

Criticità dell'incertezza associata al campionamento nelle attività di controversia

Paolo Stacchini, Marina Patriarca
Dipartimento di Sicurezza Alimentare, Nutrizione e sanità pubblica
Veterinaria. Istituto superiore di sanità, Roma.
Email: paolo.stacchini@iss.it; marina.patriarca@iss.it

“Incertezza associata al campionamento nelle analisi chimiche. Presentazione dell'edizione italiana della Guida Eurachem/CITAC” - Evento on-line 9-10 marzo 2023
Organizzato da ACCREDIA, ALPI, Eurachem-Italia, INRiM, ISPRA, ISS

Regolamento UE 625/2017

- ▶ fornisce le indicazioni necessarie per effettuare controlli ufficiali e altre attività ufficiali in maniera armonizzata, per garantire l'applicazione uniforme nel territorio dell'UE della legislazione sugli alimenti e sui mangimi, nonché delle norme sui prodotti fitosanitari, sulla salute e sul benessere degli animali, sulla sanità delle piante.
- ▶ consolida l'evoluzione riscontrata nell'applicazione del Regolamento UE 882/2004, in particolare per quanto riguarda:
 - ▶ Incremento del livello di coinvolgimento e partecipazione della parte nel divenire delle attività tecniche e amministrative finalizzate alla garanzia della qualità e sicurezza degli alimenti.
 - ▶ Incremento del livello di tutela della salute della popolazione rispetto al consumo di alimenti come obiettivo comune alle parti
 - ▶ Riduzione del ricorso a iter giurisdizionali

Il Decreto Legislativo 2 febbraio 2021 n. 27 e il Decreto Legge 22 marzo 2021, n. 42 recepiscono il regolamento UE e stabiliscono le modalità per la sua attuazione in Italia, relativamente ai controlli sugli alimenti.

ANALISI DI REVISIONE VS CONTROPERIZIA E CONTROVERSA

Legge 283/1962

Reg (UE) 2017/625, D.Lgs 27/2021

- Analisi di revisione

26 marzo 2021

- Controperizia

Consente all'OSA di valutare in prima persona l'operato dei soggetti istituzionali preposti al controllo ufficiale.

In caso di diatriba non risolta, l'OSA può attivare la procedura di **controverbia**

- Controverbia documentale
- Controverbia analitica

Il ruolo dell'Istituto superiore di sanità

Regolamento (UE) 2017/625 art. 35(3)

In caso di controverbia (*dispute*) tra le **autorità competenti** e gli **operatori** sulla base della **controperizia** (*second expert opinion*)

Controperizia: a seguito di un esito analitico sfavorevole, l'operatore avvalendosi di un perito (*second expert*), riconosciuto e qualificato, ha facoltà di:

- effettuare un **riesame della documentazione inerente la prova/analisi/diagnosi ufficiale**
- eseguire **analisi/prove/diagnosi sul campione a sua disposizione** (nel caso sia stato possibile, su richiesta dell'operatore, prelevare tale campione)

PROCEDURA DI CONTROVERSIA

Procedure documentate ISS - DSANV
modalità operative e responsabilità

- Costituzione nucleo operativo controversie
- Esperti tecnici qualificati
- Dinamiche operative
 - Ricezione istanza controversia (inclusi allegati)
 - Esame documentazione
 - Eventuale richiesta di integrazione documentale (ove necessario anche mediante interlocuzione)
- Valutazione tecnica

Controllo ufficiale

► **CAMPIONAMENTO e ANALISI :**
UN INSIEME INDIVISO

CONTROLLO UFFICIALE SUGLI ALIMENTI: INCERTEZZA DEL RISULTATO ANALITICO

Incertezza del risultato di
misura ottenuto sul
campione di laboratorio

- Aspetti tecnici ampiamente studiati e descritti in linee guida di organismi internazionali
- Regole decisionali definite in regolamenti unionali

Incertezza associata al
campionamento

- Aspetti tecnici tuttora oggetto di studio
- Notevole complessità
- Applicabilità nell'ambito delle attività di controllo ufficiale non ancora regolamentata

