

ANALISI DEI FITOFARMACI, ARPA TRA I MIGLIORI IN EUROPA

NELL'EUROPEAN COMMISSION PROFICIENCY TEST, IL LABORATORIO FITOFARMACI HA OTTENUTO IL MIGLIOR PUNTEGGIO PER LA QUALITÀ DELLE ANALISI TRA 170 PARTECIPANTI. QUESTA POSITIVA PERFORMANCE È IL RISULTATO DI UN IMPEGNO CONTINUO CHE NEGLI ANNI HA VISTO LA STRUTTURA IN COSTANTE MIGLIORAMENTO.

Agli inizi del 2000, in Europa si decide di migliorare la sicurezza alimentare attraverso un approccio completo e integrato, che si attua lungo la filiera *dai campi alla tavola*. Una serie di atti normativi adottati dall'Unione europea (Ue) ha imposto un decisivo cambiamento in materia di sicurezza e tutela della salute del consumatore. Tali provvedimenti si fondano sull'analisi dei rischi, su nuove modalità di effettuare i controlli ufficiali, sull'armonizzazione dei limiti per i residui dei prodotti fitosanitari, sullo sviluppo di strategie di comunicazione efficaci riguardanti i problemi dei rischi per la salute, sull'informare i cittadini dei provvedimenti adottati.

Per adottare criteri omogenei e comuni in tutta l'area Ue, e per assicurare un'elevata qualità e uniformità dei risultati analitici, sono stati designati i laboratori di riferimento, comunitari e nazionali.

Le attività adottate in modo coordinato per raggiungere questo obiettivo sono:

- l'applicazione di metodi analitici convalidati
- l'assicurazione della disponibilità di materiali di riferimento
- l'organizzazione di test comparativi (*proficiency test*)
- la formazione del personale.

Con questa impostazione i laboratori incaricati del controllo ufficiale degli alimenti dispongono di metodi ufficiali, robusti, specifici e completi dei parametri di validazione, delle linee guida per i controlli analitici, di pareri tecnico-scientifici e di supporti normativi per individuare in maniera inequivocabile la conformità rispetto ai limiti massimi di residuo.

Il Laboratorio Fitofarmaci di Arpa, un percorso di Qualità

Anche il Laboratorio dell'Area Fitofarmaci di Arpa Ferrara – struttura di riferimento regionale¹ – ha

progressivamente sostituito i propri metodi interni e ha iniziato un percorso di allineamento alle indicazioni dell'Unione europea², percorso fortemente caldeggiato sia dal ministero della Salute che dalla Regione Emilia-Romagna. È stato adottato il metodo multiresiduale *Quechers*, proposto dall'Ue, oggetto di *accreditamento* ai sensi della ISO/IEC 17025:2005 già dal 2009.

L'accreditamento è un requisito obbligatorio per i laboratori preposti al controllo ufficiale degli alimenti, in quanto rappresenta il riconoscimento della conformità del sistema di gestione e delle competenze tecniche del laboratorio a requisiti normativi internazionalmente riconosciuti, nonché alle prescrizioni legislative obbligatorie.

Attualmente la *procedura di prova* che dettaglia l'applicazione del metodo *Quechers*, è in corso di variazione/ estensione di accreditamento per conseguire l'allineamento alla domanda analitica prevista dal Reg Ue 778/2012.

Per una progressiva integrazione dell'Area Analitica Fitofarmaci alle indicazioni dell'Eurl (*Reference Laboratories for Residues of Pesticides*, www.crl-pesticides.eu) e in accordo con il Dipartimento di Sanità Pubblica della Regione Emilia-Romagna, si sta realizzando anche il programma di progressivo utilizzo dei *single residue method (SRM)*. Si tratta di metodi specifici per singole sostanze, da eseguire in aggiunta al metodo multiresiduale.

Il Sistema Qualità di Arpa Emilia-Romagna prevede, per tutti i metodi e/o procedure di prova, l'esecuzione di idonei programmi di controllo di qualità interni ed esterni (*proficiency test*).

