



Istituto Zooprofilattico Sperimentale
del Lazio e della Toscana M. Aleandri

" Buone Pratiche in Sicurezza Alimentare "

Metodi analitici chimici nel controllo ufficiale degli alimenti

Roma, 14 maggio 2019 - Aula Zavagli

Bruno Neri - Responsabile UOC Chimica - IZSLT



La piramide del sistema dei controlli per la sicurezza alimentare

Decreto Legislativo n.193 del 2007

Commissione Europea
(Food Veterinary Office)



La rete degli Istituti Zooprofilattici



10 Istituti Zooprofilattici Sperimentali

- Analisi bromatologica e nutrizionale
- **Additivi, ingredienti, aromi naturali**
- Promotori della crescita e analisi dei residui di farmaci;
- **Contaminanti ambientali (elementi chimici, diossine, PCB, IPA, ecc.);**
- Micotossine e biotossine marine;
- **Pesticidi;**
- Stati di conservazione;
- **Altri.**



La rete degli Istituti Zooprofilattici



e UNI-ISO17025 per i laboratori accreditati al fine di garantire risultati e servizi di laboratorio qualificati, riconosciuti ufficialmente dall'UE e da paesi terzi.

Analisi chimiche sono eseguite secondo linee guida specifiche, o decisioni della Commissione, riguardanti l'esecuzione di metodi analitici e l'interpretazione dei risultati



Istituto Zooprofilattico Sperimentale del Lazio e della Toscana (IZSLT)



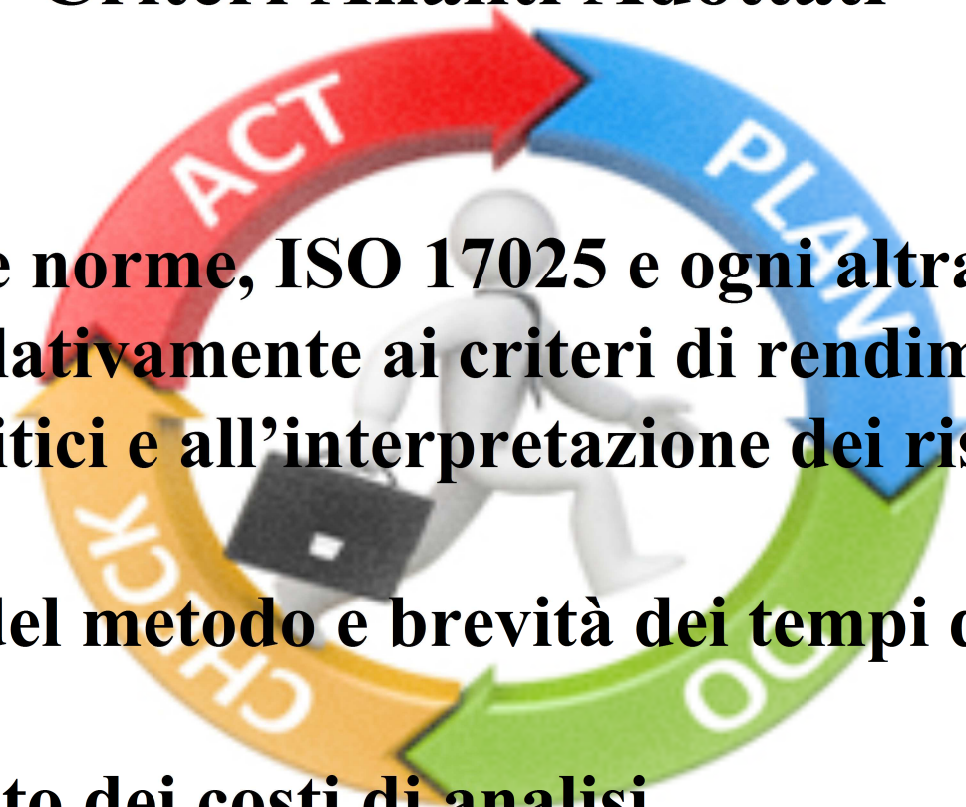
La sede legale si trova a Roma (RM) opera in collaborazione con tutte le sedi dell'Istituto presso Arezzo (AR), Firenze (FI), Grosseto (GR), Pisa (PI), Siena (SI) nella Regione Toscana;

Latina (LT), Viterbo (VT) e Rieti (RI) nella Regione Lazio.



Criteri Analiti Adottati

- **Accordo alle norme, ISO 17025 e ogni altra norma specifica, relativamente ai criteri di rendimento dei metodi analitici e all'interpretazione dei risultati**
- **Semplicità del metodo e brevità dei tempi di risposta;**
- **Contenimento dei costi di analisi.**

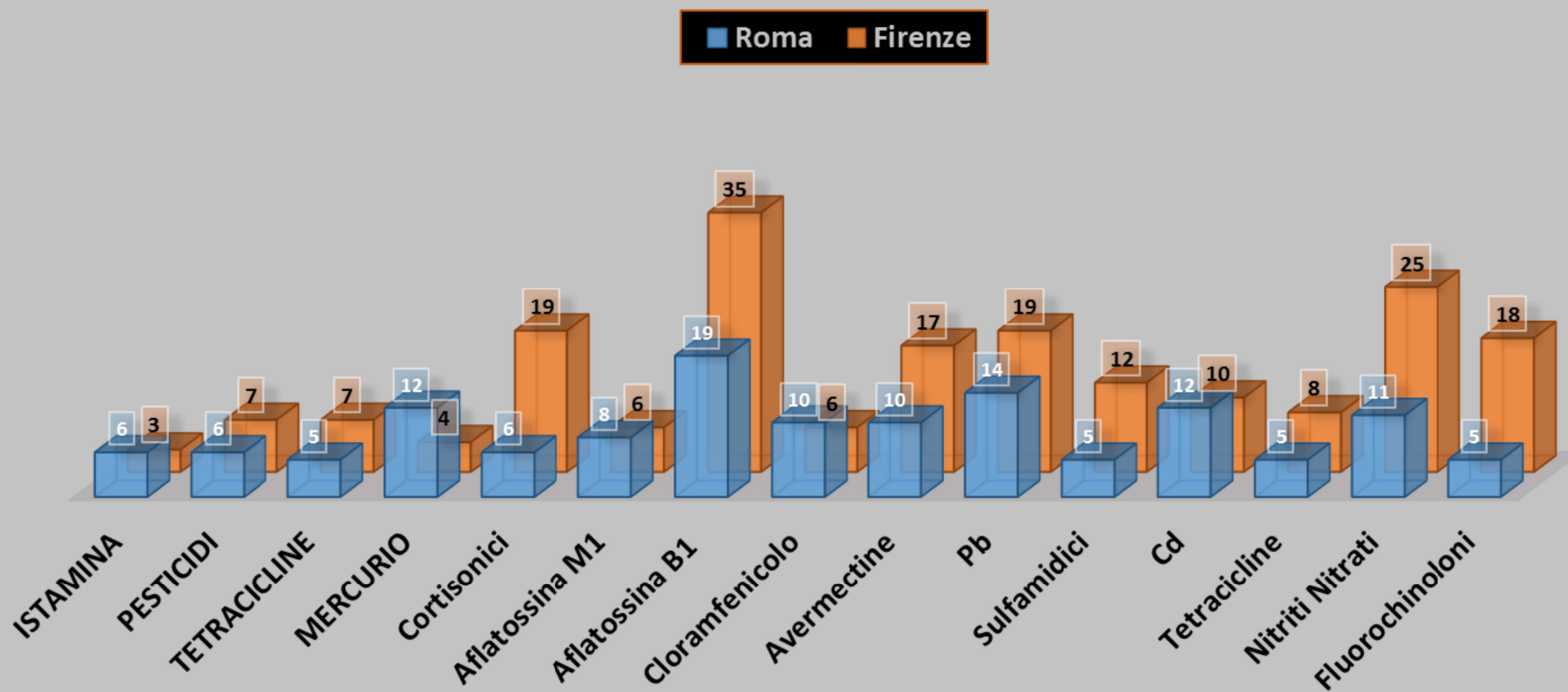


Procedure accreditate

	Roma	Firenze
n. POS accreditate	73	31
n. POS Screening/Conferma	70	19
n. POS solo Screening	3	12
n. POS Accreditamento flessibile	11	4



TEMPI REFERTAZIONE 2016-2017





Istituto Zooprofilattico Sperimentale
del Lazio e della Toscana M. Aleandri

Orientamenti normativi Commissione Europea e EFSA

Dall'ultima riunione del Gruppo Residui c/o Ministero della Salute

Il controllo ufficiale tende a diminuire la numerosità campionaria ma ad aumentare i quesiti diagnostici su ogni campione
(10 campioni sulfamidici + 10 campioni chinolonici → 18 campioni sulf.+chinol.)

