

PERSPECTIVES DE FUTUR DELS LABORATORIS DE CONTROL D'ALIMENTS*

JOHN GILBERT

Ministeri d'Agricultura, Pesca i Alimentació. Laboratori de Ciències de l'Alimentació CSL. Centre d'Investigació de Norwich Colney. Norwich NR4 7UQ (GB)

E*N aquest article s'analitzen els factors que influiran sobre el desenvolupament dels laboratoris de control d'aliments de la Unió Europea els pròxims anys. Es considera que aquestes tendències respondran als esforços que es duen a terme per uniformar i estandarditzar als estats membres de la Unió Europea aspectes tals com l'acreditació i la participació en assaigs interlaboratoris, l'ús de mètodes analítics validats i l'estandardització de procediments interns de control de qualitat. Al mateix temps es produiran millores i canvis continus en la metodologia analítica, tot i que es creu que la sensibilitat analítica no experimentarà la mateixa tendència a millorar. Es preveu un millorament de l'especialitat de les anàlisis alimentàries i es considera que els laboratoris de control tindran un major accés a la GC/MS (cromatografia de gasos/espectrometria de masses) de laboratori i que la LC/MS (cromatografia líquida/espectrometria de masses) s'abaratirà i s'utilitzarà de manera més rutinària. Es necessitaran més anàlisis i es treballarà per desenvolupar mètodes per analitzar múltiples analits i incrementar l'ús de procediments automatitzats.*

INTRODUCCIÓ

En aquest article analitzem les perspectives de futur dels laboratoris de control d'aliments des del punt de vista de les anàlisis químiques, o sia, centrant-nos en els contaminants químics més habituals, les anàlisis de composició i els additius alimentaris, sense tenir en compte la contaminació microbiològica. Pel que fa a les tendències futures, cal considerar dos factors diferents. D'una banda, els que en podríem dir factors externs (operatius), com el desenvolupament de regulacions i la uniformització de controls per part de la Comissió Europea, que tenen per objectiu l'estandardització i l'esta-

bliment d'equivalències en el control d'aliments. Els desenvolupaments que resulten d'aquests factors es consideren principalment des del punt de vista de la millora dels estàndards de qualitat. D'altra banda, els desenvolupaments científics, com les innovacions metodològiques, també poden influir en la futura aplicació dels controls d'aliments, cosa que pot suposar una millora de l'eficàcia i un ús més òptim de les anàlisis d'aliments.

MESURES ORGANITZATIVES QUE DETERMINARAN LES TENDÈNCIES FUTURES

La directriu sobre mesures addicionals per al control d'aliments,¹ que els estats

* Original per a TECA en anglès.
Podeu demanar-ne una còpia.

