



JORNADAS DE REFERENCIA SOBRE MICOTOXINAS, TOXINAS DE LAS PLANTAS Y CONTAMINANTES DEL PROCESADO

(14 de Junio de 2022)

María Nogueiras

Unidad de Toxinas y Contaminantes del Procesado
Centro Nacional de Alimentación (AESAN)



UNIDAD DE TOXINAS Y CONTAMINANTES DEL PROCESADO

Gracias!



Rafael Cabanillas
Isabel García
Sara Martín
Almudena Illescas
Esther Sierra
María Dolores Mamblona
Daniel Benjumea
Cristina Herrero
Mercedes Escaso
Ramón Hidalgo
Jesús Muro
Clara Ibáñez
María J. Nogueiras



EJERCICIOS APTITUD CNA Y EURL

- Acrilamida en cereales infantiles
- Ocratoxina A en vino
- Ejercicios intercomparación EURL-PC y EURL-MYC



ESTUDIOS COORDINADOS

- Ésteres MDCP en preparados para lactantes
- Alcaloides tropánicos en alimentos infantiles
- Alimentos irradiados



NOVEDADES ANALÍTICAS

- Reglamento criterios métodos analíticos
- Muestras blancas, límite de cuantificación, etc.

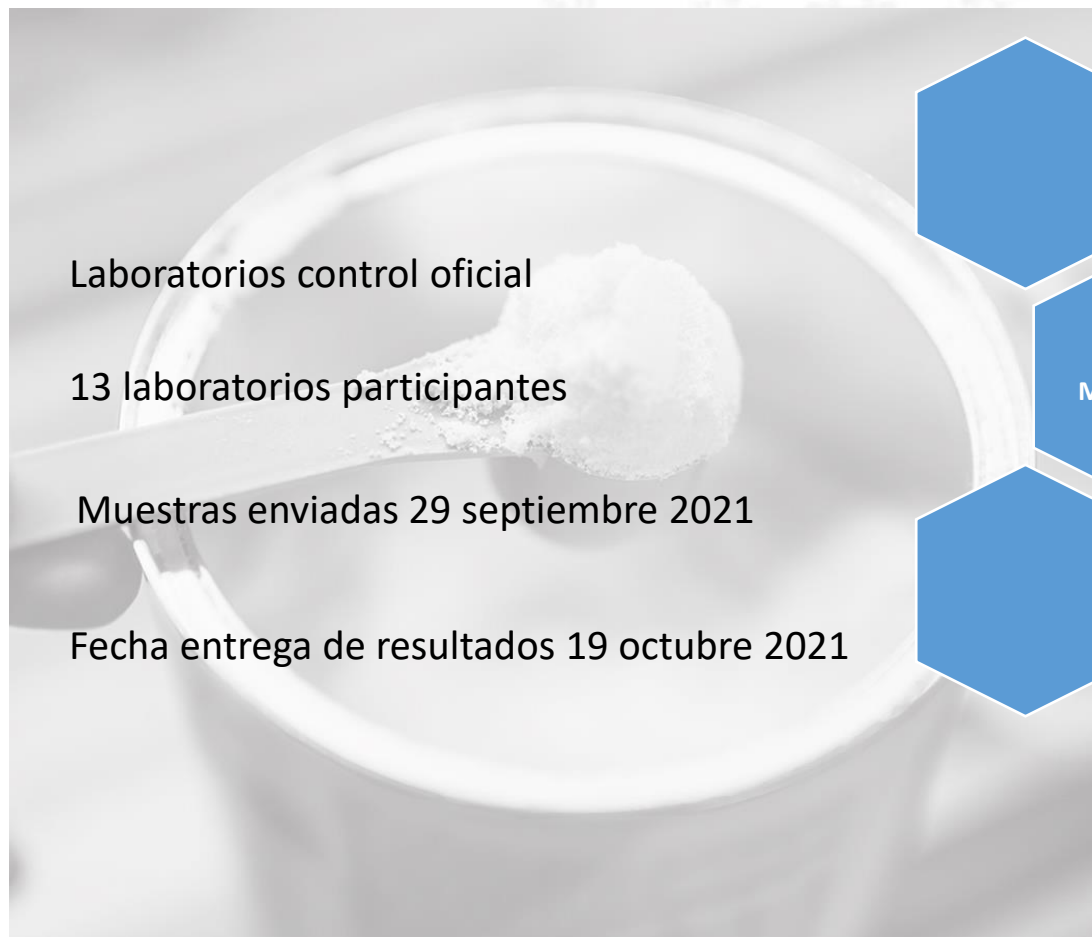
RESULTADOS EJERCICIOS INTERCOMPARACIÓN

- Acrilamida en cereales infantiles (CNA)
- Ocratoxina A en vino (CNA)
- Furano, alquifuranos y acrilamida en cereales infantiles (EURL)
- Ésteres de MCPDs en alimento infantil en polvo (EURL)
- Alcaloides tropánicos en harina (EURL)