Incentivati metodi multiresiduo già dal 2019



Contaminante

Nel Codex Alimentarius si definisce:

"contaminante" qualsiasi sostanza non intenzionalmente aggiunta all'alimento, ma che sia presente in esso come risultato del processo produttivo e dei processi di fabbricazione, trasformazione, preparazione, trattamento, imballaggio, trasporto o conservazione di tale alimento, o in seguito alla contaminazione ambientale. Non rientrano in questa definizione le materie estranee, quali frammenti di insetti, peli di animali ecc.

Regolamento (CEE) n. 315/93

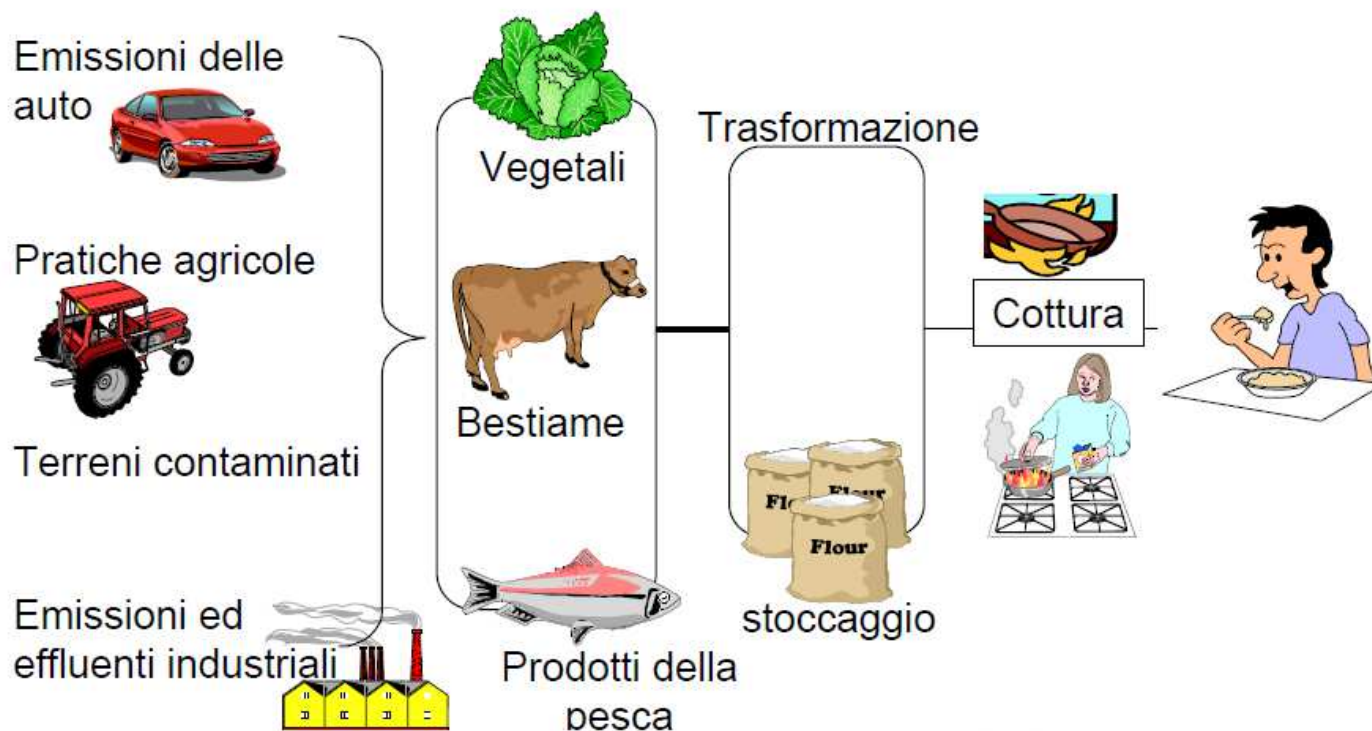


CONTAMINANTI CHIMICI NEGLI ALIMENTI

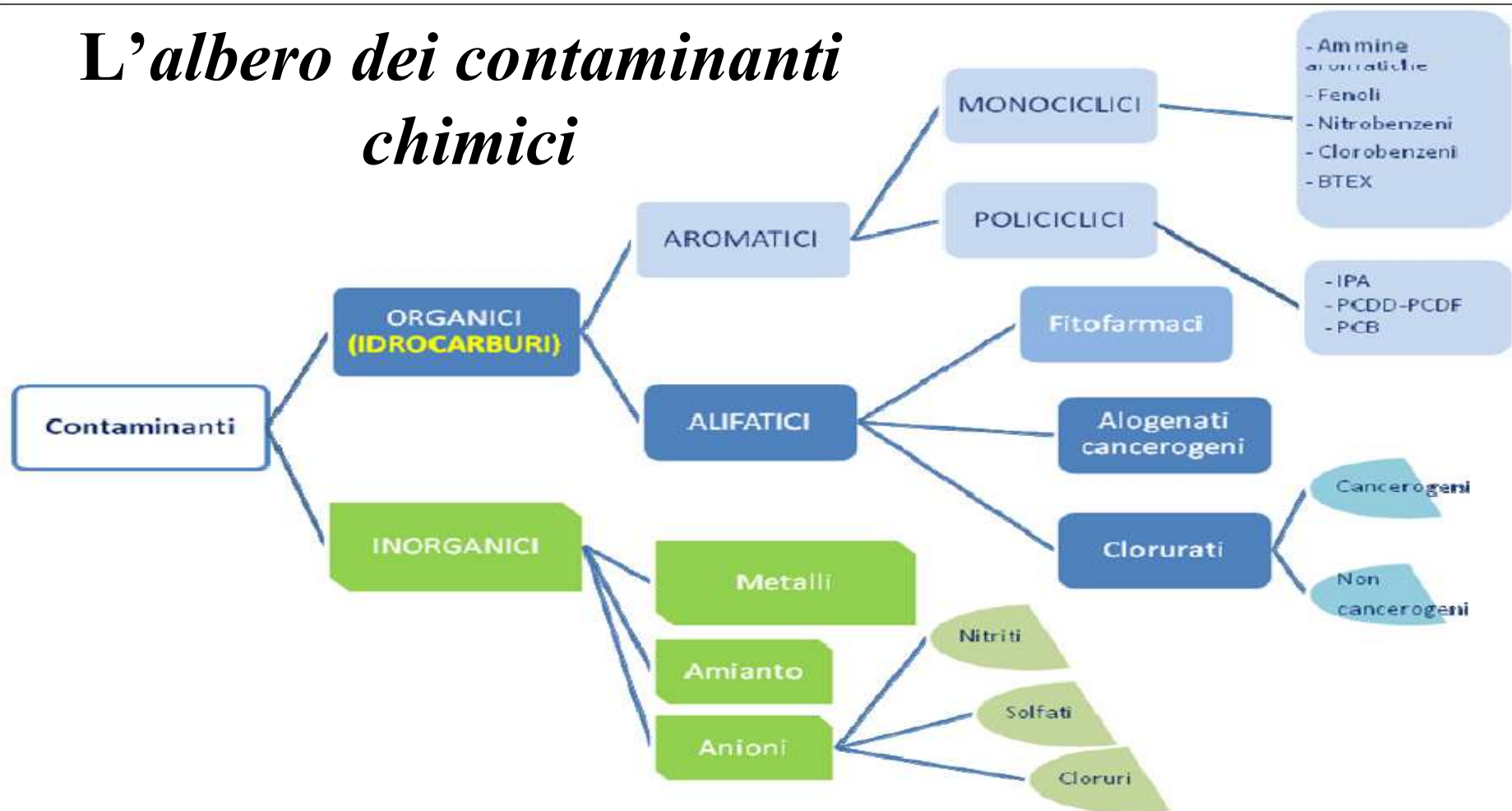
- Contaminanti industriali ed ambientali
- Contaminanti di derivazione biologica
- Contaminanti prodotti durante le lavorazioni
- Contaminanti dall'uso improprio di prodotti chimici in agricoltura
- Contaminanti dall'uso improprio di additivi



