

## **MATKAKERTOMUS**

### **EURL-MN Workshop: Metals and Nitrogenous Compounds in Feed and Food**

23.10.-24.10.2019, Kööpenhamina, Tanska

Eija-Riitta Venäläinen,  
Ruokavirasto  
Kemian yksikkö, Epäorgaanisen kemian jaosto

Tämä oli toinen DTUn (Technical University of Denmark) järjestämä EURL-MN Workshop. DTU on toiminut 1.3.2018 alkaen metallien ja typpiyhdisteiden EU:n referenssilaboratoriona. Osallistujia workshopissa oli reilut 40 henkilöä eri EU-jäsenmaista ja joistakin jäsenmaista oli useampikin edustaja. Suomea kokouksessa edustivat kummankin NRL:n edustajat; Tullilaboratoriosta Terhi Andersson ja Ruokavirastosta Eija-Riitta Venäläinen.

EURL-MN:n (EURL-MN = EURL for metals and nitrogenous compounds) toimintaan kuuluu raskasmetallien lisäksi typpiyhdisteet (nitraatti, nitriitti, melamiini, urea...). Jatkossa ei keskitytä pelkästään raskasmetalleihin, vaan muitakin alkuaineita on mukana, mm. jodi ja seleeni. Alkuun typpiyhdisteissä keskitytään lähinnä nitraattiin ja nitriittiin ja mahdollisesti melamiiniin. Toiminta hakee vielä muotoaan, alue on laaja niin matriisien kuin yhdisteidenkin suhteen. Monissa puheenvuoroissa toivottiin metallien ja typpiyhdisteiden erottamista omiin workshoppeihin.

### **Avaus**

EUR-MN johtaja Jens J. Sloth:

Vuoden 2019 aikana EURL-MN on järjestänyt kolme PT-kierrosta, workshopin, koulutuksen koskien epäorgaanisen arseenin määrittämistä, johon Ruokavirastosta osallistui tutkija Satu Mykkänen, osallistunut DG Santen teknisiin ja tieteellisiin työryhmiin, tehnyt yhteistyötä EURL ”kontaminanttiklusterissa”, johon kuuluu

- Halogenated POPs in feed and food, (State Institute for Chemical and Veterinary Analysis (CVUA), Freiburg, DE)
- Processing contaminants, (DTU, DK),
- Metals and nitrogenous compounds in feed and food (DTU, DK),
- Mycotoxins and plant toxins, (Wageningen Food Safety Research)

### **Vertailukierrokset**

#### ***PT-01/ As, iAs, Cd, Pb, Hg, I in seaweed meal:***

Direktiivi 2002/32/EC, haitallisista aineista eläinten rehuissa sisältää enimmäispitoisuusrajat (ML) arseenille, kadmiumille, lyijylle ja elohopealle. Korostettiin, että tarvittaessa pitää pystyä määrittämään epäorgaanisen arseenin pitoisuus. Tämä on erityisen tärkeää sellaisten rehujen kohdalla, jotka on valmistettu Hizikia Fugiforme merilevästä.

### ***PT-02/ Cd, Pb, and nitrate in baby food:***

EUn asetuksessa 1881/2006 on asetettu enimmäispitoisuusrajat kadmiumille, lyijylle ja nitraatille. Muistutettiin, että lyijyn ja kadmiumin raja-arvot ovat ”to the product as sold” ja nitraatille ”to the product ready to use”. Lyijyn ja kadmiumin määritysrajalle on esitetty vaatimukset asetuksessa 333/2007. Määritysrajan vaatimus riippuu enimmäispitoisuudesta.

Nitraatti oli ensimmäistä kertaa mukana vertailukierroksella. Jonkin verran keskustelua herätti se, pitikö tulos ilmoittaa jauhetta kohti vai valmista juomaa kohti. Ilmeisesti tulos oli pyydetty jauhetta kohti, vaikka enimmäispitoisuusraja on asetettu käyttövalmiille tuotteelle eli tässä tapauksessa jauhe sekoitetaan tiettyyn määrään vettä, joka sitten on valmis nautittavaksi. Nitraatti oli määritetty mm. HPLC/IC-UV/VIS ja HPLC johtokykydetektorilla sekä spektrofotometrisesti. Taustalla ovat mm. standardit EN12014 eri versioineen.

Ensi kesäkuuksi on alustavasti suunniteltu koulutusta nitraattimääritykseen liittyen.

### ***PT-03/ Cd, Pb, Ni, Cu and Hg on offal (Liver)***

Asetuksessa 1881/2006 on rajat lyijylle ja kadmiumille. Pestisidiasetuksessa 395/2005 on rajat kuparille ja elohopealle, mitä kaikki eivät olleet huomioineet tehdessään vaatimusten mukaisuuden arviointia.

Vuodelle 2020 on suunniteltu seuraavat kierrokset: Kaakao/suklaa: Cd, Pb, Al, Cu ja pakastettu kala: Cd, Pb, Hg, As, iAs, MeHg. Ehdotuksia vertailukierrosten aiheiksi tuli hyvinkin laajalla skaalalla.

### **Kansallisten referenssilaboratoroiden pätevyyden seuranta**

EURL:n tehtäviin kuuluu valvoa kansallisten referenssilaboratorioiden pätevyyttä. EURL-MN seuraa mm. seuraavia asioita: vertailukierroksissa menestyminen, vuosittaisiin workshoppeihin osallistuminen, ovatko määritysrajat linjassa lainsäädännön kanssa eli täyttäväkö LOQ komission asetuksen 333/2006 vaatimukset. Tarkastellaan myös sitä, ovatko NRL:t osanneet arvioida vertailumittausnäytteiden määräystenmukaisuutta oikein. Ensi vuoden workshopissa on yhteenvedo tuloksista.

