

Materiali di Riferimento per l'Agroalimentare: stato attuale e prospettive

Claudia Zoani

Coordinatore METROFOOD-RI

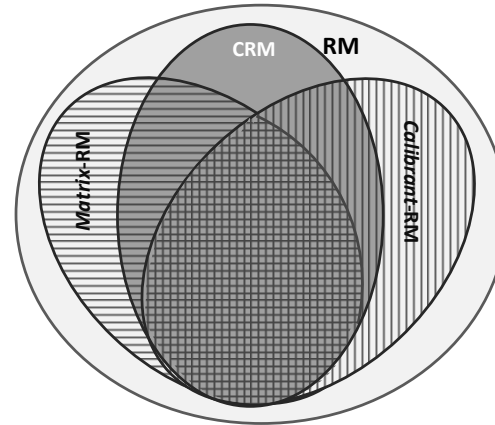
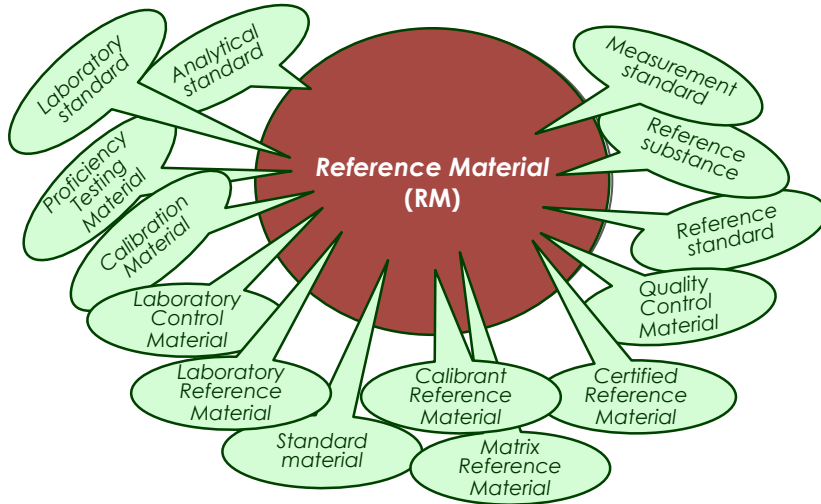


Dipartimento Sostenibilità dei Sistemi Produttivi e Territoriali
Divisione Biotecnologie e Agroindustria (SSPT-BIOAG)
C.R. Casaccia - Via Anguillarese 301, 00123 Roma

Materiali di Riferimento, progetti innovativi e sviluppi internazionali
al servizio della ricerca e dell'impresa – Affidabilità & Tecnologie 2019

15•02•2019 – Torino

Materiali di Riferimento



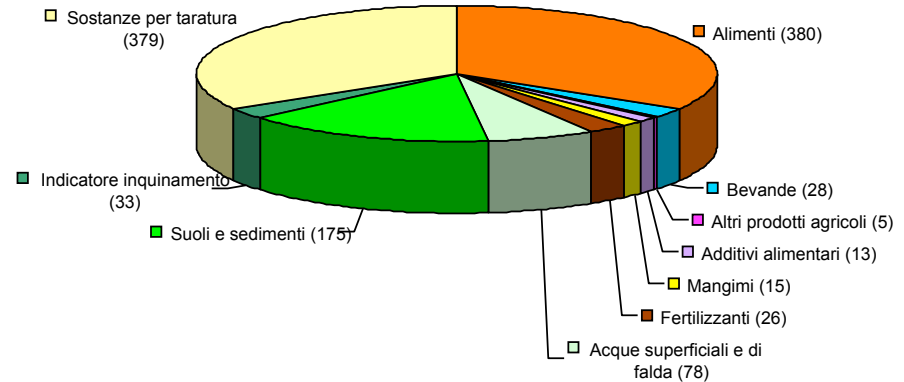
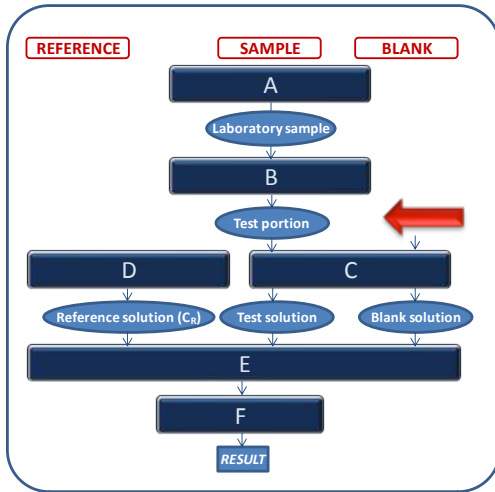
5.13 Materiale di riferimento (Reference Material, RM)

materiale sufficientemente omogeneo e stabile rispetto a proprietà specificate, che si è stabilito essere idoneo per l'utilizzo previsto in una misurazione o nell'esame di proprietà classificatorie