FONTI DI CONTAMINAZIONE DEGLI ALIMENTI

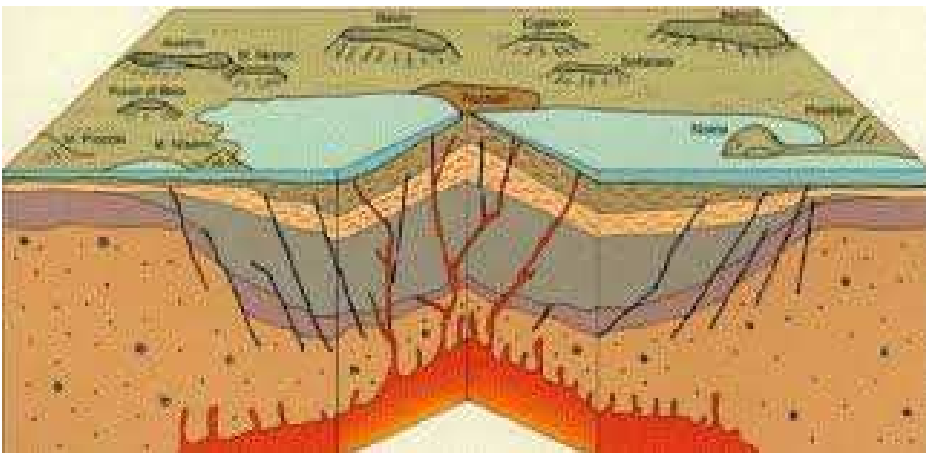


L'albero dei contaminanti chimici



Origine dei composti

Origine naturale (geologica)



Origine antropica.



Classificazione in base all'origine

Residui aggiunti : sono quelli derivanti dall'impiego di sostanze volontariamente aggiunte negli alimenti per migliorarne la loro qualità, conservabilità e salubrità, meglio noti come "additivi"

Residui neoformati : quelli che si formano in alcuni prodotti alimentari in seguito a trattamenti di natura fisica (calore, radiazioni, ecc.) oppure chimica a riconosciuta attività mutagena (Nitrosamine e amine eterocicliche che si formano per pirolisi delle proteine e di alcuni aminoacidi nella cottura degli alimenti o di idrocarburi aromatici policiclici durante l'affumicamento)



Residui di farmaci veterinari autorizzati

beta Lattamici
Cefalosporine
Sulfamidici
Tetracicline
Macrolidi

Ionofori
Amminoglicosidi
Chinoloni
Fenicoli

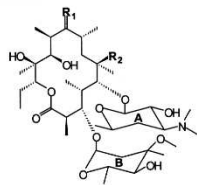
Fenomeni di farmaco resistenza



Residui di farmaci veterinari autorizzati

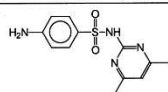
group ANT

macrolid antibiotics

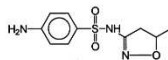


A = desosamine
B = cladinose (3-O-methylmycarose)
R₁ = O; R₂ = OCH₃
R₁ = O; R₂ = OH
R₁ = N-O-CH₂-CH₂-OCH₃; R₂ = OH

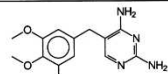
clarithromycin [81103-11-9]
erythromycin [114-07-8]
roxithromycin [80214-83-1]
sulfamethazine [57-68-1]



sulfamethoxazole [723-46-6]



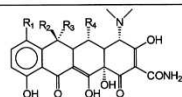
trimethoprim [738-70-5]



chloramphenicol [56-75-7]

group TET

tetracyclines



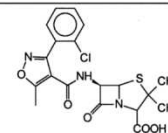
R₁ = Cl; R₂ = OH; R₃ = CH₃; R₄ = H
R₁ = H; R₂ = H; R₃ = CH₃; R₄ = OH
R₁ = H; R₂ = OH; R₃ = CH₃; R₄ = OH
R₁ = H; R₂ = OH; R₃ = CH₃; R₄ = H

chlortetracycline [57-62-5]
doxycycline [17086-28-1]
oxytetracycline [79-57-2]
tetracycline [60-54-8]

group PEN

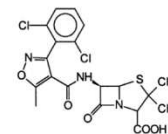
cloxacillin

[61-72-3]



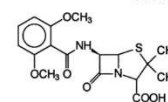
dicloxacillin

[3116-76-5]



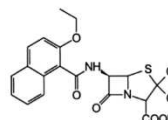
methicillin

[61-32-5]



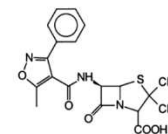
nafcillin

[147-52-4]



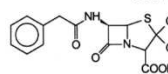
oxacillin

[66-79-5]



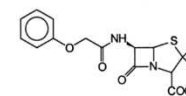
penicillin G

[61-33-6]



penicillin V

[87-08-1]



CONTESTO NORMATIVO

Regio decreto 27 luglio 1934, n. 1265: Testo Unico Leggi Sanitarie

394 articoli e otto tabelle allegate

Organizzazione dei servizi e degli uffici.

- **Esercizio delle professioni e delle arti sanitarie e di attività soggette a vigilanza sanitaria**
- **Dei regolamenti locali di igiene e sanità e di polizia veterinaria**



CONTESTO NORMATIVO

Legge 30 aprile 1962, n. 283

Modifica degli artt. 242, 243, 247, 250 e 262 del T.U. delle leggi sanitarie
approvato con R.D. 27 luglio 1934, n. 1265

**Disciplina igienica della
produzione e della vendita delle
sostanze alimentari e delle
bevande.**

Istituzione N.A.S.



Scandalo del vino al metanolo

Il fatto accadde il 17 marzo 1986 quando l'ingestione del prodotto adulterato causò l'avvelenamento e l'intossicazione di parecchie decine di persone, risiedenti in Lombardia, Piemonte e Liguria cui provocò danni personali gravissimi (cecità, danni neurologici) ed in 23 casi la morte.

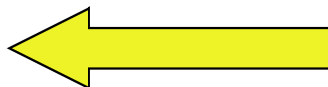


Le vittime avevano bevuto vino con aggiunta di dosi elevatissime di metanolo.



Alcune Emergenze

- **Diossine**
- **Boldenone**
- **MPA**
- **CAF**
- **Furanici**
- **Clenbuterolo**
- **Rosso Sudan**
- **ITX**
- **Aflatossine**
- **Melanina**
- **ITX**



Lo studio della frequenza delle emergenze avvenute negli ultimi anni evidenzia la necessità di concentrare e meglio indirizzare l'attenzione della sanità pubblica nel campo della ricerca dei residui di “*nuove*” molecole che potrebbero venire utilizzate.