Ensayo de intercomparación para el análisis de acrilamida en cereales infantiles

CNA-AA-02/2021

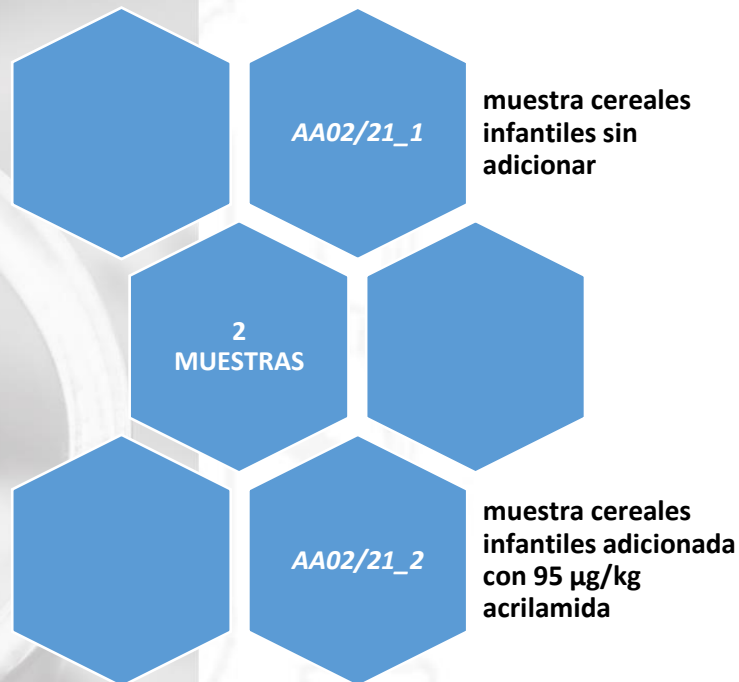


Laboratorios control oficial

13 laboratorios participantes

Muestras enviadas 29 septiembre 2021

Fecha entrega de resultados 19 octubre 2021



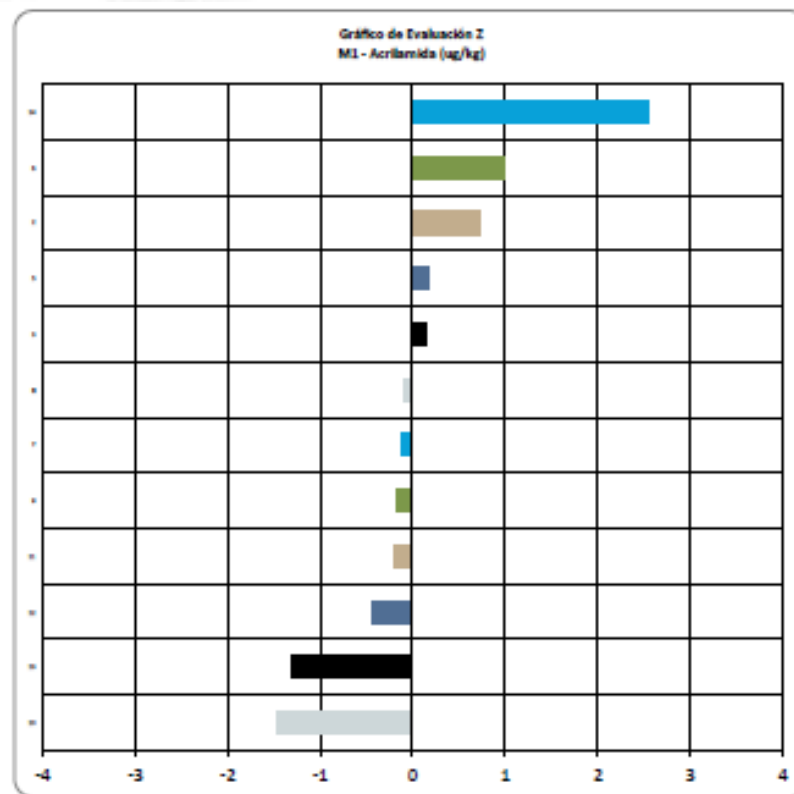
Ensayo de intercomparación para el análisis de acrilamida en cereales infantiles

$$Z\text{-score} = \frac{(\bar{X}_i - X_{pl})}{\sigma_{pl}}$$

Si $u(X_{pl}) > 0,3 * \sigma_{pl}$ se emplea el valor z'score

$$Z'\text{-score} = \frac{X_i - X_{pl}}{\sqrt{\sigma_{pl}^2 + u^2(X_{pl})}}$$

- Satisfactorio: $|z| \leq 2$
- Cuestionable: $2 < |z| \leq 3$
- No satisfactorio: $|z| > 3$



Muestra	Parámetro	Labs.	Nº Lab.		Sigma	Z ≤ 2	2 < Z ≤ 3	Z > 3	r
			Asignantes del valor	V. Asignado					
M1	Acrilamida (ug/kg)	13	8	94,56	20,8035	11	1	1	38,85
M2	Acrilamida (ug/kg)	13	-	<20,00	6,6667	12	0	1	-

Ensayo de intercomparación para el análisis de acrilamida en cereales infantiles

MÉTODO DE ANÁLISIS



EXTRACCIÓN

- Agua con ácido acético
- Agua con ácido fórmico

Expresar resultado analítico corregido por la recuperación, cuando haya etapa de extracción (Reglamento (EC) 333/2007)



PURIFICACIÓN

- 10 labs purificación SPE
- 2 labs ninguna purificación

LOQ deben ser adecuados con respecto al límite máximo recomendado (40 $\mu\text{g}/\text{kg}$)



DETECCIÓN

- 1 lab HRMS orbitrap
- 13 labs HPLC-MSMS
- 3 labs acrilamida $^{13}\text{C}_3$ / 11 labs acrilamida D_3