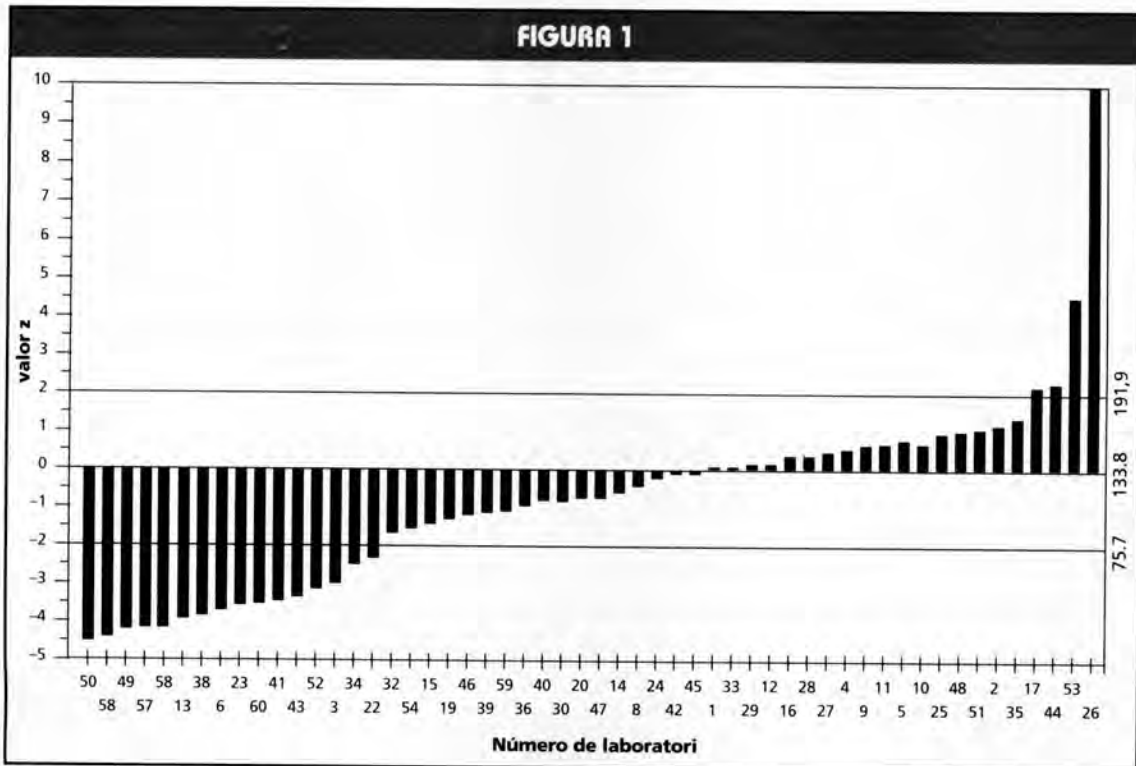
membres hauran d'aplicar a partir del novembre de 1998, determina que els laboratoris de control d'aliments han de ser acreditats segons l'ISO 25 (EN45002) i han d'intervenir en programes d'assaigs interlaboratoris. En general, l'acreditació controlarà i estandarditzarà:

- El manteniment i el calibratge d'instruments.
- La formació i l'aptitud del personal.
- La documentació i l'arxivament de resultats.
- La documentació de metodologia.
- L'aplicació dels principis de control de qualitat.

A la Gran Bretanya, de l'acreditació, se'n fa càrrec l'UKAS (abans NAMAS) o qualsevol altre organisme d'acreditació membre de la Cooperació Europea per a l'Acreditació de Laboratoris (EAL). Per satisfer els requisits necessaris per participar en els assaigs interlaboratoris, els laboratoris de control d'aliments de la Gran Bretanya participen en el programa d'assaigs interlaboratoris d'aliments anomenat FAPAS.² De fet, en aquest programa poden participar laboratoris de fora de la Gran Bretanya; d'un total de 411

participans (juliol de 1996) més de 200 són de fora de la Gran Bretanya. El programa comprèn l'anàlisi de components nutritius, anàlisi percentual, contaminants d'aliments tals com pesticides, fàrmacs veterinaris, micotoxines i elements traça, com també proves de la capacitat analítica genèrica en àrees com l'HPLC (cromatografia líquida d'alta resolució) i la CG. A intervals de tres mesos es distribueixen als laboratoris que participen al FAPAS mostres contaminades de manera natural o productes alimentaris normals que s'han sotmès a proves d'homogeneïtat. Els participants han d'informar dels resultats en un període de dos mesos i els valors z (que indiquen si el rendiment és satisfactori o no ho és) es donen al cap d'un mes. A la figura 1 es mostra el format d'un informe FAPAS característic per a l'anàlisi de l'aflatoxina B₁, en pistatxo. S'hi pot observar com els laboratoris amb valors que queden fora de l'interval z ± 2 tenen un rendiment qüestionable o no satisfactori.

La Directiva de Control d'Aliments influirà sens dubte en la manera de fer les coses: els laboratoris adaptaran procediments més formals i faran servir mesures internes de control de qualitat analítica més estrictes. La participació en assaigs interlaboratoris,



Valors z del FAPAS per a l'anàlisi de l'aflatoxina B₁ en festuc, on el nivell mitjà de contaminació va ser de 133,8 g/kg. Un total de 54 laboratoris van participar en aquesta sèrie del FAPAS, i d'aquest total, 20 (37 %) es van considerar no satisfactoris.

molt relacionada amb l'acreditació, farà que els laboratoris s'esforcin per assolir resultats precisos i a l'últim suposarà l'exclusió de laboratoris deficientes o amb instal·lacions inadequades i personal mal preparat.