- ✓ **Materiale di Riferimento certificato (CRM)** = materiale di riferimento accompagnato da un documento rilasciato da un organismo di confacente autorità, nel quale sono riportati i valori di una o più proprietà specificate, con le corrispondenti incertezze, riferibilità e rintracciabilità, definite impiegando procedure valide (UNI-CEI 70099 – VIM, 5.14)
- ✓ I **Calibrant-RM** sono RM in cui il valore di una o più proprietà è metrologicamente riferibile, con un'incertezza idonea all'impiego per una specifica taratura, quindi, a differenza dei CRM, possono anche non essere accompagnati da un certificato conforme ai requisiti della Guida ISO-REMCO 31.
- ✓ I **Matrix-RM** sono materiali stabili ed omogenei per una o più proprietà, quanto più possibile simili – per composizione e stato chimico e chimico-fisico – ai campioni da analizzare, utilizzati in più fasi del processo di misurazione per diversi scopi, quali il controllo degli effetti-matrice, l'individuazione delle fonti di incertezza e i controlli di qualità.
(RM that is characteristic of a real sample - ISO REMCO Guide 30:2015)

Produzione attuale di RMs

Produzione attuale di RMs: ca. 10400 RM tot, di cui ca. 600 Matrix-RM per il settore agroalimentare



Necessità emergenti:

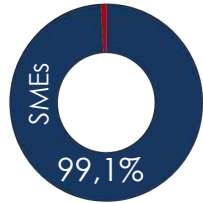
- determinazione di micotossine
- caratterizzazione di nanoparticelle
- tracciabilità di materie prime e prodotti
- identificazione di OGM

La sfida per il settore agroalimentare

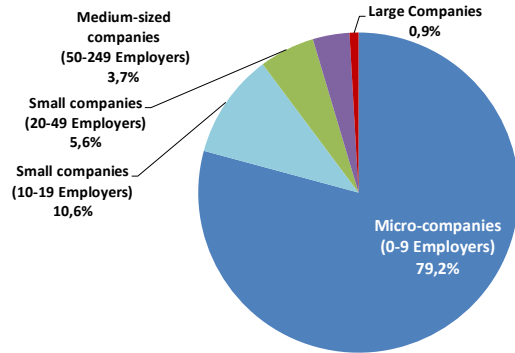
The EU food and drink industry is:

- The largest manufacturing sector in the EU (€ 1109 billion turnover and €110 billion of exports)
- The leading employer in the EU (4,57 million people employed)

289.000 Companies



Large companies
0,9%



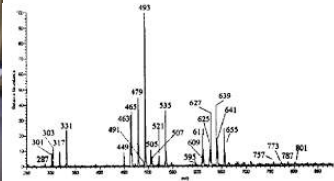
Source: FoodDrinkEurope, Oct.2018



Digital revolution

Gestione di datasets

Sistemi analitici avanzati



Approccio di filiera



Metrologia & Qualità & Sicurezza Alimentare



Cosa può fare un'Infrastruttura di Ricerca...

- ✓ Promuovere l'innovazione scientifica e tecnologica
- ✓ **Attrarre I ricercatori**
- ✓ Stabilire **ponti tra comunità di ricerca**
- ✓ Consentire il **training** dei ricercatori
- ✓ Facilitare la **condivisione di conoscenze**
- ✓ **Affrontare le sfide della ricerca, economiche e sociali**
- ✓ **Evitare duplicazione di sforzi**

ESFRI

Domain Health & Food

General objective: to enhance scientific excellence in the field of food quality & safety by promoting metrology in food and nutrition, allowing coordination on a European and increasingly on a Global scale.

TIMELINE

Roadmap Entry: 2018

Design Phase: 2015 -2017

Preparation Phase: 2018 -2021

Implementation/Construction: 2021 -2024

Operation: 2019-2043

MISSION

To enhance quality and reliability of measurement results

To make available and share data, information and metrological tools

To enhance scientific excellence in the field of food quality & safety

To strengthen scientific knowledge, promoting scientific cooperation and integration