CRITICITÀ INERENTI IL CAMPIONAMENTO

- Rispetto del dettato normativo eurounitario e nazionale
 - Orizzontale, PNR residui, Reg. (UE) 2017/625, Dlvo 27/2021, DPR 327/1980
 - Aliquote [validità giuridica (manomissione) e analitica (catena del freddo)]
 - Gestione campioni all'interno della rete (trasferimento aliquote
 - Coerenza tra verbali di campionamento e aliquote prelevate
 - Verticale, Esempi: metalli, micotossine, contaminanti da processo - reg. (CE) 333/2007 e smi; additivi reg. (CE) 1333/2008 e s.m.i.
 - Dimensioni esemplari da sottoporre ad analisi
 - Costituzione del campione globale
- **Valutazione impatto degli scostamenti dalla norma sull'esito analitico fuori specifica**

CRITICITÀ INERENTI L'ANALISI

- Rispetto del dettato normativo eurounitario e nazionale
- Esempi
- Norma orizzontale, ALLEGATO III reg. (UE) 2017/625
 - Norma settoriale, Decisione (CE) 657/2002 e s.m.i.
 - Norma ISO/IEC 17025 (espressione dei risultati di misura)
- Completezza e leggibilità dei dati grezzi e fogli di lavoro (registrazioni)

Controversia documentale

- ▶ Documentazione relativa al campionamento (verbale di campionamento, copia/foto etichetta,)
- ▶ Documentazione relativa alle modalità di trasporto e condizioni di conservazione del campione dal luogo di campionamento al Laboratorio Ufficiale di Controllo
- ▶ Documentazione relativa alla fase analitica (accettazione del campione, modalità di conservazione del campione presso il laboratorio, analisi con relativi fogli di lavoro e rapporto di prova)
- ▶ Controperizia
- ▶ Valutazione ed esito della controperizia
- ▶ ulteriori informazioni (interlocuzioni) e/o richiesta di documentazione aggiuntiva

Valutazione della documentazione pervenuta

Principali informazioni desunte dal Verbale di campionamento

- Tipologia di OFA
 - Modalità di preparazione e numero di aliquote prelevate
 - Motivazione del campionamento
 - Tipologia di prodotto campionato
 - Sostanza da ricercare
 - Modalità di conservazione del prodotto campionato
- ### Informazioni desunte dal Rapporto di Prova
- Stato di conservazione del campione all'arrivo in laboratorio
 - Metodo di analisi
 - Espressione del risultato e dell'incertezza di misura

Controversia documentale ESEMPIO 1

Campionamento di salame stagionato per ricerca di Nitrati e nitriti

NC presenza di nitrati

- Tipologia di OFA : Azienda produttrice - Punto vendita
- Numero di aliquote prelevate: 4 aliquote ottenute da un unico esemplare
- Motivazione del campionamento: Piano Nazionale Additivi
- Tipologia di prodotto campionato - salame stagionato: Reg (CE) 1333/2008 cat 8.3.1 Prodotti a base di carne non sottoposti a trattamento termico
- Sostanza da ricercare: Nitrati e Nitriti
- Modalità di conservazione del prodotto campionato : refrigerato

Criticità

Controversia documentale **ESEMPIO 1**

- Tipologia di OFA (Azienda produttrice - Punto vendita) **comercializzazione**
- Tipologia di prodotto campionato - salame stagionato: Reg (CE) 1333/2008° s.m.i.- cat. 8.3.1 **Prodotto in fase di**

Prodotti a base di carne non sottoposti a trattamento termico

Regolamento (CE) 1333/2008

8.3 Prodotti a base carne

8.3.1 Prodotti a base carne trattati termicamente

Numero E	Denominazione	Livello massimo (mg/l o mg/kg a seconda del caso)	Note	Restrizioni/eccezioni
E 249-250	Nitriti	150	(7)	
E 251-252	Nitrati	150	(7)	

(7) Dose massima che può essere aggiunta durante la fabbricazione (espressa in NaNO₂ o NaNO₃)

Esito controversia documentale

Non confrontabilità tra contenuto di NO₃ riscontrato su prodotto finito con limite massimo definito dal regolamento.