Método de elección de los participantes

Ensayo de intercomparación para el análisis de Ocratoxina A en vino

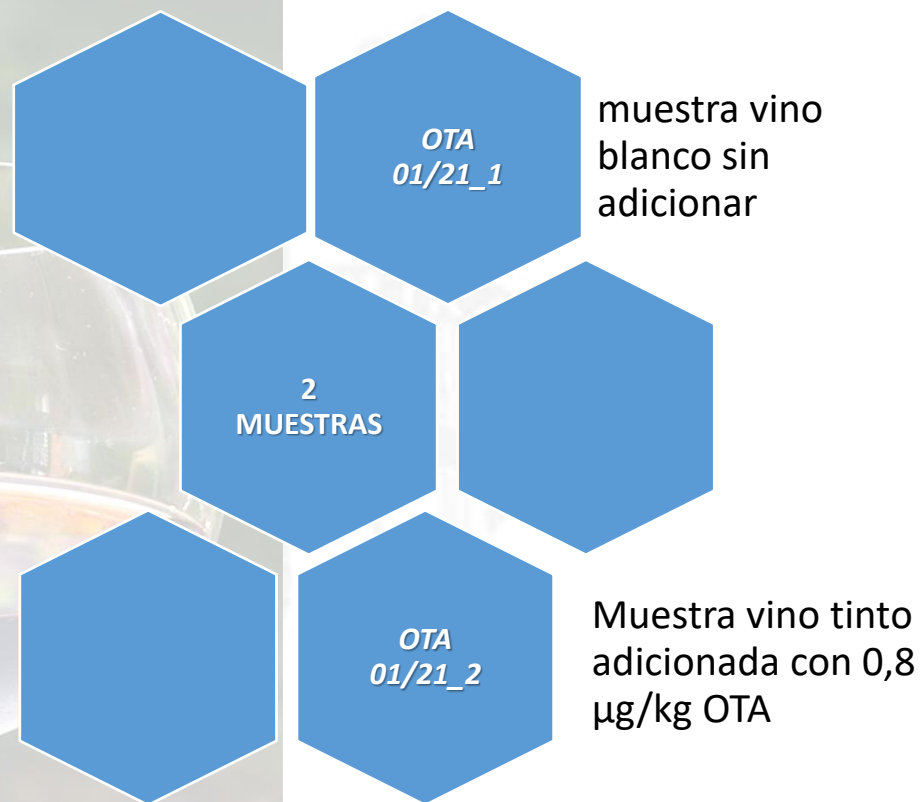
CNA-OTA-02/2021

Laboratorios control oficial

17 laboratorios participantes

Muestras enviadas el 28 de septiembre de
2021

Fecha entrega de resultados 18 octubre
2021



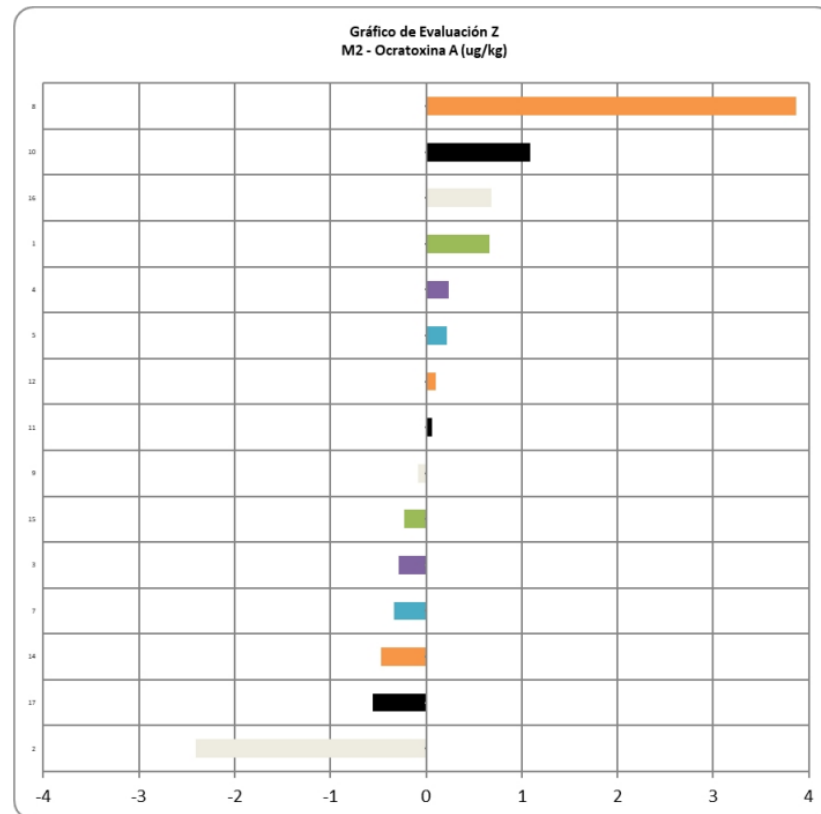
Ensayo de intercomparación para el análisis de Ocratoxina A en vino

$$Z\text{-score} = \frac{(X_i - X_{pl})}{\sigma_{pl}}$$

Si $u(X_{pl}) > 0,3 * \sigma_{pl}$ se emplea el valor z'score

$$Z\text{-score} = \frac{X_i - X_{pl}}{\sqrt{\sigma_{pl}^2 + u^2(x_{pl})}}$$

- Satisfactorio: $|z| \leq 2$
- Cuestionable: $2 < |z| \leq 3$
- No satisfactorio: $|z| > 3$



Muestra	Parámetro	Nº Lab. Labs.	Asignantes del valor	V. Asignado	Sigma	$ Z \leq 2$	$2 < Z \leq 3$	$ Z > 3$	r
M1	Ocratoxina A (µg/kg)	14	-	<0,50	0,1667	14	0	0	-
M2	Ocratoxina A (µg/kg)	16	12	1,11	0,3330	14	1	1	0,63

Ensayo de intercomparación para el análisis de Ocratoxina A en vino

MÉTODO DE ANÁLISIS



EXTRACCIÓN

- Agitación manual/ vortex
- 1 lab ULTRATURRAX



PURIFICACIÓN

- 5 labs purificación SPE
- 7 labs columnas inmunoafinidad
- 4 labs ninguna purificación



DETECCIÓN

- 1 lab LC-MS
- 5 labs HPLC-MSMS
- 10 labs HPLC-FLD

IMPORTANTE! 
Entidad Nacional de Acreditación

5 Labs métodos no acreditados

Expresar resultado analítico corregido por la recuperación, salvo %RC 90-110% (Reglamento (EU) 401/2006)

LOQ deben ser adecuados con respecto al límite máximo permitido (2 µg/kg)

Método de elección de los participantes



Ejercicios de aptitud EURL



EURL-PC PT-2020-05
Furan, alkylated furans and acrylamide in baby food
Final report

2 / 26
4 / 37

Amelle Sina Wilde
KIT Granby
Anwid Fromberg (Coordinator)
EURL-PC: EURL-PC@dtu.dk

EURL-PC PT-2021-07 PAH in plant material - Final report

2 / 35

Amelle Sina Wilde
Lene Duedahl Olsen (Coordinator)
EURL-PC: EURL-PC@food.dtu.dk

EURL-PC PT-2021-06 for furan and alkylated furans in cereals – final report

2 / 24

Proficiency test for tropane alkaloids in food and feed matrices

2 / 38

EURLPT-MP04 (2020)

EURL-PC PT-2020-04
3-MCPD esters, 2-MCPD esters and glycidyl esters in powdered infant formula
Final report

2 / 23



Ejercicios de aptitud EURL



Kgs. Lyngby 4th April 2022

European Reference Laboratory for Processing Contaminants Proficiency Test EURL-PC PT-2022-09 Acrylamide in dry cereal based baby food



Participants

According to Regulation (EU) No 2017/625 it is the duty as an EU member state NRL to participate in PTs organised by the EURL-PC if you hold a mandate for acrylamide for this type of matrix. If your laboratory is obliged to participate and you do not participate in this PT, the Commission expect an explanation for non-participation.

If a NRL would like its OfLs to participate in this PT, there would be a fee of €250 incurred per OfL participating. The total fee will be invoiced to the corresponding NRL. The EURL-PC will send the corresponding NRL all the test items, and it would be the responsible of said NRL to deliver the test materials to its OfL. It is the responsibility of the OfL to register in the EURL web-tool before the deadline as well as submitting results and method information using the EURL web-tool.

Nº 655 Centro Nacional de Alimentación



Fecha: 03/03/2022

Comunicación de Laboratorio

ANUNCIO: CONVOCATORIA DE PARTICIPACIÓN EN EL EJERCICIO DE APTITUD ORGANIZADO POR EL EURL-PC PARA LA DETERMINACIÓN DE ACRILAMIDA EN ALIMENTO INFANTIL A BASE DE CEREALES

María Nogueiras
Unidad de Toxinas y Contaminantes del procesado
Área Química
Código: TD02/22

El laboratorio europeo de referencia de contaminantes del procesado (EURL-PC), ha comunicado la apertura del plazo de inscripción para la participación en un ejercicio de aptitud relativo a la determinación de acrilamida en alimentos infantiles en polvo a base de cereales. El envío de muestras está previsto para el próximo 4 de abril de 2022 con un plazo de 1 mes para la remisión de los resultados.

Este ejercicio será accesible a los laboratorios de control oficial de los Estados Miembros que estén interesados, con un coste de 250 € (sin IVA). El abono de esta cantidad se llevará a cabo directamente al EURL, siguiendo sus instrucciones.

Se enviará a cada participante una única muestra de aproximadamente 30 gramos. La matriz será alimento infantil en polvo a base de cereales.

El plazo de inscripción sea abierto a día 3 de marzo de 2022 y los laboratorios de control oficial que deseen participar deberán proceder a su inscripción antes del día 14 de marzo e informar al CNA de su intención de participar. Para laboratorios que participen por primera vez en un ejercicio de aptitud del EURL-PC, deberán rellenar el formulario adjunto y enviarlo al EURL-PC@food.dtu.dk antes del 14 de marzo.

