto i rispettivi **limiti massimi consentiti** dalla normativa vigente.

Divulgazione dei dati



Lavori pubblicati (ordine cronologico)

- 1) “Contaminazione da idrocarburi policiclici aromatici nei mitili allevati in impianti della Campania”. *Industrie Alimentari*, anno 47, n.482, luglio 2008.**
- 2) “Optimisation and validation of an HPLC method for determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in mussels”. *Food Chemistry*, 122 (2010), 920–5.**
- 3) “Levels of heavy metals, PAHs and PCBs in *Mytilus galloprovincialis* from classified production areas”. *Fresenius Environmental Bulletin*, 19 (2010), iussue 10a, 2292-6.**

Divulgazione dei dati



Partecipazione a convegni (ordine cronologico)

- 1) ***“Controllo sanitario dei molluschi bivalvi prodotti in Campania: monitoraggio chimico e virologico”***. Guadagnare salute: i progressi delle aziende sanitarie in Italia. Napoli, 24-25 settembre 2009.
- 2) ***“Levels of heavy metals, PAHs and PCBs in *Mytilus galloprovincialis* from classified relaying and production areas”***. MESAEP 15th International Symposium on Environmental Pollution and its Impact on Life in the Mediterranean Region. Bari, 7-11th October 2009.
- 3) ***“Livelli di policlorobifenili e metalli pesanti in *Mytilus galloprovincialis* allevati e commercializzati nella Regione Campania”***. Contributo orale all’ VIII Congresso Nazionale di Chimica degli Alimenti “Qualità e Tipicità degli Alimenti Mediterranei: Alimentazione e Salute” 20-24 Settembre 2010, Marsala (TP)
- 4) ***“Studio delle variazioni dell’enzima catalasi in spigole allevate”***. 83° Convegno Nazionale della Società Italiana di Biologia Sperimentale “Ambiente, Salute, Nutrizione”. Genova 21-23 ottobre 2010.



Grazie per l'attenzione !