Partnership



- IT
- BE
- CH
- CZ
- DE
- ES
- FI
- FR
- GR
- HU
- MD
- MK
- NL
- NO
- PT
- RO
- SI
- TR

48 Partners da
18 Paesi

Istituti di Ricerca

Università

Istituti
Metrologici
Nazionali

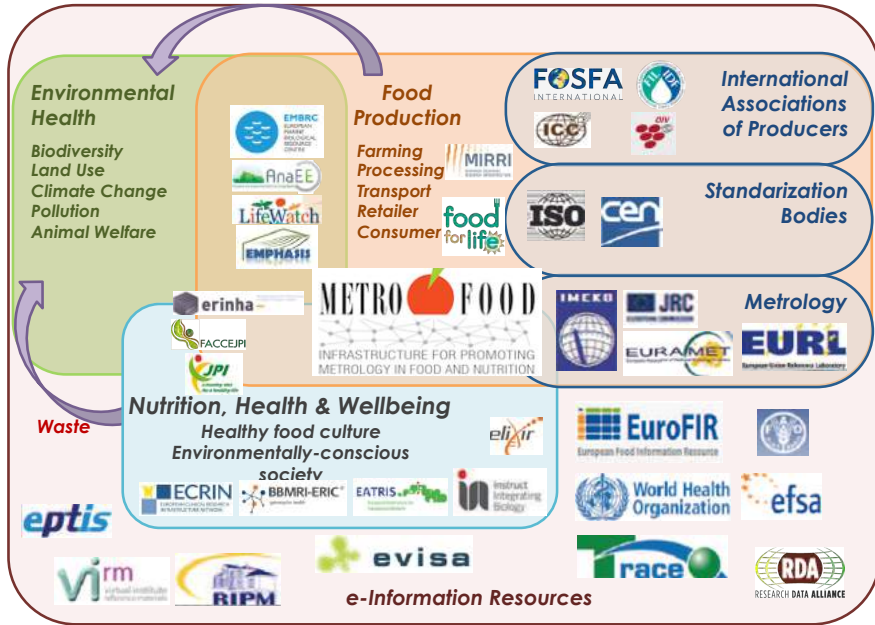
Istituti per la sicurezza
alimentare e la
protezione della salute

Laboratori per
l'analisi degli
alimenti

Aziende
private (1)



Posizionamento & Collaborazioni



Cooperating with:



www.foodauthenticity.uk

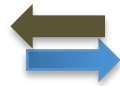
Supporto da Organizzazioni Internazionali

Cooperazioni a livello globale

Brazil		
Argentina		
South Africa		
Australia		
China		



Physical-RI



e-RI

Metro

Plants and Labs for RM development

- RM Preparation
- Stability and homogeneity studies

Analytical Labs.

- Sampling, pretreatment and storage
- Food composition and characterization
- Inorganic contaminants
- Organic contaminants
- Chemical and biological markers and profiles
- Microbiological analysis
- Development of sensors and devices
- Environmental Analysis
- Testing (rheological, leaching, etc.)
- Other



Food

Experimental fields/farms

- Crop production
- Animal breedings
- Fish farms

Facilities for food processing and storage

- Industrial processing
- Packaging
- Supply chain and storage
- Food preparation



Software development

- development of new databases
- Integration of existing databases
- graphical interfaces development
- database maintenance and updating

Data collection

Data analysis

Management of Interlaboratory tests

Diffusion and Training

- Reference Materials
- Official and Reference Methods
- Reference Laboratories
- Vocabularies, Guidelines and procedures
- PTs Providers
- Food composition
- Contaminants in food
- Food markers
- Characteristics of production areas and technologies
- Food consumption



Servizi di METROFOOD-RI

METROFOOD-RI - in piena armonia con I principi RRI – fornirà servizi distribuiti, agendo sul piano concreto della riferibilità e affidabilità delle misure e armonizzazione delle procedure, adottando l'approccio FAIR alla gestione dei dati



Metrological & Standardisation Services

Agro-ecosystem characterisation, Food analysis,
Food Packaging testing & characterisation

Services related to the improvement of Food
Production & Consumption

e-Services

Integrated
Services



Servizi di METROFOOD-RI

By specific service

(e.g. RM development; PT management)



By technique (e.g. NMR; MS)



By specific application

(e.g. mycotoxin analysis, isotope analysis, NP characterisation, SCC)



By food chain (dataBases, thesauri, best practices, etc.; e.g. cereals and cereal-based products; milk and dairy products; etc.)



Metrological and Standardisation Services

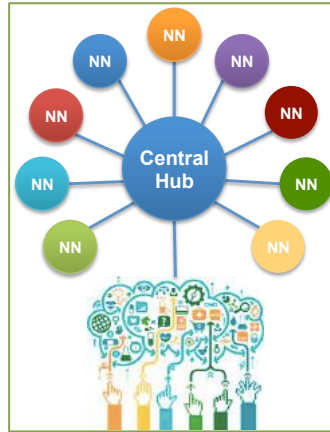
Agro-ecosystem characterisation, Food analysis, food packaging testing and characterisation

Services related to the improvement of Food Production and Consumption

e-services

Integrated services

Potenziali Utenti & Accesso



User registration system

welcome desk and customer (user) center supporting users for service request, orientation to the most appropriate service(s), instructions for access, etc.; dedicated interfaces