FIPRONIL



LO SCANDALO “SOMATOTROPINA”

Blitz dei Nas: sequestrati 1.500 animali, 36 perquisizioni
Pericoli per i consumatori: "E' un ormone dannoso per l'uomo"

Sequestrati dai Nas di Napoli 9 allevamenti di bufale



NAPOLI - Mozzarelle di bufala agli steroidi. Migliaia di confezioni di anabolizzanti sono state sequestrate in nove allevamenti nel Casertano. Mille e cinquecento animali chiusi nelle stalle fino a nuovo ordine del magistrato. I carabinieri del Nucleo antisofisticazione di Napoli hanno eseguito 36 decreti di perquisizione (la Repubblica (9 ottobre 2006))



CRONACA

Antibiotici nel miele padovano

Inchiesta per commercio di alimentari nocivi, epicentro in provincia. Se ne occupa il Nas di Torino nel Trevigiano e in tutta Italia. Il ministro Zaia: «Tolleranza zero»

PADOVA — Principi attivi di antibiotici trovati nel miele che ogni giorno finisce sulle tavole degli italiani. È scritto in un rapporto dei carabinieri del Nas di Torino consegnato a Palazzo di Giustizia dopo perquisizioni in ogni angolo del Bel Paese. Per un'inchiesta, coordinata dal procuratore di Torino Raffaele Guariniello, che ha messo nei guai venti aziende di apicoltura in tutta Italia, la maggior parte con sede proprio nel Padovano. Nel mirino degli investigatori anche aziende delle province di Treviso, Udine e in quantità minore a Varese, Brescia, Alessandria e Torino (nella zona di Settimo Torinese), Sardegna, Lazio e Umbria.



Il miele potrebbe essere stato contaminato con agenti chimici (archivio)



L'evoluzione normativa

Dal controllo di prodotto al controllo di filiera

Introduzione dei limiti di residuo accettabili (LMR)

Criteri di prestazione analitici

Accreditamento dei laboratori

Controllo integrato



L'evoluzione normativa

Piani di monitoraggio

PNR (Piano Nazionale Residui)

PNAA (Piano Nazionale Alimentazione Animali)

PRIC (Piano Regionale Integrato dei Controlli)

PN Contaminanti Ambientali (SIN)

Piani specifici

Piano Fitosanitari

Piano Biotossine Algali

Piano Micotossine

Altro



Relazione sul controllo ufficiale di alimenti e bevande 2017

Ministero della Salute – Direzione Generale per l'igiene degli alimenti e la nutrizione – Ufficio 8

Tabella 1 Analisi su matrici di origine animale

Analiti	Alimenti di origine animale					Totale
	Carni e prodotti	Latte e prodotti lattiero caseari	Pesce e prodotti ittici	Uova e ovoprodotti	Sottoprodotti	
Allergeni	523	14	43	0	0	580
Ammine biogene	5	0	862	0	0	867
Contaminanti organici	1117	1339	1245	992	0	4693
Elementi chimici	659	233	3399	0	0	4291
Farmaci veterinari	1387	233	144	211	126	2101
Microrganismi	13187	13373	6681	674	0	33915
Nutrienti	1	1	0	3	0	5
Radioattività ed isotopi	2	0	0	0	0	2
Residui di pesticidi	201	20	6	39	21	287
Tossine	11	74	1067	0	0	1152
Totale complessivo	17093	15287	13447	1919	147	47893

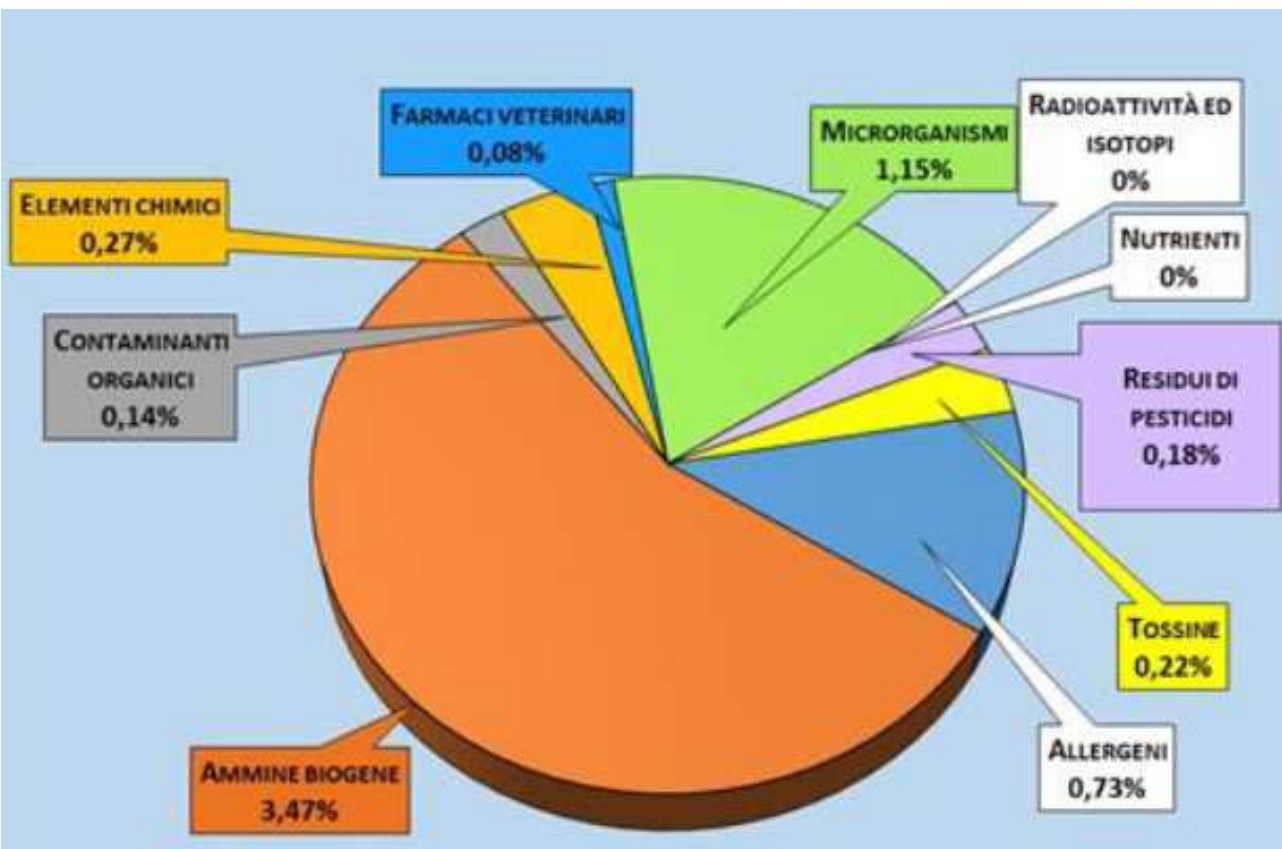


Tabella 6 – Non conformità riscontrate 2017

Tipologia di analita	Esami effettuati	Esiti "non conformi"	% non conformità
Allergeni	1.927	14	0,73%
Ammine biogene	921	32	3,47%
Contaminanti organici	10.628	15	0,14%
Elementi chimici	17.546	48	0,27%
Farmaci veterinari	3.826	3	0,08%
Microrganismi	80.516	926	1,15%
Nutrienti	151	-	0,00%
Radioattività ed isotopi	17	-	0,00%
Residui di pesticidi	1.678	3	0,18%
Tossine	1.340	3	0,22%
Totale	118.550	1.044	0,88%



Tabella 6 – Non conformità riscontrate 2017



fettuati	Esiti "non conformi"	% non conformità
1.927	14	0,73%
921	32	3,47%
10.628	15	0,14%
17.546	48	0,27%
3.826	3	0,08%
80.516	926	1,15%
151	-	0,00%
17	-	0,00%
1.678	3	0,18%
1.340	3	0,22%
118.550	1.044	0,88%



Non conformità nei prodotti alimentari 2017

Dall'esame delle tabelle 7-8-9-11 in tutte le matrici alimentari tendono a prevalere le **irregolarità di tipo microbiologico**.