Ministero della Salute con nota DGSAN-6/20741

paragrafo "Controlli": "La verifica delle dosi massime di nitriti e/o nitrati che possono essere aggiunte durante il processo di produzione dei prodotti a base carne deve essere effettuato da parte delle autorità deputate al controllo ufficiale degli alimenti presso le imprese produttrici. In caso di riscontro di una non conformità sul prodotto finito, già presente sul mercato, la stessa dovrà essere prontamente segnalata all'autorità sanitaria locale, competente a svolgere i controlli presso lo stabilimento di produzione".

Controversia documentale **ESEMPIO 2**

Campionamento di code di gambero argentino surgelate per ricerca di conservanti (Solfiti, Nitriti, ac. ascorbico, ac. Isoascorbico, ac. citrico, ac. benzoico, ac. benzoico e beanzoati)

NC per presenza di solfiti oltre i limiti di legge

- Tipologia di OFA : distributore - Punto vendita
- Numero di aliquote prelevate: 5 aliquote ognuna costituita da una confezione
- Motivazione del campionamento: Piano regionale alimenti per ricerca additivi (conservanti)
- Tipologia di prodotto campionato - code di gambero argentine: Reg (CE) 1333/2008 cat 9.1.2 molluschi e crostacei non trasformati
- Sostanza da ricercare: conservanti
- Modalità di conservazione del prodotto campionato : -18 °C

- Tipologia di prodotto campionato - code di gambero argentine: Reg (CE) 1333/2008 cat 9.1.2 molluschi e crostacei non trasformati

09.1.2	Numero E	Denominazione	Livello massimo (mg/l o mg/kg, a seconda dei casi)	Note	Restrizioni eccezioni
Molluschi e crostacei non trasformati					
Gruppo IV*	Follioli				
E 220-228	Anidride solforosa — solfiti	quantum satis	(3) (10)	Solo crostacei, molluschi e cefalopodi non trasformati, congelati e surgelati per scopi diversi dall'elaborazione	
E 220-228	Anidride solforosa — solfiti	150	(3) (10)	Solo crostacei e cefalopodi freschi, congelati e surgelati, crostacei delle famiglie <i>Penaeidae</i> , <i>Solenoceridae</i> e <i>Aristotidae</i> fino a 80 unità per kg	
E 220-228	Anidride solforosa — solfiti	200	(3) (10)	Solo crostacei delle famiglie <i>Penaeidae</i> , <i>Solenoceridae</i> e <i>Aristotidae</i> tra 80 e 120 unità per kg	
E 220-228	Anidride solforosa — solfiti	300	(3) (10)	Solo crostacei della famiglia <i>Penaeidae</i> , <i>Solenoceridae</i> e <i>Aristotidae</i> in numero superiore a 120 unità per kg	

Criticità

- Limite AA indicato in base al numero di unità per Kg (diversa interpretazione del risultato analitico tra AC e Laboratorio ufficiale - 150mg/kg <Solfiti<200 mg/kg)
- Temperatura di conservazione richiesta per la tipologia di prodotto campionato, indicata sull' etichetta (-18°C), difforme dalla temperatura registrata del campione test in fase di accettazione in laboratorio e riportata sul RdP (>4°C)

Gestione della catena del freddo: assenza di documentazione idonea a dimostrare il mantenimento di tutta la catena del freddo dal campionamento fino all'accettazione presso il Laboratorio Ufficiale

Tipologia di Campione: code di gambero con carapace e coda
Considerazioni: la presenza di liquido nella confezione derivante dallo scongelamento del prodotto, trattato con metabisolfito, come dichiarato dal Produttore, non esclude la sua possibile influenza sui livelli di concentrazione di solfiti nella parte edibile del campione

ESITO: AC annullamento del verbale di campionamento ed atti connessi poiché impossibilità ad attribuire esito favorevole o sfavorevole oltre ogni ragionevole dubbio, con archiviazione dell'istanza di controversia documentale