A los laboratorios que comuniquen al CNA su deseo de participar en este ejercicio, se les remitirá inmediatamente desde el CNA una carta de consentimiento que deberán devolver firmada para que el CNA, como Laboratorio Nacional de Referencia, pueda tener acceso a los resultados y permitir así el oportuno seguimiento en cumplimiento de las tareas encomendadas en el 2017/625 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 15 de marzo de 2017 sobre los controles oficiales efectuados para garantizar la verificación del cumplimiento de la legislación en materia de piensos y alimentos y la normativa sobre salud animal y bienestar de los animales.

Además del formulario de inscripción, se adjunta la invitación enviada por el EURL para la participación en el ejercicio.

Para cualquier consulta o comentario sobre esta Comunicación, contactar con María Nogueiras
Teléfono: 91 3380221 Correo-e: mnogueiras@aesan.gob.es

Centro Nacional de Alimentación
Carretera de Pozuelo a Majadahonda Km 5.1. Majadahonda 28220
Teléfono: 91-3380684 Fax: 91-3380680 Correo-e: ona-dirección@aesan.gob.es

EJERCICIOS INTERCOMPARACIÓN PARA 2022

- Aflatoxina M1 en leche
- Hidrocarburos aromáticos policíclicos en cárnicos ahumados



EJERCICIOS DE APTITUD CNA 2022: aflatoxina M1 en leche



- Se enviarán dos muestras de leche
- Método de elección del participante
- Fecha envío: 20 junio
- Fecha límite inscripción: 15 junio**
- Fecha envío resultados: 18 julio

¡Importante!



EJERCICIOS DE APTITUD CNA 2022: hidrocarburos aromáticos policíclicos en cárnicos ahumados



- Se enviarán dos muestras de cárnicos
- Método de elección del participante
- Fecha envío: 20 junio
- Fecha límite inscripción: 15 junio**
- Fecha envío resultados: 18 julio

¡Importante!



ESTUDIOS Y PLANES COORDINADOS

- Ocratoxina A en queso y jamón y paleta curados (2021)
- Alcaloides tropánicos en cereales infantiles con maíz (2022)
- Ésteres de MCPDs en alimentos infantiles (2022)
- Alimentos irradiados (2022)



Estudio prospectivo Ocratoxina A en jamón y paleta curados y queso curado

2021

Informe de resultados del estudio prospectivo para la determinación de ocratoxina A en jamón y paleta curados y queso curado.
(EP 03 21)

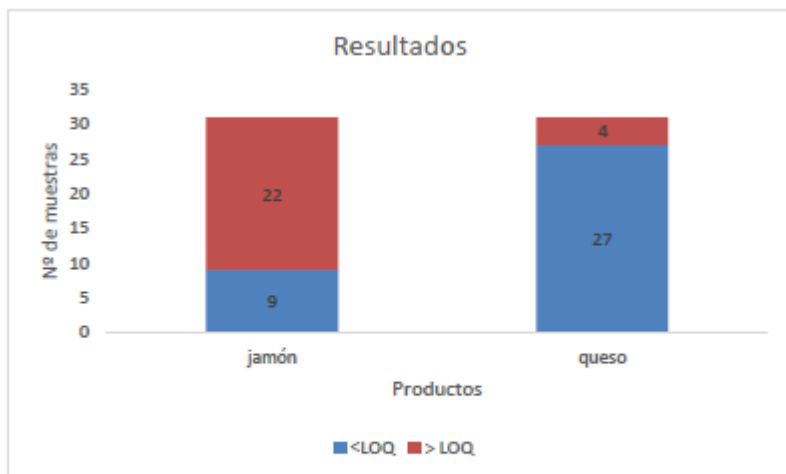


Imágenes extraídas de <https://istock.com/es/>

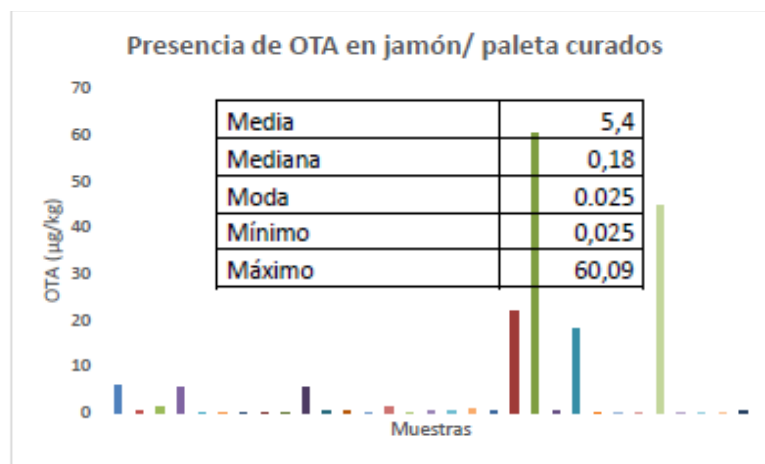


- 10 CCAA
- 31 muestras jamón y paleta
- 31 muestras queso

Estudio prospectivo Ocratoxina A en jamón y paleta curados y queso curado



- Niveles OTA entre moderados y bajos
- Jamón < 1µg/kg (21 de 31 muestras)
- Queso < LOQ
- Dentro rango opinión EFSA 2020



➤ **Opinión EFSA 31/03/2020** : posibles riesgos para determinados grupos de población

Estudio coordinado ésteres de ácidos grasos de 2- y 3- MCPD y ésteres glicidílicos

PROTOCOLO DEL ESTUDIO COORDINADO PARA LA DETERMINACIÓN DE ÉSTERES DE ÁCIDOS GRASOS DE 2- Y 3-MONOCOROPROPANO-1,2-DIOL (2- Y 3-MCPD) Y DE ÉSTERES GLICIDÍLICOS DE ÁCIDOS GRASOS EN PREPARADOS PARA LACTANTES Y DE CONTINUACIÓN (EC 01 22 MCPD)



- 9 CCAA
- 33 muestras de preparados para lactantes y de continuación
- Análisis en el CNA

AÑO	2022						2023		
	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic	Ene	Feb	Mar
Remisión de muestras	■	■							
Análisis en CNA			■	■	■	■			
Emisión Informes de Ensayo CNA					■	■			
Envío de resultados de CCAA					■	■			
Informe final AESAN							■	■	■