Negli alimenti di origine animale e nei piatti pronti tali irregolarità hanno rappresentato rispettivamente il **90,05%** e il **88,05%** delle analisi irregolari totali,

Nei prodotti di **origine vegetale** irregolarità hanno rappresentato il **78,84%**.

Le analisi irregolari per gli **elementi chimici e le ammine biogene** si riscontrano prevalentemente nel settore del pesce e prodotti ittici dove sul totale delle irregolarità rappresentano.

Le irregolarità **per allergeni** sono state riscontrate prevalentemente nei prodotti di origine animale e vegetale e nei piatti pronti.



Top 10 number of notifications by notifying country 2017

Number of notifications counted for each combination of hazard/product category/notifying country.

hazard	product category	notifying country	notifications
Salmonella	poultry meat and poultry meat products	Netherlands	162
mercury	fish and fish products	Italy	98
aflatoxins	nuts, nut products and seeds	Netherlands	82
Salmonella	poultry meat and poultry meat products	Germany	73
flpronil	eggs and egg products	Italy	69
aflatoxins	nuts, nut products and seeds	Germany	66
Salmonella	poultry meat and poultry meat products	United Kingdom	58
aflatoxins	nuts, nut products and seeds	Italy	46
aflatoxins	nuts, nut products and seeds	Spain	42
absence of health certificate(s)	nuts, nut products and seeds	United Kingdom	32

I principali contaminanti

Contaminanti	Notifiche	
	2009	1° sem. 2010
Micotossine	678	311
Salmonelle	314	176
Additivi e coloranti	206	109
Metalli pesanti	182	79
Residui di fitofarmaci	172	160
Migrazioni in materiali a venire a contatto con gli alimenti	181	109
Residui di farmaci	134	28
Listeria	78	42
Altri parassiti	77	28
Istamina (casi di Istaminosi)	60	17
Larve di Anisakis	50	31
Escherichia coli – Coliformi fecali	37	11
Ipa-Benzopirene	24	9
Bacillo Cereus/Subtilis/Pumilius	19	7
Melamina	15	0
Diossine	14	6

Fonte: Ministero della Salute

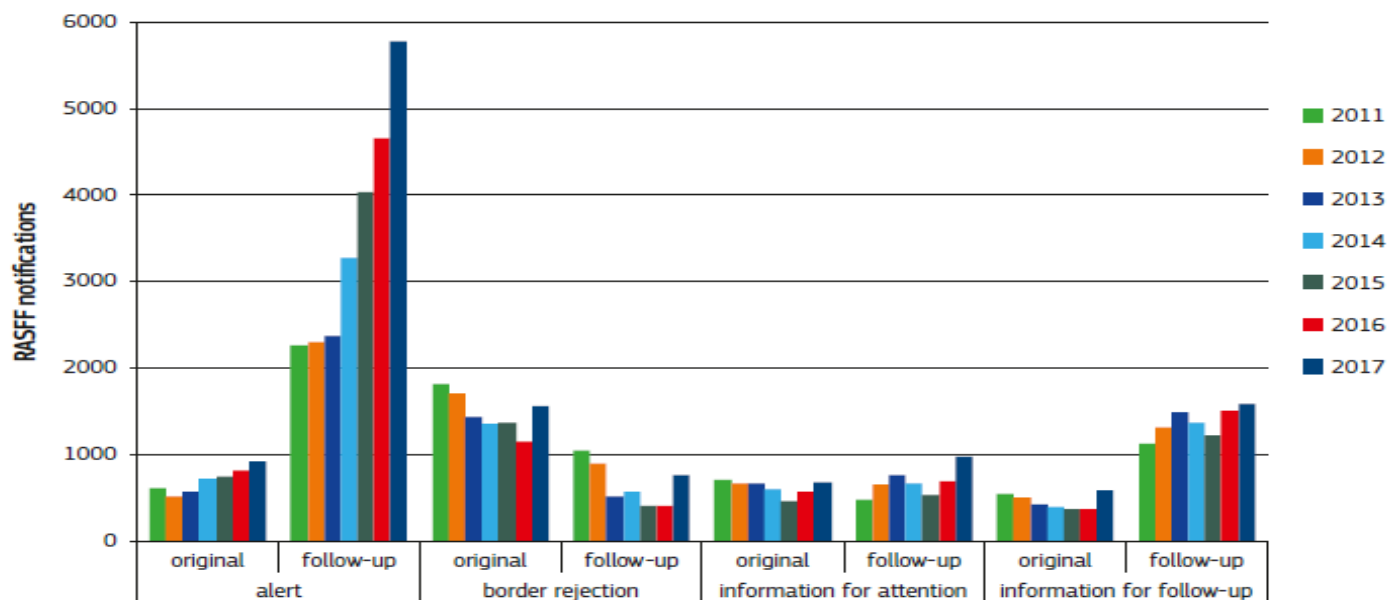


Evolution of the number of notifications

- by notification classification

Original notifications and follow-up

year	alert		border rejection		information for attention		information for follow-up	
	original	follow-up	original	follow-up	original	follow-up	original	follow-up
2011	617	2265	1820	1053	720	480	550	1126
2012	522	2312	1712	906	679	664	507	1325
2013	584	2376	1438	525	679	763	429	1493
2014	725	3280	1357	581	605	670	402	1377
2015	748	4028	1376	417	475	538	378	1222
2016	817	4659	1159	421	573	704	372	1504
2017	927	5781	1570	771	683	979	586	1586