L'efecte global seria una millora de la qualitat dels resultats i una uniformització dels estàndards dels laboratoris de control d'aliments dels diferents estats membres de la Unió Europea.

Igualment s'estan fent esforços per mirar de controlar la manera com treballen els laboratoris. La IUPAC/AOAC Internacional planteja una iniciativa (adoptada per Codex) per establir estàndards per al control intern de qualitat,³ per tal de determinar el nombre de rèpliques que s'han de fer, el nombre de blancs que s'han d'analitzar, estipular l'ús de materials de control (referència), mantenir gràfics de control i verificar les recuperacions. Al mateix temps es pretèn normalitzar la selecció dels mètodes analítics dels laboratoris, ja sia implantant l'obligació de complir

unes característiques mínimes de rendiment estipulades, ja sia especificant aquests mètodes. L'Organització de Normalització Europea (CEN) centra les seves activitats en els mètodes horitzontals d'anàlisi d'aliments (CEN TC 275) per desenvolupar mètodes analítics estandarditzats en els sectors sulfits (WG 1), edulcorants intensos (WG 2), pesticides (WG 3/4), micotoxines (WG 5),

nitrat/nitrit (WG 6) i mètodes per a la detecció d'aliments irradiats (WG 7). A més, la CEN TC 194 treballa en el desenvolupament d'estàndards per a proves de migració de materials en contacte amb aliments i fins ara ja s'han publicat 12 ENV sobre mètodes de migració global.

L'efecte total a llarg termini d'aquestes diferents accions hauria de ser una consecució progressiva d'estàndards comuns als laboratoris de control d'aliments, sobretot pel que fa als estàndards de qualitat. No obstant això, aquestes mesures tenen l'inconvenient que redueixen la individualitat dels laboratoris i poden arribar a ofegar la innovació. D'altra banda, des de Brussel·les s'intentarà marcar certes prioritats dels laboratoris

de control, com les que ja vàiem en àrees com residus de fàrmacs veterinaris i pesticides, on s'exigeix la presentació d'un nombre mínim de resultats per any per a les combinacions analit/matriu amb objectius d'aplicació i control.

CONSIDERACIONS ANALÍTIQUES QUE INFLUEIXEN SOBRE LES TENDÈNCIES FUTURES

Durant els últims deu o quinze anys hem tendit a perfeccionar la sensibilitat dels instruments i així hem millorat els límits de detecció de la majoria d'analits. Malauradament, en molts casos això ha fet que es detectessin i es constataessin contaminants als aliments a nivells molt inferiors als d'interès toxicològic i fins i tot inferiors als nivells als quals és possible d'avaluar la significació toxicològica. Per exemple, els resultats de les anàlisis de dioxines en aliments es donen en ng/kg, un nivell molt per sota del que qualsevol valoració toxicològica pot determinar. És poc probable que aquesta tendència es continuï desenvolupant, ja que en molts casos s'ha establert un *llindar d'interès regulador*. Als Estats Units, en el cas del control de migració dels materials d'envasament d'aliments s'ha fixat un límit de 0,5 ppb en la dieta.

Els últims anys s'ha aconseguit de millorar l'especificitat de la detecció i incrementar la confiança en la identificació correcta mitjançant un major accés a l'espectrometria de masses gràcies a l'abaratiment dels sistemes GC/MS de laboratori. Actualment la GC/MS acostuma a ser el mètode primari de detecció de certs contaminants alimentaris als laboratoris de control d'aliments i aquesta tendència continuarà vigent en el futur. L'electrosprai i la ionització de pressió atmosfèrica (APCI) proporciona un tipus d'acoblament per a la LC/MS d'una qualitat desconeguda fins ara. Això obre, per primera

Amb la Directiva de Control d'Aliments els laboratoris adoptaran procediments més formals i faran servir mesures internes de control de qualitat analítica més estrictes.

S'estan fent esforços per mirar de controlar la manera com treballen els laboratoris. Aquestes mesures tenen l'inconvenient que redueixen la individualitat dels laboratoris i poden arribar a ofegar la innovació.