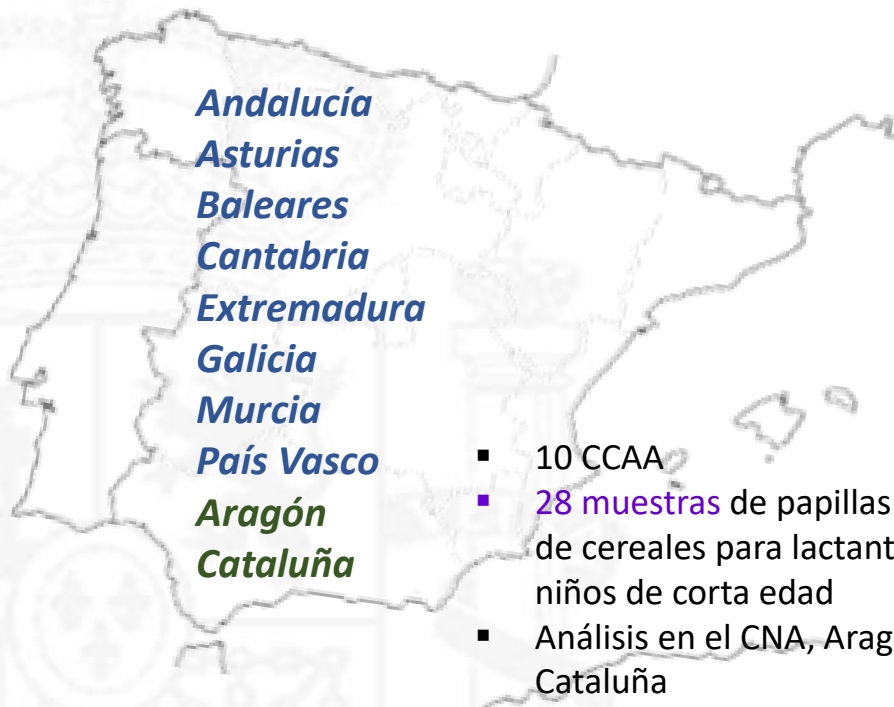
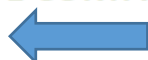


Estudio coordinado alcaloides tropánicos

PROTOCOLO DEL ESTUDIO COORDINADO PARA LA DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES TROPÁNICOS EN PAPILLAS A BASE DE CEREALES EN POLVO PARA LACTANTES Y NIÑOS DE CORTA EDAD QUE CONTENGAN

MAÍZ

(EC 02 22 TRO)



- 10 CCAA
- 28 muestras de papillas a base de cereales para lactantes y niños de corta edad
- Análisis en el CNA, Aragón y Cataluña

AÑO	2022											2023	
	Etapa/mes	Mar	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic	Ene	Feb
Remisión de muestras	Orange	Orange											
Análisis			Blue	Blue	Blue	Blue	Blue	Blue					
Emisión informe de ensayo CNA									Orange	Orange			
Envío de resultados de CCAA									Green	Green			
Informe AESAN											Purple	Purple	Purple





Plan de control coordinado de ALIMENTOS IRRADIADOS

L 66/16

ES

Diario Oficial de las Comunidades Europeas

13. 3. 1999

DIRECTIVA 1999/2/CE DEL PARLAMENTO EUROPEO Y DEL CONSEJO
de 22 de febrero de 1999
relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre
alimentos e ingredientes alimentarios tratados con radiaciones ionizantes



Bruselas, 24.2.2021
COM(2021) 79 final

INFORME DE LA COMISIÓN AL PARLAMENTO EUROPEO Y AL CONSEJO
relativo a los alimentos e ingredientes alimentarios tratados con radiaciones ionizantes,
correspondiente a los años 2018-2019

28 estados miembros y Noruega

Plan de control coordinado de ALIMENTOS IRRADIADOS

156 muestras de alimentos susceptibles de ser sometidos a tratamiento con radiaciones ionizantes

- 63 muestras hierbas aromáticas y especias, ambas secas
- 41 muestras hierbas para infusión
- 22 muestras hortalizas y legumbres desecadas
- 20 muestras frutas desecadas, y en particular:
 - Fresa
 - Manzana
 - Melón
 - Mango
 - Piña
 - Papaya
 - Kiwi
 - Uvas pasas
- 10 muestras frutos secos con cáscara



AÑO	2022								
Etapa/mes	Abr	May	Jun	Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic
Remisión de muestras									
Análisis									
Envío informe de ensayo									

Análisis en el Centro Nacional de Alimentación



CRITERIOS ANALÍTICOS

- Repetibilidad
- Reproducibilidad
- Porcentaje de recuperación
- Límite cuantificación



- Repetibilidad
- Reproducibilidad
- Reproducibilidad intermedia
- Precisión
- Límite cuantificación



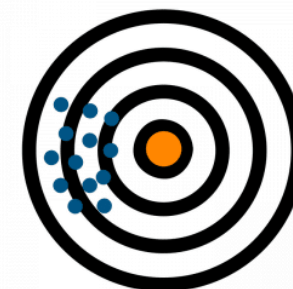
COMMISSION IMPLEMENTING REGULATION

amending Regulation (EC) No 401/2006 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of mycotoxins in foodstuffs.

CRITERIOS DEL MÉTODO: Precisión

RSD_{wR} = within-laboratory reproducibility relative standard deviation

Relative standard deviation (%) calculated from results generated under within-laboratory reproducibility conditions (intermediate precision): using the same method on the same sample material in one laboratory but different days (preferably a longer time interval), and may include other conditions, e.g. involving different operators and/or different (equivalent) instruments.



	valor recomendado	valor máximo		valor máximo
RSD_R	\leq derivado ec. Horwitz	$\leq 2 \times$ derivado ec. Horwitz	RSD_r	≤ 20
			RSD_{wR}	≤ 20
			RSD_R	≤ 25

Estos criterios aplican a todas la concentraciones

(Fuente: borrador Reglamento)

CRITERIOS DEL MÉTODO: límite de cuantificación

Corresponderá a la concentración más baja validada mediante los correspondientes experimentos de adición. Esta concentración debe poder ser medida con una certeza estadística razonable, lo que significa el valor más bajo validado, cumpliendo con los requisitos de precisión, recuperación y confirmación.

Table LOQ requirements for certain mycotoxins

Mycotoxin	LOQ requirement (µg/kg)
Aflatoxins	
Cereal based foods for infants and young children B1	≤ 0.1
For all other foods: B1, B2, G1, G2, each of the aflatoxins	≤ 1
Aflatoxin M1	≤ 0.025
Ergot alkaloids (each of 12 epimers included in sum definition of ML)	
Cereals and cereal-based foods	≤ 4
Cereal-based food for infants and young children	≤ 2

(Fuente: borrador Reglamento)

En todos los demás casos:

LOQ $\leq 0,5$ ML (preferible $\leq 0,2$ ML)

En caso de ML para suma de toxinas:

LOQ $\leq 0,5$ ML/ n

CRITERIOS DEL MÉTODO: Alcaloides pirrolizidínicos

Methods of analysis: Performance criteria

Mean recovery: 70-120 %

RSDr and RSDwR: ≤ 20 %,

RSDR: ≤ 25 %

LOQ for individual PAs: 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ dried product / 0.15 $\mu\text{g}/\text{l}$ liquid product

(Fuente: borrador Reglamento)

CRITERIOS DEL MÉTODO: Alcaloides tropánicos

Methods of analysis: Performance criteria

Mean recovery: 70-120 %

RSDr and RSDwR: ≤ 20 %,

RSDR: ≤ 25 %

LOQ (for atropine and scopolamine separately):

1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ processed cereal based foods for infants and young children

2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for cereals and cereal products

5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for herbal infusions (dried), 0.05 $\mu\text{g}/\text{l}$ liquid

(Fuente: borrador Reglamento)

CRITERIOS DEL MÉTODO: Alcaloides del opio

Methods of analysis: Performance criteria

Mean recovery: 70-120 %

RSDr and RSDwR: ≤ 20 %,

RSDR: ≤ 25 %

LOQ for poppy seeds: 2 mg/kg

LOQ for bakery products: 0.5 mg/kg

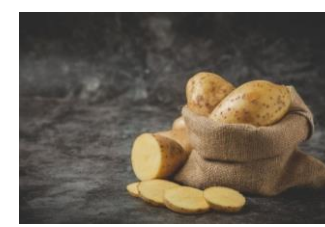
(Fuente: borrador Reglamento)

¿No encuentro una muestra “blanca”?