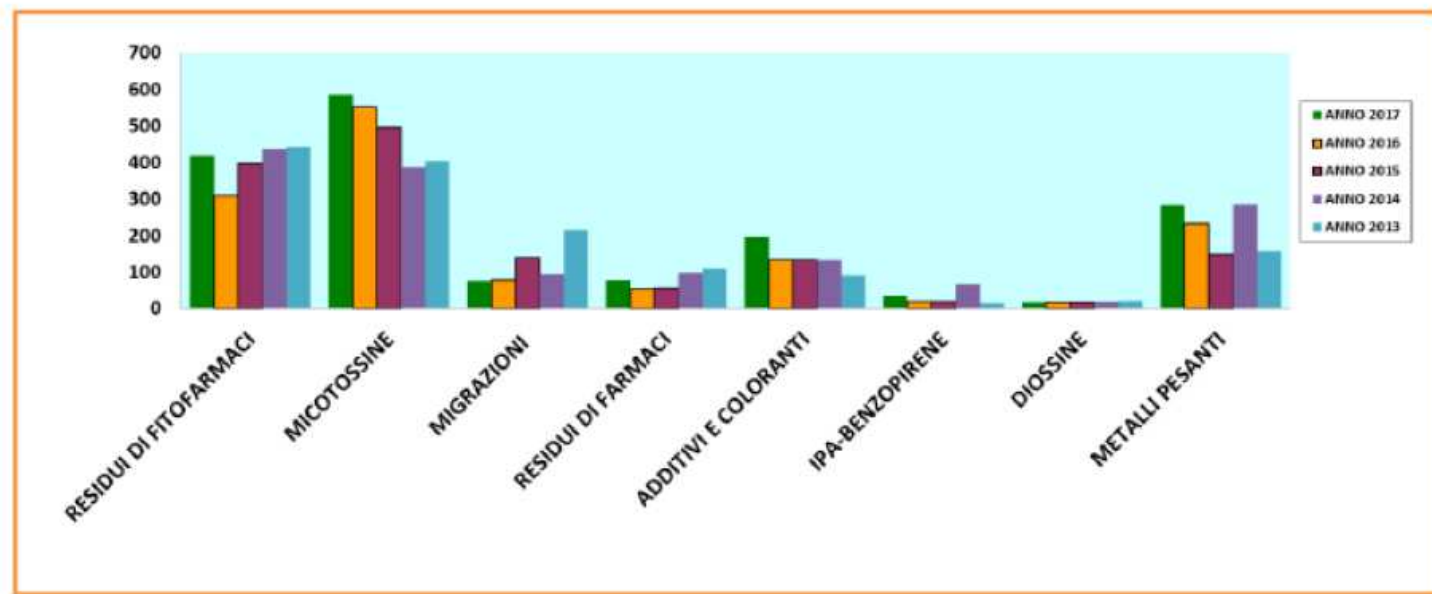


2017 notifications by hazard category and risk decision

hazard category	undecided	serious	not serious
adulteration / fraud	2	4	178
allergens	5	138	1
biocontaminants	1	57	2
biotoxins (other)	1	16	1
chemical contamination (other)	0		
composition	52	82	27
feed additives	0		
food additives and flavourings	17	37	125
foreign bodies	10	86	35
genetically modified food or feed	15	1	
heavy metals	29	240	15
industrial contaminants	6	38	26
labelling absent/incomplete/incorrect	3	16	9
migration	15	20	30
mycotoxins	3	577	1
non-pathogenic micro-organisms	8	5	46
not determined / other	3	6	
novel food	167	6	5
organoleptic aspects	8		23
packaging defective / incorrect	8	9	14
parasitic infestation	1	1	39
pathogenic micro-organisms	55	845	173
pesticide residues	51	172	115
poor or insufficient controls	12	4	99
radiation	1	2	8
residues of veterinary medicinal products	20	37	9



Figura 8.8 - Contaminanti chimici notificati in RASFF - Confronto anni 2013 - 2016



La maggior parte delle notifiche riguardanti le micotossine si riferisce alle aflatossine (545), seguite da ocratossina A (33), fumonisine (4) e DON (3).

Fonte: Ministero Salute





Istituto Zooprofilattico Sperimentale
del Lazio e della Toscana *M. Aleandri*

Campionamento



Tempi di risposta

- Per la ricerca delle sostanze appartenenti alla **categoria A (vietate)** e nel caso in cui sia stato disposto il sequestro cautelativo, i tempi analitici non devono superare orientativamente i **10 giorni lavorativi** dalla consegna del campione al laboratorio competente per territorio, salva la necessità di ulteriori approfondimenti analitici che andranno, comunque, effettuati in via prioritaria.
- Per le sostanze appartenenti alla **categoria B**, i tempi analitici non devono superare i **30 giorni lavorativi**, ad eccezione di quei campioni che necessitano il trasferimento ad altro laboratorio. L'eccezione prevista per i campioni trasferiti non è applicabile alle sostanze appartenenti al gruppo B1



Strategia di campionamento

L'attività svolta al fine di verificare la presenza di residui negli alimenti si articola su tre tipi di piano, denominati **“Piano”**, **“Extrapiano”** e **“Sospetto”**.

Si distinguono, inoltre, diverse tipologie di campionamento:

“mirato”,

“clinico-anamnestico”,

“a seguito di positività”,

“su sospetto isto-anatomo-patologico” e

“a seguito di MSU” (macellazioni speciale d'urgenza).

Tutti i campioni sono prelevati esclusivamente dai Servizi Veterinari delle ASL e sono sempre accompagnati dal Verbale di prelievo PNR debitamente compilato



Tipi di Piano

Piano: basato sul principio della programmazione nazionale;

Extrapiano: in aggiunta al Piano sulle specifiche necessità territoriali concordato da Regione con Ministero, in accordo con l'IZS territorialmente competente;

Sospetto: a seguito del riscontro di non conformità in campioni di tipo mirato da attività di Piano ed Extrapiano, o da Sospetto, clinico-anamnestico



Tipi di Piano

A seguito di MSU: rientrano in questa tipologia i campioni prelevati in caso di macellazione speciale d'urgenza (MSU), quando si preveda di far procedere l'iter di macellazione. Nel caso in cui si ritenga necessario abbattere il capo, escludendolo dalla macellazione e dal consumo, non si procede al campionamento.



Numero di aliquote

Il campione mirato **per la ricerca di sostanze autorizzate** o di contaminanti ambientali deve essere suddiviso **almeno in due aliquote parziali equivalenti**, ai sensi della decisione 98/179/CE.

Il campione mirato **per la ricerca di sostanze vietate e/o non autorizzate, di cortisonici, di sostanze antibatteriche compresi sulfamidici e chinolonici ed il campione su sospetto clinico-anamnestico, a seguito di positività o a seguito di MSU**, rappresenta un campione **da suddividersi in 4/5 aliquote**, ai sensi del DPR del 26 marzo 1980, n. 327. Un'aliquota viene consegnata al proprietario o detentore degli animali, una al titolare del macello e le altre tre sono inviate al laboratorio. Nel caso di **bulbi oculari e tiroidi**, stante l'impossibilità di effettuare detta suddivisione, il **campione sarà costituito da due sole aliquote**, entrambe avviate al laboratorio e **destinate una all'analisi di prima istanza e l'altra all'analisi di revisione**.



TIPO PIANO	PIANO	EXTRAPIANO	SOSPETTO			
TIPOLOGIA CAMPIONAMENTO	MIRATO	MIRATO	CLINICO-ANAMNESTICO	A SEGUITO POSITIVITÀ	MSU	ISTO-ANATOMO-PATOLOGICO
DESCRIZIONE	Campione prelevato sulla base della programmazione PNR	Campione prelevato sulla base della programmazione Extrapiano	Campione prelevato al di fuori delle programmazioni, sulla base di indizi sospetti	Campione prelevato a seguito di non conformità in un campione mirato di Piano od Extrapiano o per sospetto "clinico-anamnestico"	Campione prelevato in caso di macellazione speciale d'urgenza	Campione prelevato a seguito di segnalazioni di esiti diagnostici sospetti al test istologico
CAMPIONE DA SUDDIVIDERSI IN 4/5 ALIQUOTE	<p>SI (per la ricerca di sostanze vietate e/o non autorizzate, cortisonici, sostanze antibatteriche compresi sulfamidici e chinolonici);</p> <p>Negli altri casi, sulla base delle valutazioni del veterinario ufficiale prelevatore o su indicazione regionale</p>	<p>SI (per la ricerca di sostanze vietate e/o non autorizzate, cortisonici, sostanze antibatteriche compresi sulfamidici e chinolonici);</p> <p>Negli altri casi, sulla base delle valutazioni del veterinario ufficiale prelevatore o su indicazione regionale</p>	Obbligatorio	Obbligatorio	Obbligatorio	Obbligatorio
SEQUESTRO CAUTELATIVO	Sulla base delle valutazioni del veterinario ufficiale prelevatore o su indicazione regionale	Sulla base delle valutazioni del veterinario ufficiale prelevatore o su indicazione regionale	Obbligatorio	Obbligatorio	Obbligatorio	Obbligatorio





Il campionamento deve essere imprevisto, inatteso ed effettuato in momenti non fissi ed in giorni non particolari della settimana compresi sabato e domenica, anche in considerazione del fatto che molte sostanze hanno tempi di deplezione rapidi e potrebbero venire somministrati durante il fine settimana.

Nei macelli i campioni devono essere prelevati comprendendo tutte le giornate di macellazione e non sempre nello stesso giorno della settimana.



Modalità di Campionamento

- **eseguito da un pubblico ufficiale**
- **imprevisto, inatteso e in momenti non fissi**
- **in contenitori idonei, inviolabili e con univoci codici identificativi**
- **numero di aliquote in base alla tipologia di campionamento**

Fattori Ambientali

Ricerca aflatossina: successivamente a periodi con elevati tassi di umidità e calore

Ricerca antibiotici:

La stagionalità può richiedere l'utilizzo di specifici trattamenti terapeutici (beta lattamici, antiparassitari, ecc.) in determinati periodi dell'anno;

Ricerca verde malachite:

Nel primo periodo dell'allevamento e non sui prodotti in fase di finissaggio.



Modalità di Campionamento

In allevamento

Urina

Devono essere prelevati 30/50 ml di urina per ciascuna aliquota.