Physical



Remote



Virtual



Diverse interfacce per le diverse categorie di utenti

Excellence-driven access

Market-driven access

Wide access



Stakeholder Forum

EU Level	National Level
	Eurachem
	EMPHASIS
	EuroFIR
	MoniQA
	OLEUM
	SAFE Consortium
	NMKL - NordVal Int.
	ICAR
	SPES GEIE
	FNH-RI
	SEEN-FSQC
	Accredia (IT)
	CRUI (IT)
	SISSG (IT)
	Cluster Agrifood (IT)
	ASSITOL (IT)
	Federbio (IT)
	Federconsumatori (IT)
	TPF4L-SP/FIAB (ES)
	ELIKA (ES)
	ACTIA (FR)
	BFR (GE)
	MRI (GE)
	Milchprüfing Bayer (GE)
	EFOSZ (HU)
	OPM (MK)
	FVA (MK)
	MAP (MK)
	NVWA (NL)
	Qlip (NL)
	OdN (PT)
	OIKOS (PT)
	USAMV-FB (RO)
	TPF4L-RO (RO)
	INFOCONS (RO)
	SKM (SI)
	HMD (HR)

Outputs & Impatti

Promuovere l'eccellenza e l'interoperabilità

Abilitare il settore agroalimentare alla digitalizzazione e internazionalizzazione

- **Aumento** dell'affidabilità, e della qualità dei prodotti
- **Riduzione della vulnerabilità** della filiera a frodi e contraffazioni
- Costruire **competitività su basi oggettive**
- Promozione della **food defence**
- Rafforzamento dell'**internazionalizzazione**
- Sviluppo di **nuovi prodotti**
- Implementazione di **nuove tecnologie**
- Sviluppo di **sistemi integrati di tracciabilità cooperativa**
- Aumento della fiducia dei **consumatori**
- **Best practices** lungo l'intera filiera
- **Riduzione dei rifiuti/scarti**

Approccio integrato alla
Qualità & Sicurezza alimentare

Miglioramento della sicurezza, salubrità
e sostenibilità delle produzioni

Verso obiettivi convergenti...



Allineare ricerca & innovazione ai valori, necessità e aspettative dell'intera Società

L'area "METRO": nuovi metodi e dispositivi & Materiali di Riferimento

Laboratori analitici

Analisi chimiche, fisiche e (micro)biologiche (chemical, physical, and (micro)biological) e testing (reologici, di lisciviazione, etc.) di alimenti ed altre matrici di interesse (es. Matrici ambientali, packaging, FCMs)

> 130 facilities distribuite



Sviluppo, validazione e applicazione di metodologie analitiche, sviluppo di sistemi portatili per il controllo e la valutazione della qualità & sicurezza alimentare in situ, durante il processo e la distribuzione/vendita (on line) e a livello domestico (post-vendita)

Facilities per lo sviluppo e produzione di RM



- ◇ customized RMs
- ◇ Attività di R&D (RM innovativi)

16 facilities specializzate distribuite



Impianti per lo sviluppo e produzione di RM



16 facilities specializzate distribuite

- ✧ Italy (ENEA, CREA, ISS)
- ✧ Belgium (Sciensano)
- ✧ Czech Republic (CZU/CULS)
- ✧ France (UPPA, UT2A, LNE)
- ✧ Greece (IAPR)
- ✧ Hungary (USZ)
- ✧ Portugal (INSA)
- ✧ Turkey (TUBITAK)

RM preparation

Bottling

Sealing

Labelling

Packaging

Areas for storage

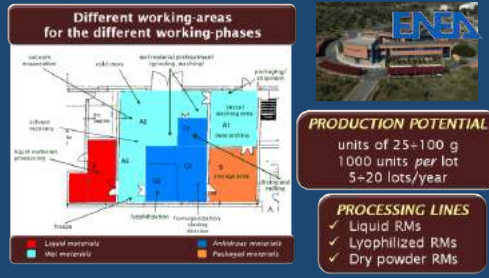
Homogenization (at a wet and at a dry stage), milling and grinding, sieving, dehydration, partitioning, dosing

for raw material and RM;
different T and lighting conditions

Distinctive features

- ✓ Different technologies for dehydration (lyophilisation, spray-drying, etc.)
- ✓ Industrial rotary evaporator systems and conical mixers at different volume scales to apply different homogenisation steps at both the wet and the dry stage.
- ✓ Control of the environmental process conditions (T, RH)
- ✓ Possibility to work under inert atmosphere (N₂) or under vacuum
- ✓ Radiosterilisation at the bulk and bottled stage to enhance RM shelf life
- ✓ anti-contamination inert contact materials are always used

Agrofood RM Plant c/o Trisaia Research Center



Impianti per lo sviluppo e produzione di RM

customized RMs

materials with high performances
(homogeneity & stability)

environmental matrixes
 foods of animal origin
 foods of plant origin
 beverages and vinegar
 preparations and total diet
 feeds
 additives and supplements
 non-food agricultural products
 packaging & food contact materials