Utilizar una matriz con una composición similar

Margarina
Café
Papaver somniferum
Semillas de lino
Patata

Mantequilla
Café verde
Papaver rhoeas
Semillas de sésamo
Patata dulce





Eskerrik
asko!

Muchas Gracias!

MOLTES
GRÀCIES!!

moitas
grazas!



Determinación de Alcaloides del Opio en Semillas de Amapola



ALCALOIDES

Metabolitos secundarios de las plantas sintetizados, generalmente, a partir de aminoácidos.

Muy heterogéneo

1. Origen vegetal
2. Con acción farmacológica →
3. Generalmente carácter alcalino
4. Sustancias nitrogenadas: Estructuras químicas variadas



- ✓ *depresores SNC (morfina, escopolamina)*
- ✓ *estimulantes SNC (estricnina, caféina)*
- ✓ *anticolinérgicos (atropina, hiosciamina, escopolamina)*
- ✓ *anti-hipertensivos (reserpina)*
- ✓ *antimalárico (quinina)*
- ✓ *amebicida, emético (emetina)*
- ✓ *antitumorales (vimblastina, vincristina)*
- ✓ *diuréticos (teobromina, teofilina)*
- ✓ *simpatomiméticos (efedrina)*
- ✓ *miorrelajante (tubocurarina)*
- ✓ *antitusígeno (codeína, noscapina)*

ALCALOIDES

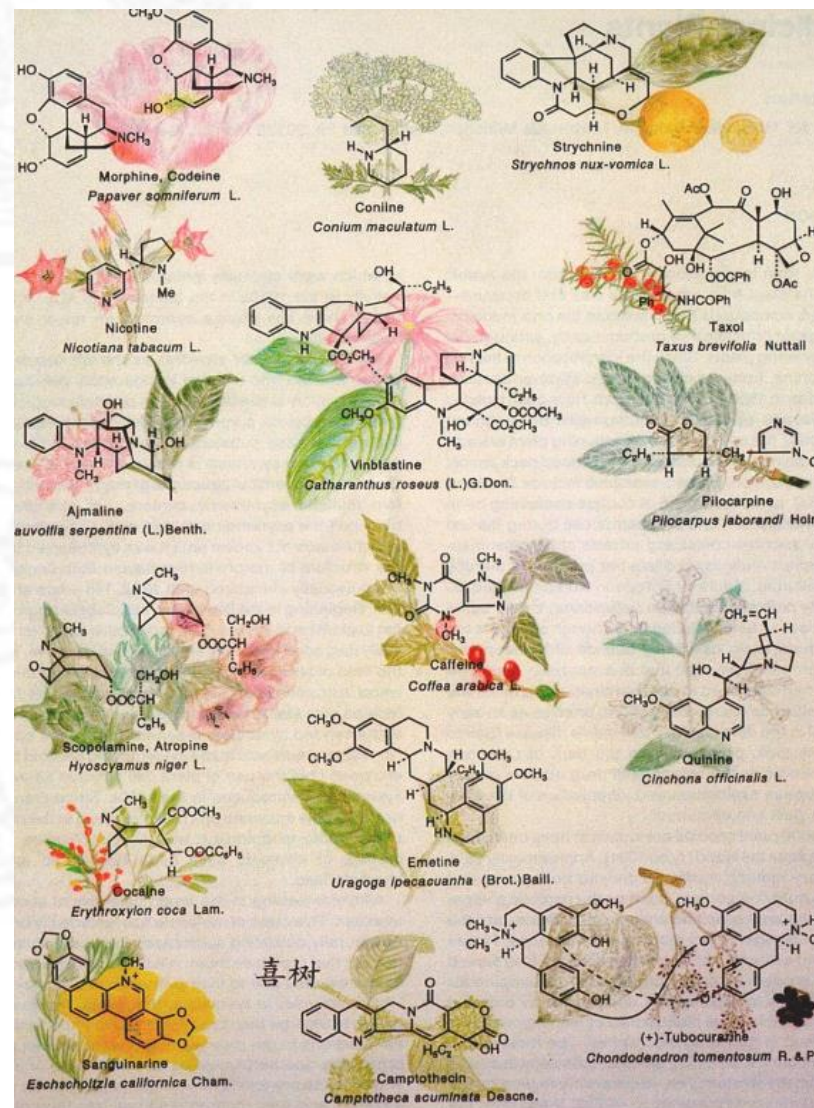
Metabolitos secundarios de las plantas sintetizados, generalmente, a partir de aminoácidos.

Muy heterogéneo

1. Origen vegetal
2. Con acción farmacológica
3. Generalmente carácter alcalino
4. Sustancias nitrogenadas: Estructuras químicas variadas



Compuestos químicos que poseen un **nitrógeno heterocíclico** procedente del metabolismo de aminoácidos



ALCALOIDES DEL OPIO

Origen: Se producen en amapola adormidera (*Papaver somniferum*)



Látex, opio o savia lechosa:

Síntesis y almacenamiento de alcaloides del opio: 20- 25% de alcaloides

Impregna todas las partes de la planta excepto las semillas.

*variedad
condiciones del
suelo
clima*

...etc

Obtención mediante incisiones de las cápsulas inmaduras. Fines farmacológicos.



ALCALOIDES DEL OPIO

Origen: Se producen en amapola adormidera (*Papaver somniferum*)



Látex, opio o savia lechosa:

Síntesis y almacenamiento de alcaloides del opio: 20- 25% de alcaloides

Impregna todas las partes de la planta excepto las **semillas**.



Obtención mediante incisiones de las cápsulas inmaduras. Fines farmacológicos.