In allevamento il campione va prelevato mediante cateterismo vescicale o con contenitori montati su aste. Non è ammesso l'utilizzo di “mutande zootecniche o mutande di raccolta”.

Il contenitore montato sull'asta (pentolino) va ricoperto con sacchetto pulito di plastica monouso da cambiare per ogni animale campionato. Inoltre, il sacchetto di plastica va cambiato ogni volta in cui si contaminano con feci od altro materiale e qualora la minzione fosse insufficiente.

Non va fatto uso di diuretici



Modalità di Campionamento

Al Macello

Urina

In macello il prelievo va eseguito **direttamente dalla vescica** con siringa sterile.

Non devono essere mescolate urine di animali diversi.

Non deve essere fatto uso di diuretici per evitare un'eccessiva diluizione dei metaboliti e/o dei principi attivi da ricercare nelle urine.

Il campione **va posto** immediatamente in **contenitori** rigidi di polipropilene (PP) o **polietilene (PE)**, refrigerato e tenuto lontano dalla luce.

Nel più breve tempo possibile, va congelato per evitare modificazioni degli analiti (es. idrolisi dei coniugati in caso di controllo per il boldenone) e false negatività



Modalità di Campionamento

Siero/Plasma

Ciascuna aliquota deve essere costituita da almeno **10 ml di siero o plasma**. Per la ricerca di ormoni sessuali naturali è obbligatorio il siero, che deve esser esente da fenomeni di emolisi significativi.

Plasma, vanno prelevati **50-60 ml di sangue venoso** utilizzando provette **con anticoagulante (litio eparina)** che vanno centrifugate a **5000 giri per 5 minuti**.

Il plasma così ottenuto va distribuito in provette sterili senza additivi che possano interferire con l'indagine analitica

Siero, vanno utilizzate provette **senza anticoagulante** che vanno tenute in ambiente caldo fino all'avvenuta separazione del siero. **I campioni fortemente lipemici od emolizzati devono essere scartati.**



Modalità di Campionamento

Tessuto adiposo, muscolo, fegato, rene

Ciascuna aliquota deve essere costituita da 100 g di tessuto.

Per il tessuto adiposo, è preferibile prelevare il grasso perirenale

Latte

Ogni aliquota deve essere costituita da 200 ml di latte.

Uova

Ogni aliquota deve essere costituita da almeno 6 uova.

Miele

Ogni aliquota deve essere costituita da almeno 100 g.

Acqua di abbeverata, alimenti per animali

Le quantità da prelevare per ogni aliquota sono: 500 ml per l'acqua di abbeverata; 500 g per i mangimi; 200 ml per latte ricostituito e brode.



Tabella 4 - Quantità minime da prelevare per ciascuna matrice

Matrice	Quantità Minima per aliquota	Campione Globale (in caso di campione ai sensi del DPR 327/80)
urina	30/50ml	150/250 ml
siero/plasma	10 ml	50 ml
grasso, muscolo, fegato	100 g	500 g
rene	100 g	l'intero rene (entrambi in ovini e vitelli giovani)
bulbo oculare	1 bulbo	entrambi i 2 bulbi
tiroide	mezza tiroide	l'intero organo
pelo	2,5g	13 g
latte crudo, latte trattato	200 ml	1 lt
uova	6 uova	30 uova
miele	100g	500g
latte ricostituito, brode	200 ml	1 lt
medicinali veterinari prefabbricati su supporto liquido	20-25 ml	100-125 ml
premiscele medicate premiscele di additivi	20-25 g	100-125 g
mangimi, acqua	500 g/ml	2,5 kg (2,5lt)



Trattamenti illeciti

Tabella 7 - Tabella di Numerosità Campionaria

La tabella è ottenuta applicando la formula di Cannon & Roe sulla base dei seguenti parametri:

- livello di Confidenza (LC) = 99%
- prevalenza attesa o limite di prevalenza rilevabile = 20%

dimensione della partita	dimensione del campione
1-7	tutti i soggetti
8	7
9-11	9
12-16	11
17-23	13
24-35	15
36-62	17
63-178	19
179-infinito	21



Giudizio di regolarita'/irregolarita'

Il D.L.vo 336/99 definisce il trattamento illecito come *"l'utilizzo di sostanze o prodotti non autorizzati, ovvero di sostanze o prodotti autorizzati, a fini o condizioni diversi da quelli previsti dalle disposizioni vigenti"* e prevede l'obbligatorietà della registrazione dei trattamenti su appositi registri.

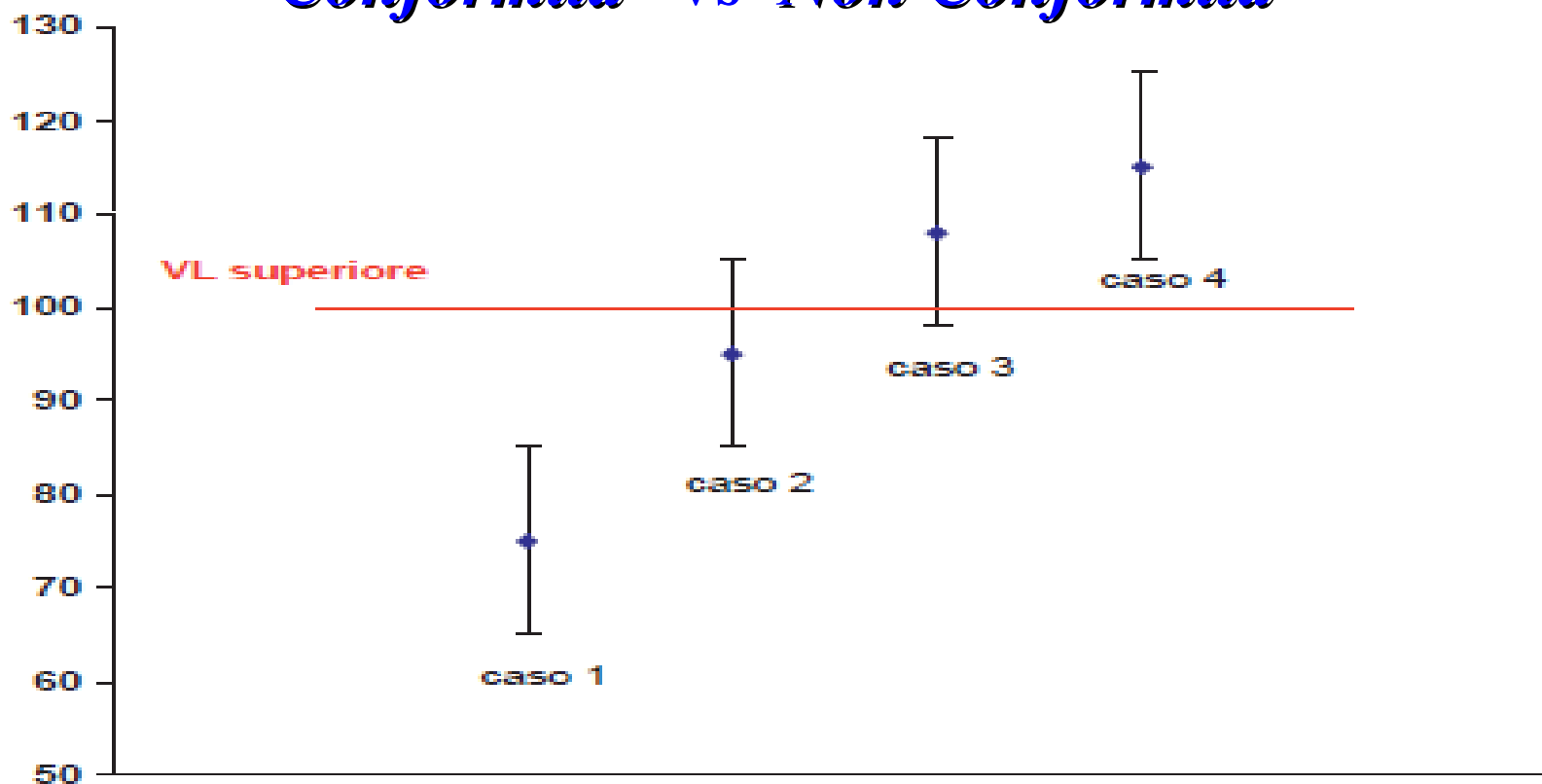
Il dato analitico fornito dal laboratorio costituisce solo una delle diverse informazioni che concorrono alla definizione del giudizio di regolarità/irregolarità del caso in esame.