Controversia documentale ESEMPIO 3

Campionamento di gamberetti freschi per ricerca di Solfiti

NC per presenza di solfiti oltre i limiti di legge

- Tipologia di OFA (distributore - Punto vendita)
- Numero di aliquote prelevate: 4 aliquote ognuna costituita a partire dal prodotto allo stato sfuso su ghiaccio
- Motivazione del campionamento: Piano regionale alimenti per ricerca additivi (conservanti)
- Tipologia di prodotto campionato - gamberetti freschi: Reg (CE) 1333/2008 cat 9.1.2 molluschi e crostacei non trasformati
- Sostanza da ricercare: solfiti
- Modalità di conservazione del prodotto campionato : congelato

Controversia documentale ESEMPIO 3

Criticità

- NC notificata all' OFA oggetto di prelevamento (distributore - Punto vendita), assenza di comunicazione al produttore con conseguente mancanza della quinta aliquota
- Lettura del verbale di prelevamento: Produttore della merce/distributore: medesima ditta

AC: Conferma esito sfavorevole alle osservazioni prodotte nella controperizia

Esito controversia documentale: le attività di campionamento, fasi di trasporto del prodotto campionato, fase analitica fino ad emissione del RdP non fanno emergere criticità

Successiva richiesta di attivazione di *Controversia Analitica*

- Ripetizione dell'analisi con conferma del risultato Non Conforme

Controversia documentale ESEMPIO 4

Campionamento di Miele italiano biologico di girasole per ricerca di HMF
NC per superamento del limite di legge

- Tipologia di OFA (distributore - Punto vendita)
- Numero di aliquote prelevate (5 aliquote)
- Motivazioni del campionamento (Altro.....)
- Tipologia di prodotto campionato: confezione di miele italiano biologico di girasole
- Sostanza da ricercare: Idrossimetilfurfurale (HMF)
- Modalità di conservazione del prodotto campionato : ambiente

- Sostanza da ricercare: HMF GU n 185 del 11/8/2003 MiPAF – Dec. 25/7/2003

HMF parametro chimico legato alla qualità del miele, indica la modalità di produzione e/o la conservazione non corretta, usato come indicatore di riscaldamento o dello stoccaggio ad alte temperature

Criticità

- Tipologia di OFA (distributore - Punto vendita)
- Informazioni sulle caratteristiche del prodotto (data produzione e scadenza)
- Valutazione delle registrazioni di consegna del prodotto presso il punto vendita (intervallo intercorso tra produzione e commercializzazione presso punto vendita → 22 mesi)
- Acquisizione condizioni di conservazione/esposizione del prodotto presso punto vendita (temperature inferiore a 30 °C)
- Valutazione della letteratura scientifica (andamento della formazione di HMF: T e tipologia di miele)

Esito: AC accoglimento delle argomentazioni prodotte nella controperizia e archiviazione

Controversia documentale ESEMPIO 5

Campionamento di tonno a pinne gialle per ricerca di istamina

NC per superamento del limite di legge

- Tipologia di OFA: Punto vendita
- Numero di aliquote prelevate: 1 aliquota costituita da 7 unità campionarie (7 vaschette preimballate)
- Motivazione del prelievo : sospetta tossinfezione
- Tipologia di prodotto campionato - tonno a pinne gialle (cat. Alim. 1.26 Reg (CE) 2073/2005)
- Sostanza da ricercare: istamina
- Modalità di conservazione del prodotto campionato: refrigerato punto vendita
- >congelato

CONCLUSIONI

- ▶ Le attività di campionamento debbono essere condotte nel rispetto delle norme unionali e nazionali che disciplinano tale aspetto per garantire l'uniformità delle valutazioni di conformità
- ▶ E' auspicabile avviare un percorso di studio tecnico e metodologico relativo all'impatto dell'incertezza associata alle attività di campionamento dei prodotti alimentari oggetto di controllo e alla sua valutazione, al fine di ipotizzare nel futuro la implementazione di modalità tecnico-operative armonizzate che possano prendere in considerazione anche la stima di questa variabilità.