Se encuentran Alcaloides del Opio en niveles variables en **SEMILLAS**

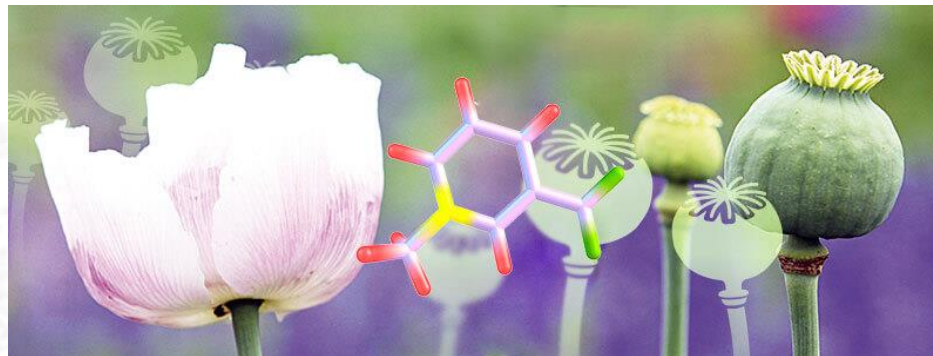
Daños causados por los **insectos**

Contaminación externa de las semillas durante la recolección
partículas de polvo procedentes de las paredes de las **cápsulas**
se adhieren a las semillas.

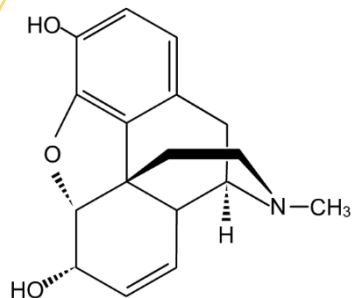


ALCALOIDES DEL OPIO

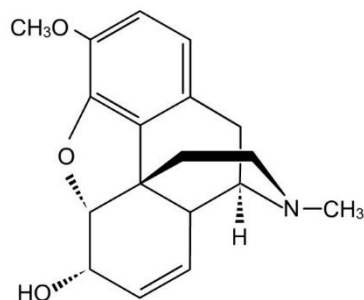
Principales Alcaloides del Opio



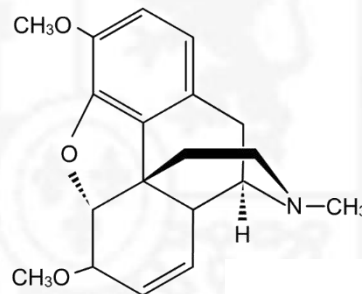
Alcaloides Fenantrénicos



Morfina

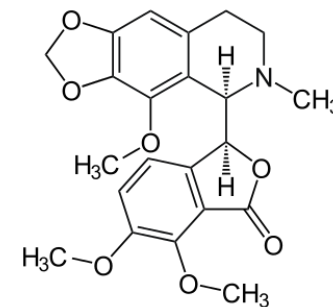


Codeína
(3-metilmorfina)

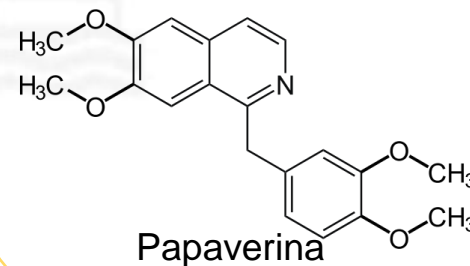


Tebaína
(3,6-dimetilmorfina)

Alcaloides Bencilisoquinolínicos



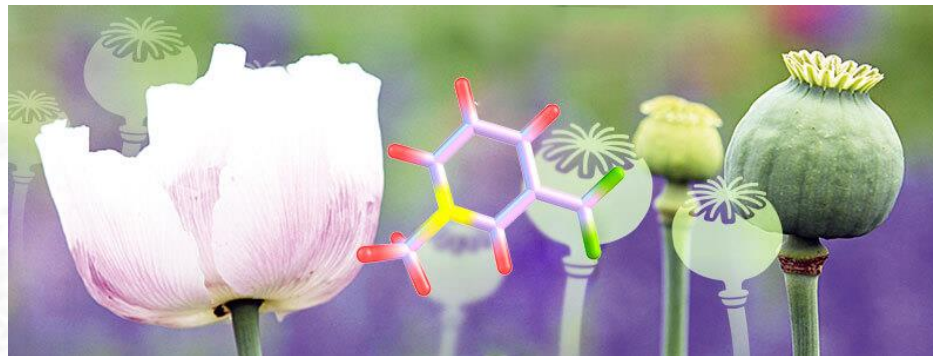
Noscapina



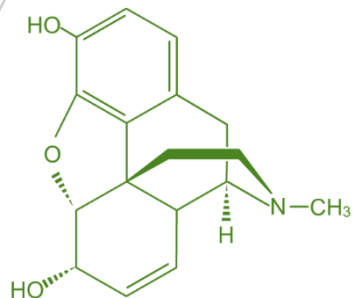
Papaverina

ALCALOIDES DEL OPIO

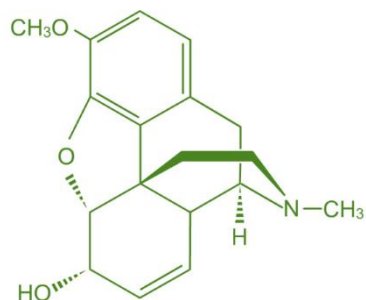
Principales Alcaloides del Opio



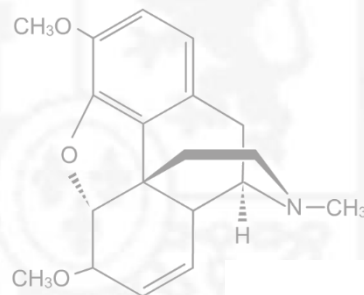
Alcaloides Fenantrénicos



Morfina

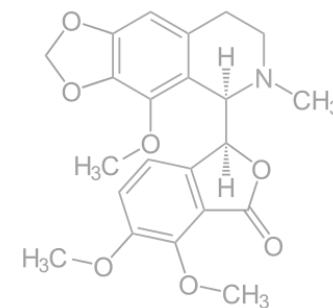


Codeína
(3-metilmorfina)

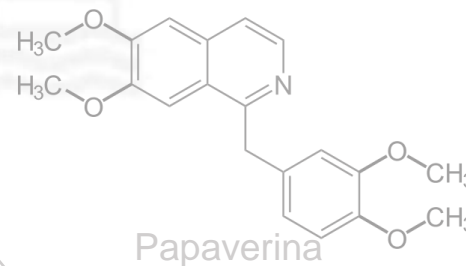


Tebaína
(3,6-dimetilmorfina)

Alcaloides Bencilisoquinolínicos



Noscapina



Papaverina



European Commission

MARCO EUROPEO

Reglamento (CE) 1881/2006- Contenidos máximos de determinados contaminantes, incluidos alcaloides opiáceos, en los productos alimenticios

Evaluación del Riesgo semillas amapola

EFSA (Dictamen científico 2011).

Se solicitaron datos de morfina, codeína, tebaína, papaverina y noscapina en muestras de semillas de amapola, productos de panadería con semillas de amapola



- La exposición alimentaria AO puede basarse exclusivamente en la exposición a la **morfina** (por su contenido y potencia farmacológica)
 - Dosis aguda de referencia (**ARfD**) de **10 µg de morfina/Kg pc** (peso corporal).
 - Es probable que se supere la ARfD en ciertos consumidores (especialmente los niños) en una sólo ingesta. **POSIBLE PROBLEMA PARA LA SALUD**
- Se alcanza un acuerdo en 2016 entre los EEMM de la UE: nivel de referencia (no límite máximo) de 10mg/Kg de morfina en semillas de adormidera.



