

Guida per i laboratori destinati al controllo ufficiale dei residui di pesticidi: un utile chiarimento sulla applicabilità.

Prof. Fernando Tateo – Prof. Monica Bononi - Laboratori di Ricerche Analitiche e Tecnologiche su Alimenti ed Ambiente – Di.S.A.A. Università degli Studi di Milano

Gli “EU Reference Laboratories”, al fine di uniformare i test di controllo ed i metodi di validazione delle procedure per l’analisi dei residui dei pesticidi negli alimenti, hanno emesso un documento suddiviso in varie sezioni, di cui una dedicata ai “Reporting Results”. In essa è contenuto un paragrafo intitolato come segue: “*Interpretation of results for enforcement purposes*”.

Ancora oggi il suo contenuto provoca incomprensioni ed errate interpretazioni da parte di molti, siano essi operatori del settore alimentare, siano laboratori di analisi che operano controllo qualità esterno alle aziende alimentari (autocontrollo). Il tema trattato è quello della “interpretazione dei risultati ai fini dell’applicazione dei limiti MRL”.

La redazione del paragrafo sulla interpretazione dei risultati è giustificata da quanto segue: “il disaccordo sui risultati in tema di superamento o meno dei limiti (MRL exceedance) di legge costituisce problema nel caso in cui *il risultato numerico è prossimo al valore di MRL* (maximum residue level / limite massimo di residuo)”.

Spesso si compie l’errore di applicare quanto disposto a casi che sono lontani da quelli a cui va applicato. Il testo tratta infatti di una specifica condizione di applicazione: quella in cui il dato analitico è molto prossimo al valore di MRL fissato dal database EU per il singolo pesticida su una specifica matrice. Il giudizio di “conforme” o “non conforme” per un campione esaminato dipende infatti dal valore di “incertezza estesa” misurato per il campione.

Secondo il comma E13 del paragrafo discusso, occorre tener conto, nella situazione di reale prossimità fra valori di “risultato” e di “MRL”, della possibilità di adottare ai fini del giudizio finale, un valore di default di *incertezza estesa* pari al 50%. Questo valore deriva da test di competenza UE, che considera i

valori di variabilità “interlaboratorio” calcolata da dati dei laboratori europei. Questo valore di default si raccomanda sia usato *dalle autorità di controllo* in caso di rilevazione di dati di analisi eccedenti quello del valore di MRL.

Il testo del paragrafo in questione è molto chiaro: il laboratorio che ha prodotto il dato analitico deve “dimostrare”, come prerequisito per l’adozione del valore di incertezza 50% da parte degli organi di controllo, che il valore di incertezza estesa da esso calcolato sia “inferiore al 50%”. Per precisare, occorre che vi sia una vera e propria “dimostrazione” di ciò da parte del laboratorio sotto controllo che deve esporre il valore di incertezza estesa collegato all’analisi svolta.

Solo in tale condizione gli organi di controllo possono decidere di applicare convenzionalmente il valore dell’incertezza estesa pari a 50% ed ottenere il dato analitico che consente il giudizio di “conformità o non conformità” per il campione in questione.

Si ritiene corretto puntualizzare che ciò non vuol dire che da parte di un qualsivoglia laboratorio si possa applicare il valore di incertezza 50% in luogo del valore di incertezza misurato che spetta al dato analitico esposto e così riportare il dato ottenuto in rapporto di prova. Ciò significherebbe, per assurdo, adottare il valore di default su tutti i risultati dei pesticidi e “bonificare i risultati” in quanto risulterebbe, per un singolo risultato espresso con simbolo x :

$$(x \pm U) = x \pm (U = x/2) = x/2$$

ritenendo lecito considerare come accettabile sottrarre (e non addizionare) il valore di U .

In realtà, l’adozione di $U = 50\%$ come valore di default è da adottare da parte di addetti ai servizi di controllo (regulatory authorities) per verificare se:

$$x - U > \text{MRL}$$

cioè se il valore misurato è superiore a quello di MRL (massimo limite residuale) e quindi se un valore misurato per un pesticida eccede quello dell’incertezza estesa al punto da risultare ancora superiore al limite tollerato.

Quando adottando il valore di default (50%) per l'incertezza estesa, il valore misurato, corretto sempre con tale incertezza estesa, risulta maggiore di MRL, si può concludere che il dato di pesticida nel campione eccede quello di RML con un grado di confidenza del 97.5%.

L'esempio riportato dal testo citato è il seguente: nel caso in cui sia $MRL = 1,0$ ed il risultato analitico = 2,2, si calcola

$$x - U = 2,2 - (1,1) = 1,1 \text{ (risultato corretto con U di default)}$$

Poiché tale risultato è superiore ad $MRL = 1,0$ il campione deve ritenersi “non conforme”.

Gli organi di controllo devono accertarsi quindi che il laboratorio abbia ottenuto un dato di incertezza estesa inferiore al 50% e solo in tale condizione possono decidere di applicare convenzionalmente il valore dell'incertezza estesa pari a 50% per ottenere il dato analitico “corretto” che consenta di emettere il giudizio di “conformità o non conformità” per il campione in questione.

Quanto detto è operazione che si compie solo quando il valore ottenuto in analisi è prossimo (vedi caso esemplificato) al valore di MRL: non è quindi corretto utilizzare il valore “di default” in sostituzione del valore di U (incertezza estesa) dichiarato come effettivamente riscontrato dal laboratorio in corso di analisi e di valutazione di RSDr.

L'applicabilità del valore di incertezza estesa 50% non è quindi da considerarsi bilaterale: solo gli organismi di controllo possono adottarlo per la verifica dei dati analitici veramente prossimi al valore fissato di MRL.

Ancor più chiaramente: se il laboratorio sotto controllo ha valutato un'incertezza estesa del 38% a fronte di un risultato analitico di 2,4 ed il valore di MRL è 1,4, gli organi di controllo possono effettuare la verifica adottando il valore di default 50%:

$$x - U = x - (50\% x) = 2,4 - 1,2 = 1,2$$

ed in tal caso il dato analitico deve esser giudicato “conforme” in quanto il dato 1,2 è inferiore a $MRL = 1,4$.

Adottando invece come incertezza estesa quella dichiarata dal laboratorio pari a $U = 38\%$, si dedurrebbe:

$$x - U = x - 38\% x = 2,4 - 0,9 = 1,5$$

In tal caso il dato analitico risulterebbe superiore a $MRL = 1,4$, e il campione sarebbe da giudicare “non conforme”.

In definitiva l’adottare il valore di default da parte dell’organo di controllo significa considerare una tolleranza maggiore sul valore di MRL , il che significa giudicare in una situazione di vantaggio decisionale meno restrittiva di quella che competerebbe ad una incertezza estesa minore del 50%.