### **Kuiva-aineen määrittäminen rehuista**

DG Sante on lähettänyt EURL-MN:lle ja EURL-halogenated POPs:lle pyynnön selvittää, miten NRL:t tekevät kuiva-ainemäärityksen. Kysely oli lähetetty 31 laboratoriolle ja siihen vastasi 14 laboratoriota. Rehujen haitallisten aineiden pitoisuudet ilmoitetaan 12% kosteutta kohden direktiivin 2001/32/EC mukaisesti. Komission asetuksessa 152/2009 Annex III on kuvattu, miten kosteus määritetään eri rehumatriiseille. Suurin osa kyselyyn vastanneista kuivasi näytteet 103 asteessa ja muutama 80-85 asteessa vakuumiuunissa. Edellä mainitut EURL:t olivat tehneet pilottitutkimuksen ja verranneet näitä kahta menetelmää ja tulokset olivat useimpien matriisien kohdalla samanlaiset. EURL:ien loppupäätelmä on, että kuivaus 103 asteessa 4 tuntia olisi paras vaihtoehto, mutta ilmeisesti tästä tulee vielä tarkempaa tietoa. Selkeästi on kuitenkin tarvetta kuiva-ainepitoisuuden harmonisointiin.

### **Guidance Document on the Estimation of LOD and LOQ for the measurements in the field of contaminant in feed and food/Technical Report vuodelta 2016**

Opasta ollaan päivittämässä ja harmonisoimassa koskien LOD/LOQ määrittämistä rehujen ja elintarvikkeiden kontaminanttianalytiikassa. Oppaassa on kuvattu eri tapoja määrittää LOD/LOQ. Opas on käytössä kaikissa NRL:ssä muutamaa lukuun ottamatta ja näissäkin määritykset tehdään kuitenkin vastaavalla tavalla kuin

oppaassa on kuvattu. Moni piti opasta kuitenkin suhteellisen raskaslukuisena ja siitä toivottiin selkeämpää. Ehdotettiin, että oppaasta voisi tehdä sähköisen version, jossa olisi laskukaavat valmiina ja näin helpottaisi LOD/LOQ laskemista etenkin, jos oppaan noudattamisesta tulee pakollinen kaikille NRL:lle.

## **Euroopan komission kuulumisia/ Frans Verstraete**

### *Elintarvikkeet*

Valvonta-asetus 2017/625 tulee voimaan 14.12.2019. Artiklassa 34 on kuvattu näytteenotossa, analyseissa, testeissä ja diagnooseissa käytettävät menetelmät.

Metalleille ja jodille merileivissä, halofyyteissä ja merileiväpohjaisissa tuotteissa on voimassa monitorointisuositus johtuen em. tuotteiden lisääntyneestä kulutuksesta tietyissä jäsenmaissa.

Nikkelille on ollut monitorointisuositus elintarvikkeissa ja juomissa vuosina 2016-2018. Komission on esittänyt, että EFSA päivittää tieteellistä nikkeliläusuntoaan huomioiden uusi nikkeliaineisto.

Arsenille on ollut voimassa monitorointisuositus elintarvikkeissa vuosina 2016, 2017 ja 2018. Kadmiumnormit suklaassa astuivat voimaan 1.1.2019. Syy kadmiumin esiintymiseen elintarvikkeissa on pääasiassa kadmiumlannoitteissa.

EFSA on julkaissut tieteellisen lausunnon kromista ja elohopeasta elintarvikkeissa. Elintarvikkeiden elohopeanormit tulevat asetuksesta 1881/2006 kalojen ja ravintolisien osalta, mutta muilta osin normit tulevat pestisidipuolelta, vaikka katsotaankin, ettei elintarvikkeissa esiintyvä elohopea ole enää peräisin 1970-luvun pestisidikäytöstä.

Kontaminanttien siirtämisestä pois direktiivistä 96/23 on keskusteltu vuosikausien ajan ja keskustelu jatkuu edelleen. Kontaminantit on ajateltu siirtää mahdollisesti oman lainsäädännön piiriin. Tähän liittyen komissio on lähettänyt kyselyn jäsenmaille kuullakseen jäsenmaiden tarpeita ja ajatuksia asiasta. Kyselyn tulokset ovat vielä työn alla. Suunnitelmissa on riskiperusteinen valvontasuunnitelma, joka kattaisi EU:n sisämarkkina- ja kolmasmaatuonnin. Kriteerit ja yksityiskohdat ovat keskustelun alla. Joten raskasmetallit ovat vierasainevalvontaohjelmassa ainakin vuonna 2020 ja mahdollisesti vielä vuonna 2021.

### *Rehut*

Muutoksia direktiiviin 2002/32/EC: Arseenin enimmäispitoisuus turpeessa ja leonardiitissa on muuttunut 2→5 ppm. Arseni dimangaanikloriditrihydroksidissa: 30→50 ppm

Elohopea (canned wet feed material for direct feeding) koirille ja kissoille: 0.3 ppm (88 % kuiva-ainetta)

Jäsenmaiden tulee pystyä määrittämään epäorgaaninen arseeni etenkin tietyistä rehumatriiseista. On suositeltavaa, että määritetään sekä kokonaisarseeni ja epäorgaaninen arseeni, jotta saadaan selville näiden suhde.

Kadmium sidosaineissa (binder), paakkuuntumisen estoaineissa ja kupari(I)oksidissa on ollut keskusteluissa. samoin lyijypitoisuuden nosto 10 ppm→50 ppm lemmikkieläinten ruoissa, joissa käytetty riistan lihaa. Asetuksen 152/2009 päivitys on edelleen työn alla (näytteen valmistus, tulosten ilmoittaminen, kosteuden määrittäminen, urean määrittäminen ym.).