R&D activities on the development of innovative RMs

Double Phase-RMs
 representativeness

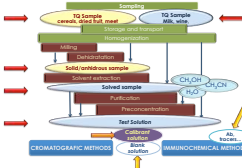


Multiparameters-RMs

Development of analytical
multiparametric techniques
for identity / traceability



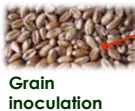
Procedural-RMs
 stability



Driven-RM

INOCULUM

Conidia of *F. Graminearum*



Grain inoculation

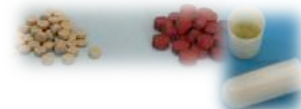


Field inoculation

Single Use-RMs

Ease of use

Lower possibility of interactions



Es. di RM innovativi

Single Use-RMs (SU-RMs)

RM forniti in forma **pre-pesata**, da sottoporre direttamente alla procedura analitica



Maggiore riproducibilità, maggiore facilità d'uso, riduzione dei tempi di analisi, riduzione dei tempi e costi di preparazione

Double Phase-RMs (DP-RMs)



Maggiore rappresentatività, riduzione dei tempi e costi di preparazione



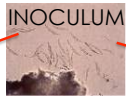
Es. di RM innovativi

Driven-RMs

Es. RM di alimenti e mangimi - micotossine



Grain inoculation



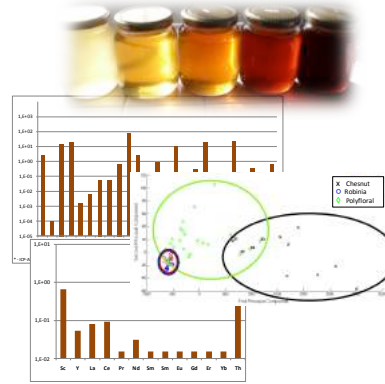
Conidia of *F. Graminearum*



Field inoculation



Multiparameter-RMs



Traceability of raw materials and products

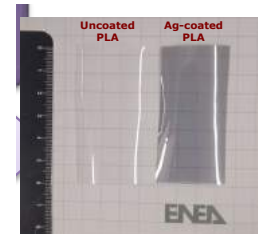
Development of new methods

Application and validation of analytical methods

Identification of markers and profiles

RM

Sviluppo di tecniche analitiche multiparametriche per l'identità e la rintracciabilità di materie prime e prodotti



Sviluppo di servizi pilota per la fornitura di nuovi RM (custom)



Progressing towards the construction of METROFOOD-RI

H2020 INFRADEV-02-2016
GA n.739568

OBJECTIVE

Test the capability of the RI to provide services

Set up the specific services

Test the interoperability

Test the facilities and establish the needs for upgrading

Development of new Reference Materials

Provision and management of Proficiency Testings

Rice - Rice flour & rice grains
(same variety and same origin)



1 lot of
Rice flour-RM (RM001)

1 lot of
Rice grains-RM (RM002)

Oyster tissue

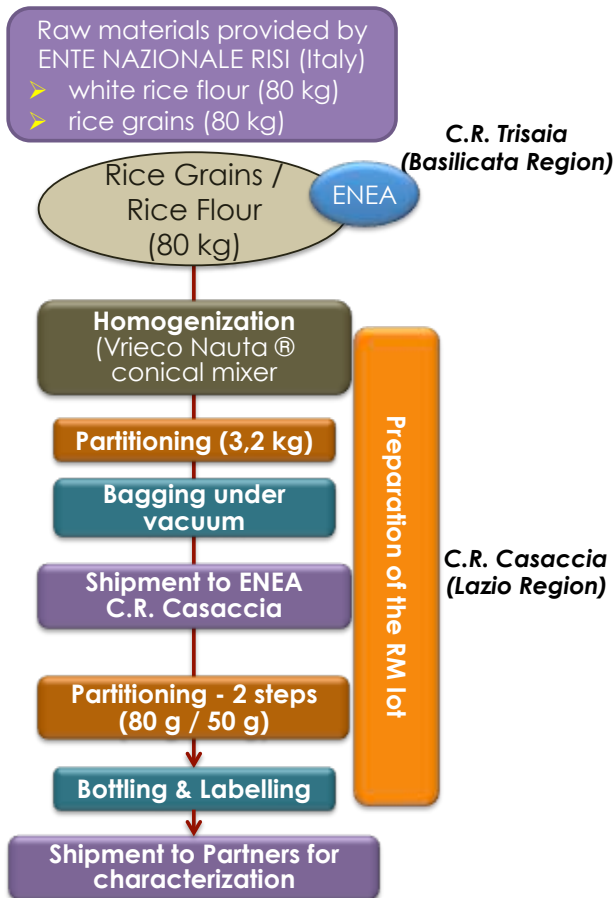


1 lot of
Oyster tissue-RM (RM003)