Durant els últims deu o quinze anys hem millorat els límits de detecció de la majoria d'analits. Això ha fet que es detectessin i es constataessin contaminants als aliments a nivells molt inferiors als d'interès toxicològic.

vegada, la possibilitat d'utilitzar la LC/MS en anàlisis de rutina, per exemple, per determinar pesticides com el diflubenzuron i la clofentezina en suc de fruita⁴ i el diflubenzuron en bolets.⁵ Tot i que ara com ara la LC/MS encara és una tècnica sofisticada s'espera que en els pròxims anys li passi el mateix que ha passat amb la GC/MS i es produeixi un abaratiment de la instrumentació LC/MS i una introducció similar d'instru-

ments de laboratori de maneig més fàcil.⁶ Així s'incrementarà la confiança en la identificació d'analits mitjançant HPLC i s'ampliarà l'abast d'aquesta tècnica a analits que fins ara no s'han pogut detectar amb prou sensibilitat i especificitat.

Els mètodes immunoquímics han tingut un impacte significatiu els últims anys en el camp químic i en un principi s'esperava amb gran expectativa que tinguessin el mateix impacte en el camp de l'anàlisi d'aliments. No obstant això, la principal diferència és que amb els aliments, independentment de la fase analítica determinativa, no es pot evitar l'etapa d'extracció de mostres, que requereix molt de temps, mentre que en el camp clínic, en el cas de mostres de plasma i orina, això planteja menys problemes. D'altra banda, les matrius d'aliments semblen més propenses a les interferències i en alguns casos cal fer un *clean up* de les mostres, la qual cosa comença a desvirtuar l'ús d'un sistema immunoquímic ràpid. Els mètodes immunoquímics com l'ELISA no serveixen com a sistemes multiresiduals i això encara es limita més l'aplicació a l'àrea de control d'aliments. En el futur es pot produir una tendència a un major ús dels mètodes immunoquímics i fins i tot de la tecnologia *dipstick* en l'àrea de l'anàlisi de residus de fàrmacs veterinaris, on les proves es fan amb mostres d'orina a l'escorxador, i igualment es pot produir un increment de l'ús de les immunoanàlisis en la detecció de certs pesticides i altres contaminants en l'anàlisi d'aigües.

L'ús de tècniques immunològiques sí que ha tingut un impacte considerable en el de-

senvolupament de columnes d'immunoafinitat per al *clean up* de les mostres. En àrees com ara l'anàlisi de micotoxines, el *clean up* de les mostres es du a terme amb una gran facilitat. Per exemple, en el cas de l'aflatoxina M₁ de la llet, la mostra es pot aplicar directament a la columna d'afinitat, i un cop rentada la columna, la toxina s'elueix i s'obté una forma sense coextractius que es pot utilitzar directament en l'anàlisi per HPLC.⁷ Les columnes d'immunoafinitat permeten dur a terme l'anàlisi multiresidual. Per exemple, en l'àrea de residus de fàrmacs veterinaris, usant anticossos barrejats, s'han preparat columnes reutilitzables per a la purificació de determinats fàrmacs específics. Les columnes d'immunoafinitat també ofereixen la possibilitat de automatitzar el *clean up* de mostres, de manera que l'anàlisi completa des de l'extracte cru de mostres fins a la determinació final es pot realitzar automàticament. En el futur s'incrementarà l'ús d'aquest tipus d'automatització,⁸ que reduirà el cost de les determinacions, obrirà la possibilitat d'analitzar un major nombre de mostres i millorarà la representativitat del mostatge.

Malauradament, la presa de mostra encara és un àrea sovint negligida i per bé que en general se'n reconeix la importància, s'ha prestat poca atenció a l'hora de garantir l'obtenció d'una mostra representativa. En algunes àrees, com en el cas de les micotoxines, se sap que la contaminació és molt heterogènia i es treballa en el desenvolupament de règims de mostatge pràctics i ben fonamentats.⁹ En altres àrees, com en el cas dels residus de pesticides, no s'ha reconegut fins fa poc que la contaminació no és uniforme i que, per exemple, poden existir variacions significatives dels nivells de residus entre exemplars diferents de pastanagues o pomes com a reflex de la variació dels nivells d'aplicació de pesticides entre un exemplar i un altre.¹⁰