L'Area Fitofarmaci partecipa regolarmente, da oltre un decennio, ai *proficiency test* organizzati dall'Eurl specificatamente per frutta e verdura, per cereali e, da qualche anno, per SRM. I criteri di valutazione, stabiliti dall'ente organizzatore, sono espressi per ciascuna

Tab. 1 Z-score e relativo giudizio

Giudizio	Z-score
Soddisfacente	$ z \leq 2$
Discutibile	$2 < z \leq 3$
Non soddisfacente	$ z > 3$

sostanza attiva analizzata secondo le indicazioni riportate in *tabella 1*.

Il valore vero X (o assegnato) al test viene attribuito dall'ente organizzatore del circuito; di solito coincide con la mediana di tutti i risultati con la sola esclusione dei dati giudicati anomali ai test statistici eseguiti dall'ente organizzatore.

Il valore di *z-score* è calcolato con la relazione matematica

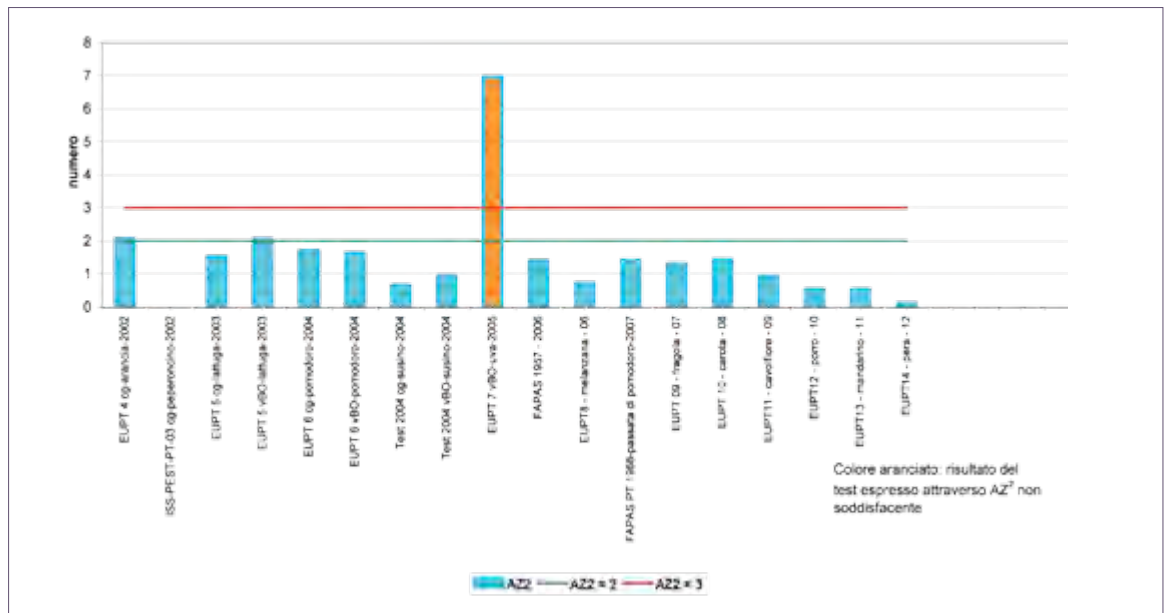
$$z = (x - X) / \sigma$$

dove x rappresenta il dato presentato dal laboratorio, mentre σ viene individuato con il 25% del valore vero X .

Dall'esame degli *z-score* sul lungo periodo è possibile una valutazione approfondita delle prestazioni del laboratorio. A tale proposito spesso si ricorre a rappresentazioni grafiche come le carte di controllo di tipo *Shewhart charts* (con limiti di attenzione e azione pari a $z = \pm 2$ e $z = \pm 3$ rispettivamente). L'insieme dei controlli di qualità, interni ed esterni, evidenziano se l'attività di routine si trova in "controllo statistico". Per valutare la prestazione globale di ogni laboratorio in base alla qualità dei suoi risultati e agli obiettivi che il laboratorio si è prefissato, l'ente organizzatore ha deciso di adottare due classificazioni indicate con categoria A e B. Per essere in categoria A, il laboratorio deve aver ricercato e rilevato un minimo del 90% del numero totale di pesticidi presenti nel materiale di prova e non segnalare falsi positivi. Se queste due condizioni

FIG. 1
PROFICIENCY TEST
FITOFARMACI

Rappresentazione grafica di sintesi dei proficiency test attraverso AZ² (mPAL001LM).