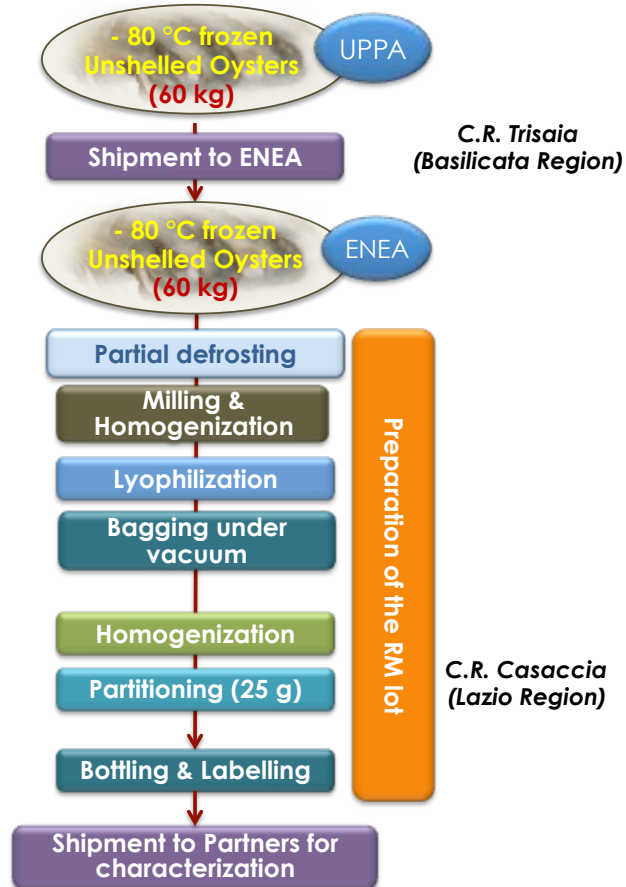
Criteria applied to select the RMs:

main issues relate to food safety, food authenticity and/or food composition; current availability of RMs and main needs of new RMs; previous experiences in handling and feasibility studies/preparation of RM of the same or similar matrices. The possibility to prepare a Multipurpose-RMs has been considered, establishing a wide set of parameters which characterise the RMs.

Preparazione di RM – Rice RMs



Preparazione di RM – Oyster tissue RM



Studio Interlaboratorio

Spedizione dei campioni a 39 laboratori (Belgio, Repubblica Ceca, FYROM, Francia, Germania, Grecia, Ungheria, Italia, Moldova, Portogallo, Romania, Slovenia, Turchia)

- RM boxes (**5 samples + 1 blank bottle**) **shipped** to the participating Labs.
- **Receipt confirmations** included in each box to be signed and returned by e-mail
- **Form A** with info on lab., parameters, techniques, etc. completely filled and returned by e-mail
- Dedicated **e-mail address** to handle the data collection
- **Form B** sent to the Labs, to be used for submitting the results
- **Collection of the Results** and first elaboration
- Dedicated internal meeting
- Further elaboration with statistical analysis
- **Final report** on the pilot service



Parametri inclusi nella caratterizzazione

- **Nutrienti e composti bioattivi** – Carboidrati, fibre (totali, crude, dietetiche; contenuto di amilosio), sali minerali (e.g. Ca, K, Na, Mg, P, etc.) ed elementi in tracce (e.g. As, Cd, Ni, Pb, V, etc.), vitamine (C, gruppo B), lipidi, acidi grassi, frazione proteica, amminoacidi, fenoli, tocoli, flavonoidi e flavonoli
- **Bioattività e reattività** – Attività antiossidante
- **Contaminanti organici e residui**- Funghi tossigeni e tossine; pesticidi, residui di fitofarmaci e farmaci veterinari
- **Contaminanti Inorganici** – Elementi tossici (e.g.: As, Cd, Cu, Hg, Ni, Pb);
Speciazione (As, Hg e MeHg, Sn e composti organostannici)
- **Isotopi stabili** (es.: isotopi del Hg e dello Sr; isotopi stabili e.h. CNS)
- **Analisi microbiologiche**
- **Caratterizzazione fisica** (es.: ceneri, particelle devono mettere insieme tutte le mie forze ash, particle size, gelatinizzazione-retrogradazione, parametri di texture)
- **Caratterizzazione del profilo di allergeni**
- **Analisi genetiche** - Rice endogenous/GM construct screening

5 (o 3) repliche x 5 bottiglie

Criteria di selezione dei parametri: possibilità di coinvolgere quanti più laboratori possibile ed effettuare confronti incrociati, con lo scopo finale di testare e dimostrare l'inter-operabilità dell'infrastruttura.