Tot i que s'admet que sovint els règims de mostatge són poc adequats, el factor més concloent a l'hora de decidir quantes mostres s'analitzen és el cost de les determi-

La presa de mostra encara és una àrea sovint negligida i per bé que en general se'n reconeix la importància, s'ha prestat poca atenció a l'hora de garantir l'obtenció d'una mostra representativa.

nacions individuals. Amb la introducció de mètodes de detecció més barats i amb la tendència cap a l'automatització serà possible augmentar el nombre de mostres analitzades i per tant aconseguir que la presa de mostra sigui més representativa.

CONCLUSIONS

Tot sembla indicar que en el futur es continuarà treballant per millorar la qualitat de les dades analítiques generades pels laboratoris de control d'aliments, i en alguns casos això s'aconseguirà per mitjà de l'acreditació, de mètodes analítics validats i del compliment obligat de certes mesures internes de qualitat, que, ara com ara, es

deixen a la discreció del personal del laboratori. Aquesta tendència, destinada a establir equivalència en el sector del control d'aliments, comportarà inevitablement una major estandardització. Sembla que en el futur probablement decaurà l'afany per obtenir límits de detecció cada vegada més baixos. No obstant això, es recorrent molt més a l'ús rutinari de la GC/MS i es farà una major utilització de la LC/MS, cosa que permetrà analitzar alguns dels components d'aliments més difícils de tractar. Igualment la millora de les tècniques de purificació de mostres facilitarà les anàlisis, però caldrà demanar-les cada vegada més la determinació de múltiples analits. Així mateix es produirà una tendència cap a la major utilització de l'automatització per satisfer la creixent necessitat d'analitzar un nombre més elevat de mostres.

REFERÈNCIES

1. EEC, 1993. Council Directive 93/99/EEC on the Subject of Additional Measures Concerning the Official Control of Foodstuffs. «Official Journal, L290, 24/11/93.
2. PATEY, A. L., 1996, Quality in quantities. «Chemistry in Britain», 32, 35-37.
3. THOMPSON, M., and WOOD R., 1995, Harmonised guidelines for internal quality control in analytical chemistry laboratories. «Pure and Appl. Chem.», 67, 649-666.
4. BARNES, K. A.; FUSELL, R. J.; STARTIN, J. R.; THORPE, S. A. and REYNOLDS, S. L., 1995: Determination of the pesticides diflubenzuron and clofentezine in plums, strawberries and blackcurrant-based fruit drinks by high performance liquid chromatographic/atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry. «Rapid Commun. Mass Spectrom», 9, 1441-1445.
5. BARNES, K. A.; STARTIN, J. R.; THORPE, S. A.; REYNOLDS, S. L. and FUSELL, R. J.; 1995: Determination of the pesticide diflubenzuron in mushrooms by high-performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry. «J. Chromatogr.», 712, 85-93.
6. GILBERT, J. 1996: Analysis of food contaminants by combined liquid chromatography - mass spectrometry (LC-MS). In «Progress in Food Contaminant Analysis». Edited by J. Gilbert. (Blackie Academic and Professional: London). pp: 254-304.
7. MORTIMER, D. N.; GILBERT, J. and SHEPHERD, M. J.; 1987: Rapid and highly sensitive analysis of aflatoxin M₁ in liquid and powdered milks using affinity column cleanup. «J. Chromatogr.», 407, 393-398.
8. SHARMAN, M., MACDONALD, S. and GILBERT, J.: Automated liquid chromatographic determination of ochratoxin A in cereals and animal products using immunoaffinity column clean-up. «J. Chromatogr.», 603, 285-289.
9. SHARMAN, M., MACDONALD, S. SHARKEY, A. J. and GILBERT, J., 1994: Sampling bulk consignments of dried figs for aflatoxin analysis. «Food Additives and Contaminants», 11, 17-23.
10. MINISTRY OF AGRICULTURE FISHERIES AND FOOD. 1995. Annual Report of the Working Party on Pesticide Residues: 1994. «Supplement to the pesticides Register», 1995. (London: HMSO) pp. 8, 129.