sono state rispettate, allora si utilizza quale indicatore la media degli z-score al quadrato calcolato come evidenziato nella relazione matematica riportata. Il valore dell'indice complessivo AZ² (v. formula) deriva dal prodotto fra lo z-score in valore assoluto per un fattore omega: ω a sua volta moltiplicato per z-score. Tale fattore assume i valori: 1, 3 e 5 per valori di z-score rispettivamente pari a: |z| ≤ 2; 2 < |z| ≤ 3 e |z| > 3.

$$AZ^2 = \frac{\sum |z_i| \omega(z_i)}{n}$$

$$\omega(z_i) = Z_i$$

L'ente organizzatore ha aggiunto questo indice complessivo, e la classificazione A e B, con l'obiettivo di incoraggiare i laboratori, non solo a migliorare la loro accuratezza dei risultati, ma anche per indurli ad analizzare un maggior numero di pesticidi presenti nel proficiency test. I laboratori che non hanno rilevato un numero sufficiente di pesticidi, o hanno riportato falsi positivi, sono inseriti nella categoria B. Per questi laboratori non si effettua il calcolo dello z-score combinato AZ².

Arpa tra i migliori in Europa, un risultato difficile e lusinghiero

In forma complessiva il risultato di tutto il proficiency test è rappresentato da AZ² (figura 1), che evidenzia i risultati entro i criteri di accettabilità. Inoltre dal monitoraggio di AZ² emerge un lento e progressivo miglioramento delle prestazioni del laboratorio Area Fitofarmaci di Ferrara, con il miglior

risultato conseguito con il proficiency test codificato con EUPT FV 14. Infatti la relazione AZ² assume per il test del 2012 un valore pari a 0,1: il nostro migliore risultato di sempre che ci colloca ai primi posti in Europa. Tale indice attesta che gran parte dei risultati analitici forniti (x) sono prossimi al valore vero X. È estremamente difficile conseguire un simile risultato, poiché il valore assegnato a ciascun analita oggetto di PT deriva dalla mediana dei risultati, fonte della elaborazione statistica dell'ente organizzatore, previa eliminazione dei risultati giudicati statisticamente anomali.

L'Ue predispone proficiency test, ai sensi della ISO/IEC 17043:2010, molto complessi per la presenza contemporanea di molte sostanze attive a livelli di concentrazione con un fattore di variabilità da 1 a 1000. Queste differenze importanti dei livelli di concentrazione hanno lo scopo di simulare le situazioni reali che possono incontrare i laboratori nell'operatività in routine. I risultati ottenuti (figura 1) sono classificati "soddisfacenti" sulla base degli z-score conseguiti e in miglioramento continuo. Questo fatto deriva da un'attenta e scrupolosa applicazione dei controlli di qualità interni ed esterni. La strada programmatica e organizzativa intrapresa si è rivelata pertanto corretta, e ci induce a seguire i suggerimenti strategici dell'Unione europea anche per i programmi futuri. Le indicazioni normative, del ministero della Salute e della Regione Emilia-Romagna, per protocolli comuni a tutte le Agenzie ispirati ai regolamenti comunitari, costituiscono un esempio di strategie in grado di condurre a un



miglioramento trasversale al "sistema Italia" nell'attività di controllo ufficiale alimenti e, conseguentemente, a una sempre migliore tutela della salute del consumatore.

Angela Carioli, Marco Morelli

Arpa Emilia-Romagna

NOTE

¹ L'Area Fitofarmaci del Laboratorio integrato e Polo Alimenti della Sezione Arpa Ferrara è una struttura specializzata nel campo dell'analisi dei residui di prodotti fitosanitari in tutte le matrici alimentari e ambientali; il servizio è organizzato per supportare la domanda analitica di tutta Arpa Emilia-Romagna. La struttura, per l'esperienza analitica specifica sviluppata negli anni, ha il compito di presidiare le attività e i processi analitici di laboratorio, con un ruolo di riferimento regionale sotto il profilo tecnico-scientifico.

² Reg 396/2005 art. 28 Articolo 28 Metodi di analisi, p.to 1. I metodi di analisi dei residui di antiparassitari devono essere conformi ai criteri stabiliti dalle pertinenti.