Characterizzazione: es. Elementi

As, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Se, Sr, Zn, Se, Sr

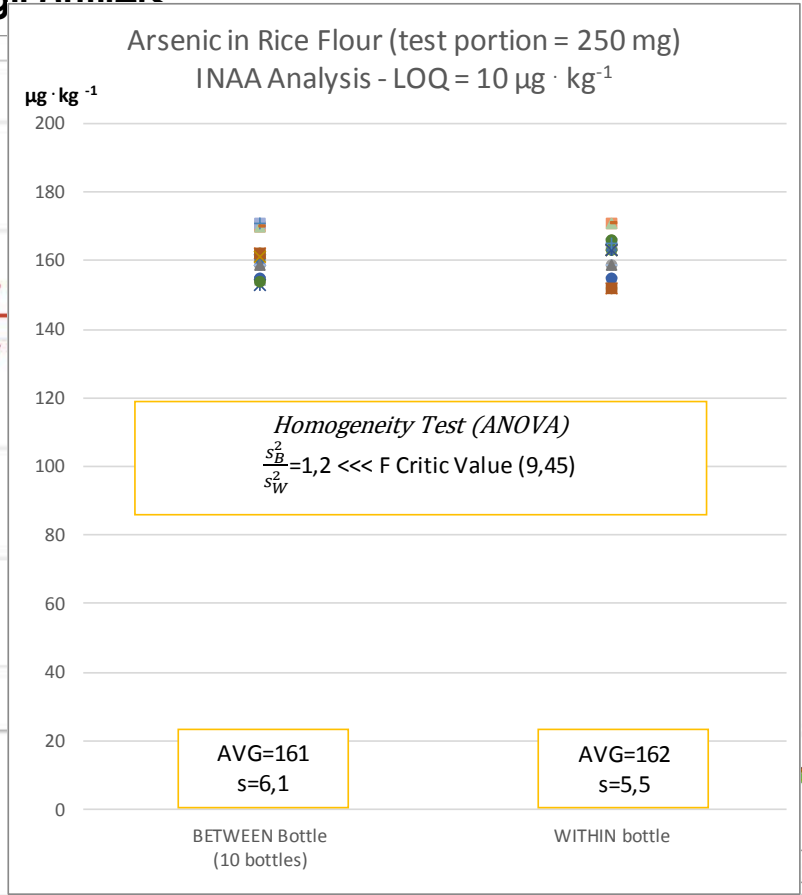
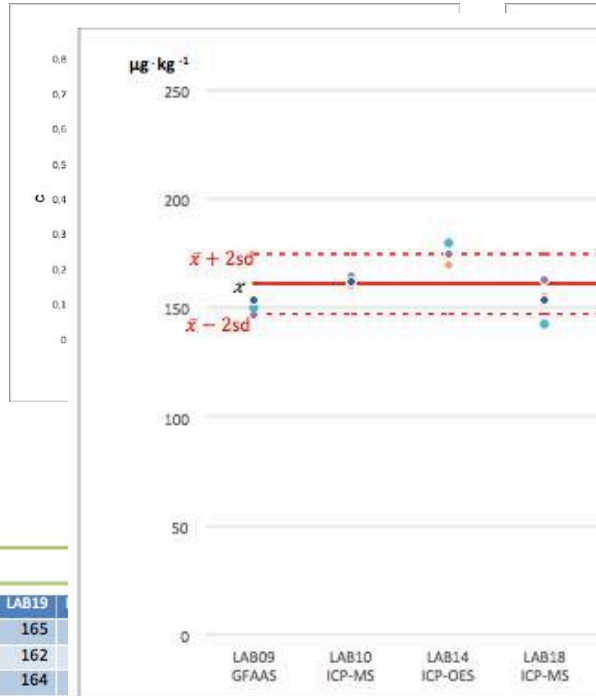
Lab. ID	Elements	Method
02	As, Cd, Cr, Pb	ICP-AES
07	As, Cd, Pb	AAS
09	As, Cd, Cu, Pb, Se	GF-AAS
	Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Zn	F-AAS
	Hg	CV-AAS
10	Ag, Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Ge, Hg, K, Li, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Se, Sr, Te, Ti, U, V, Zn	ICP-MS
	As, Ca, Cd, Cu, K, Mg, Mn, P, Pb, S, Se, Zn	ICP-OES
15	As, Cd, Pb	AAS
16	Ca, Cd, Cu, Fe, Mg, Mn, Na, Pb, Zn	ICP-MS
18	As, Br, Cd, Cr, Cu, I, Ni, Zn, Sr, Pb, Se	ICP-MS
18	Ca, K, Na, Mg, Fe, P, Mn	ICP-AES
19	As, Cd, Cu, Ni, Pb, Se, Zn	ICP-MS
21	As, Cr, Ni, Se, Zn	INAA
23	Ag, As, Au, Br, Ca, Co, Fe, Hf, K, La, Mo, Na, Rb, Sc, Se, Zn	INAA
	As, Cd, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Se, Zn	ICP-MS
	Hg	CV-AAS
24	As, Cd, Cu, Pb, Hg, Zn	ICP-MS
25	Cd, Hg, Pb	ID-ICP-MS
27	As, Cd, Co, Cr, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Sn	ICP-MS
27	Al, Cu, Fe, Zn	ICP-AES
31	As, Ca, Fe, K, Mn, Ni, Rb, Se, Sr, Ti, Zn	TXRF
32	Al, As, Ba, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Rb, Sc, Se, Sn, Sr, U, V, Zn	ICP-MS
35	Cu, Mn, Zn	ICP-AES
	V, Co, Se, Mo, As, Cd, Pb	ICP-MS
	Hg	AMA