Infatti, tale giudizio deriva da un insieme di valutazioni ed accertamenti, anche di tipo documentale.



Valutazione dato analitico

Conformità vs Non Conformità



Valutazione dato analitico

Conformità vs Non Conformità

La Dec. 2002/657/CE prevede dunque la non conformità al superamento **del Limite di DECISIONE CC α** : questa è una regola di decisione per non conformità, con bassa probabilità di falsa non conformità.

Per mezzo di questa regola di decisione **può essere definita una zona di rifiuto**.

L'inizio della zona di rifiuto **è** al LMR **più una quantità g**, denominata banda di guardia.

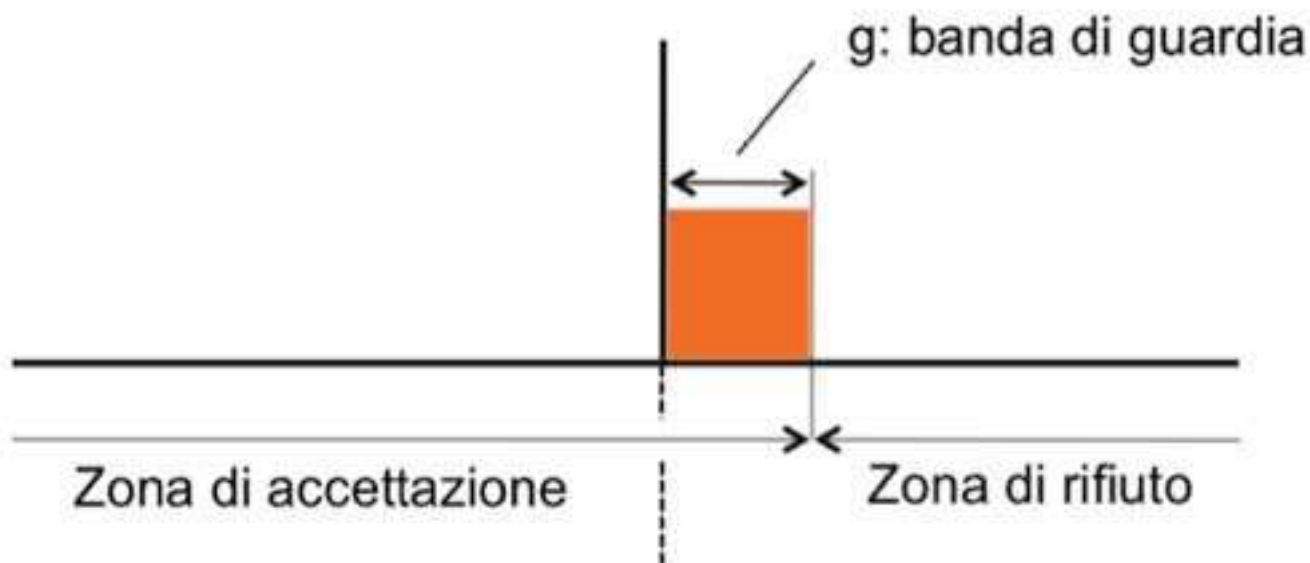
Il valore di **g** è scelto in modo tale che, per un risultato di misura maggiore o uguale a **L+g**, **la probabilità di una falsa non conformità è inferiore all'1%**



Valutazione dato analitico

Conformità vs Non Conformità

LMR



Stato di Conservazione

Qualora dall'esame organolettico emergano dubbi circa la freschezza dei prodotti della pesca, si può procedere al prelievo di campioni da sottoporre ad esami di laboratorio per determinare i livelli di azoto basico volatile totale (ABVT) per il prodotto Ittico o la determinare dei livelli di azoto basico totale (TVN) per le carni



Stato di Conservazione

Valori limite di azoto basico volatile totale (ABVT) è regolamentato per talune categorie di prodotti della pesca
Regolamento CE N. 1022/2008 che modifica il Regolamento CE n. 2074/2005

Categoria di specie	Limiti azoto/100 g di carne
Sebastes spp., Helicolenus dactylopterus, Sebastichthys capensis	25
Specie appartenenti alla famiglia dei Pleuronettidi (escluso l'halibut : Hippoglossus spp.)	30
Salmo salar,specie appartenenti alla famiglia Merluccidi,specie appartenenti alla famiglia Gadide	35



Stato di Conservazione

ISTAMINA

Il Regolamento 2073/2005 definisce i criteri microbiologici applicabili ai prodotti alimentari per alcuni microrganismi; definisce anche i criteri di sicurezza alimentare riguardanti l'istamina, e i piani di campionamento dei prodotti della pesca ottenuti da specie ittiche associate con un tenore elevato di istidina

Campionamento: 4/5 aliquote ciascuna di 9 unità campionarie



Elevato contenuto istidina:

Scombridae, Clupeidae, Engraulidae, Coryfenidae, Pomatomidae, Scombresocidae

REGOLAMENTO (CE) n. 2073/2005 DELLA COMMISSIONE

del 15 novembre 2005

sui criteri microbiologici applicabili ai prodotti alimentari

REGOLAMENTO (CE) N. 1441/2007 DELLA COMMISSIONE

del 5 dicembre 2007

che modifica il regolamento (CE) n. 2073/2005 sui criteri microbiologici applicabili ai prodotti alimentari

Categoria alimentare	Microorganismi/loro tossine, metaboliti	Piano di campionamento ⁽¹⁾		Limiti ⁽²⁾		Metodo d'analisi di riferimento ⁽³⁾	Fase a cui si applica il criterio
		n	c	m	M		
1.25 Prodotti della pesca ottenuti da specie ittiche associate con un tenore elevato di istidina ⁽¹⁶⁾	Istamina	9 ⁽¹⁷⁾	2	100 mg/kg	200 mg/kg	HPLC ⁽¹⁸⁾	Prodotti immessi sul mercato durante il loro periodo di conservabilità
1.26 Prodotti della pesca che hanno subito un trattamento di maturazione enzimatica in salamoia, ottenuti da specie ittiche associate con un tenore elevato di istidina ⁽¹⁶⁾	Istamina	9	2	200 mg/kg	400 mg/kg	HPLC ⁽¹⁸⁾	Prodotti immessi sul mercato durante il loro periodo di conservabilità



REGOLAMENTO (UE) N. 1019/2013 modifica l'allegato I del regolamento (CE) n.

2073/2005

1) il testo del punto 1.27 è sostituito dal seguente:

«1.27 Prodotti della pesca, tranne quelli appartenenti alla categoria alimentare 1.27 bis, che hanno subito un trattamento di maturazione enzimatica in salamoia, ottenuti da specie ittiche associate con un tenore elevato di istidina ⁽¹⁷⁾	Istamina	9 ⁽¹⁸⁾	2	200 mg/kg	400 mg/kg	HPLC ⁽¹⁹⁾	Prodotti immessi sul mercato durante il loro periodo di conservabilità»
--	----------	-------------------	---	-----------	-----------	----------------------	---

2) è inserito il seguente articolo 1.27 bis:

«1.27 bis Salsa di pesce prodotta mediante fermentazione di prodotti della pesca	Istamina	1		400 mg/kg	HPLC ⁽¹⁹⁾	Prodotti immessi sul mercato durante il loro periodo di conservabilità»
--	----------	---	--	-----------	----------------------	---





Istituto Zooprofilattico Sperimentale
del Lazio e della Toscana *M. Aleandri*

Grazie per l'attenzione