	2	7	9A	9B	10	14	15	16	18	19	21	23A	23B	24	25	27A	27B	31	32	35	AAS	ICP-AES	ICP-MS	ID-ICP-MS	INAA	TXRF	TOTAL	
Ag					ICP-MS							INAA															2	
Al					ICP-MS																							3
As	ICP-AES	AAS	GF-AAS		ICP-MS	ICP-AES	AAS		ICP-AES	ICP-MS	INAA	INAA	ICP-MS	ICP-MS														3
Au																												1
Br					ICP-MS				ICP-AES																			2
Br																												2
Ca				F-AAS		ICP-MS	ICP-AES		ICP-MS	ICP-AES																		7
Cd	ICP-AES	AAS		GF-AAS	ICP-MS	ICP-AES	AAS		ICP-MS	ICP-AES	ICP-MS			ICP-MS	ICP-MS	ID-ICP-MS	ICP-MS											15
Co					ICP-MS				ICP-AES																			7
Cr	ICP-AES				ICP-MS				ICP-AES																			6
Cu				F-AAS	GF-AAS	ICP-MS	ICP-AES		ICP-MS	ICP-AES	ICP-MS			ICP-MS	ICP-MS													15
Fe				F-AAS		ICP-MS			ICP-MS	ICP-AES				ICP-MS														9
Ga																												1
Ge						ICP-MS																						1
Hf																												1
Hg					CV-AAS	ICP-MS								ICP-MS	ICP-MS	ID-ICP-MS	ICP-MS											7
I									ICP-AES																			1
K				F-AAS		ICP-MS	ICP-AES		ICP-AES																			6
La																												1
Li					ICP-MS																							1
Mg				F-AAS		ICP-MS	ICP-AES		ICP-MS	ICP-AES																		5
Mn				F-AAS		ICP-MS	ICP-AES		ICP-MS	ICP-AES				ICP-MS														10
Mo						ICP-MS																						4
Na				F-AAS		ICP-MS			ICP-MS	ICP-AES	ICP-MS	INAA																5
Ni						ICP-MS			ICP-AES					ICP-MS														8
P									ICP-AES																			2
Pb	ICP-AES	AAS		GF-AAS	ICP-MS	ICP-AES	AAS		ICP-MS	ICP-AES	ICP-MS				ICP-MS	ID-ICP-MS	ICP-MS											14
Rb																												3
S																												1
Sb						ICP-MS																						2
Sc																												2
Se																												2
Sr					GF-AAS	ICP-MS	ICP-AES		ICP-AES	ICP-MS	INAA	INAA	ICP-MS															4
Sn																												2
Sr									ICP-AES																			4
Te																												1
Ti																												2
U																												2
V																												3
Zn				F-AAS		ICP-MS	ICP-AES		ICP-MS	ICP-AES	ICP-MS	INAA	INAA	ICP-MS	ICP-MS													15

Arsenico nella farina di riso

Identificazione degli outliers

Lab. ID	Method
02	ICP-AES
07	AAS
09	GF-AAS
10	ICP-MS
14	ICP-OES
15	AAS
18	ICP-MS
19	ICP-MS
21	INAA
23	ICP-MS, INAA
24	ICP-MS
27	ICP-MS
31	TXRF
32	ICP-MS
35	ICP-MS



As in Rice Flour (mean value in ppb)

Lab name	LAB09	LAB10	LAB14	LAB18	LAB19
BottleX1	147	165	175	163	165
BottleX2	150	163	180	143	162
BottleX3	155	160	170	155	164
BottleX4	154	162		154	168
BottleX5	157	164		148	166
AVG	152	163	175	152	165
SD	4	2	5	8	2
LOQ	12	3	10	11	3

lab.32)



Valore aggiunto derivante dai link con le altre facilities



Caratterizzazione per i parametri chimici, chimico-fisici e (micro)biologici

Produzione "in-house" delle materie prime (origine nota, driven-RM)

Analisi statistica, elaborazione dati, organizzazione e gestione di PT

Grazie per l'attenzione!



Contacts

www.metrofood.eu

Coordination Office

Claudia Zoani (Coordinator) – claudia.zoani@metrofood.eu

info@metrofood.eu - Phone: +39 06 3048 6202

ENEA – C.R. Casaccia, Via Anguillarese 301, 00123 Roma (Italy)



4th **IMEKO FOODS**

Metrology supporting emerging food topics

September, 16th-18th 2019 - Brussels (Tervuren)

<http://www.imekofoods4.be>



sciensano