MARCO EUROPEO

Reglamento (CE) 1881/2006- Contenidos máximos de determinados contaminantes, incluidos alcaloides opiáceos, en los productos alimenticios

Evaluación del Riesgo semillas amapola

EFSA (Dictamen científico 2011).

- Se alcanza un acuerdo en 2016 entre los EEMM de la UE: nivel de referencia (no límite máximo) de 10mg/Kg de morfina en semillas de adormidera.

EFSA (Dictamen científico 2018).

Se solicitaron datos de morfina, codeína, oripavina, tebaína, papaverina y noscapina en muestras de semillas de amapola, productos de panadería con semillas de amapola y distintas recetas.

- Dosis aguda de referencia (**ARfD**) de **10 µg de morfina/Kg pc** (peso corporal).
- Es probable que se supere la ARfD en ciertos consumidores (especialmente los niños) en una sola ingesta. **POSIBLE PROBLEMA PARA LA SALUD**
- **Procesado de alimentos** (lavado, remojo, molienda y cocción) pueden reducir el contenido de alcaloides de las semillas



- Se recomienda recopilar más datos en semillas de amapola y productos de mercado y no reducirlo únicamente al análisis de morfina: concentración de **codeína** en las muestras de semillas de adormidera debe tenerse en cuenta previa conversión de la codeína en equivalente de morfina, utilizando un **factor de 0,2**

MARCO EUROPEO

Reglamento (CE) 1881/2006- Contenidos máximos de determinados contaminantes, incluidos alcaloides opiáceos, en los productos alimenticios

Evaluación del Riesgo semillas amapola

EFSA (Dictamen científico 2011).

- Se alcanza un acuerdo en 2016 entre los EEMM de la UE: nivel de referencia (no límite máximo) de 10mg/Kg de morfina en semillas de adormidera.

EFSA (Dictamen científico 2018).

- Se recomienda recopilar más datos en semillas de amapola y productos de mercado y no reducirlo únicamente al análisis de morfina: concentración de **codeína** en las muestras de semillas de adormidera debe tenerse en cuenta previa conversión de la codeína en equivalente de morfina, utilizando un **factor de 0,2**

Modifica el Anexo
(8.5)



Reglamento (UE) 2021/2142 de la Comisión de 3 de diciembre de 2021 –Contenido máximo de alcaloides opiáceos en determinados productos alimenticios

MARCO EUROPEO

Reglamento (CE) 1881/2006- Contenidos máximos de determinados contaminantes, incluidos alcaloides opiáceos, en los productos alimenticios

Reglamento (UE) 2021/2142 de la Comisión de 3 de diciembre de 2021 –Contenido máximo de alcaloides opiáceos en determinados productos alimenticios

En la sección 8 del anexo del Reglamento (CE) 1881/2006 se añade 8.5

Contenido máximo (mg/kg)
[Alcaloides del Opio] = [Morfina] + 0,2 [Codeína]

8.5.1	Semillas de adormidera enteras, molturadas o molidas, comercializadas para el consumidor final	20 mg/kg
8.5.2	Productos de panadería que contengan semillas de adormidera o productos derivados de estas	1,5 mg/kg



MARCO EUROPEO

Reglamento (CE) 1881/2006- Contenidos máximos de determinados contaminantes, incluidos alcaloides opiáceos, en los productos alimenticios

Reglamento (UE) 2021/2142 de la Comisión de 3 de diciembre de 2021 –Contenido máximo de alcaloides opiáceos en determinados productos alimenticios

En la sección 8 del anexo del Reglamento (CE) 1881/2006 se añade 8.5

		Contenido máximo (mg/kg) [Alcaloides del Opio] = [Morfina] + 0,2 [Codeína]
8.5.1	Semillas de adormidera enteras, molturadas o molidas, comercializadas para el consumidor final	20 mg/kg
8.5.2	Productos de panadería que contengan semillas de adormidera o productos derivados de estas	1,5 mg/kg

BORRADOR – Criterios de aceptación de resultados



- ✓ Recuperación media: 70-120%
- ✓ Repetibilidad (RSD_r) y reproducibilidad interna (RSD_{wR}) $\leq 20\%$
- ✓ Reproducibilidad (RSD_R) $\leq 25\%$
- ✓ LOQ para semillas de amapola: 2 mg/kg
- ✓ LOQ para productos de panadería: 0,5 mg/kg

DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

Analitos: Morfina y Codeína

1- Técnica de extracción con metanol acidificado

2- Técnica de análisis: LC-MS/MS

3- Resultados validación en semillas



DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS

Optimización

- Cantidad de muestra
- Solvente de extracción (MeOH, ACN) y contenido de ácido
- Evaluación de las etapas necesaria: Ultrasonidos, centrifugación, ultraturrax, etc
- Evaluación de la necesidad de una **segunda extracción** (10-20%)
- Dilución del extracto previa al análisis (1:3 3:10 **1:20** 3:20 v/v)



DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS

PRIMERA EXTRACCIÓN

1. Pesar **10,00 ± 0,05 gramos** de la muestra homogeneizada (muestra analítica) en tubos de centrifuga de 250 ml, añadirle **100 ml** de **metanol al 5% de ácido acético**
2. AGITACIÓN: Mezclar 30 minutos en agitador vibromax o similar a velocidad máxima
3. SONICACIÓN: Sonicar 30 minutos en baño de agua a 60°C
4. CENTRIFUGACIÓN a 10000 rpm, 5 min
5. Se recogen 1,5-2 mL en un vial chromachol y se sella.
6. El resto del líquido se desecha quedando las semillas con la menor cantidad de disolvente posible para proceder a la segunda extracción



1^{er} Extracto

SEGUNDA EXTRACCIÓN

Añadir **100 ml** de metanol al 5% de ácido acético a las semillas y proceder de la misma forma que en la primera extracción



2º Extracto

DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS



1^{er} Extracto

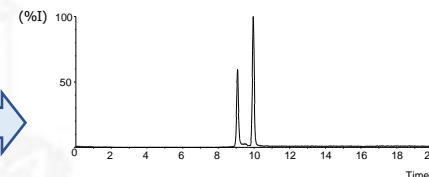
50 μ L + 150 μ L MeOH + 100 μ L IS + 700 μ L H₂O

E1

3 μ L



HPLC-TQ/MS



2^o Extracto

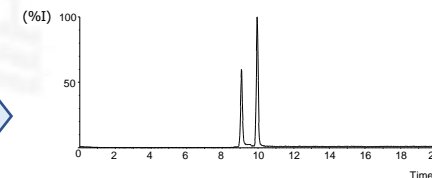
50 μ L + 150 μ L MeOH + 100 μ L IS + 700 μ L H₂O

E2

3 μ L



HPLC-TQ/MS



DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

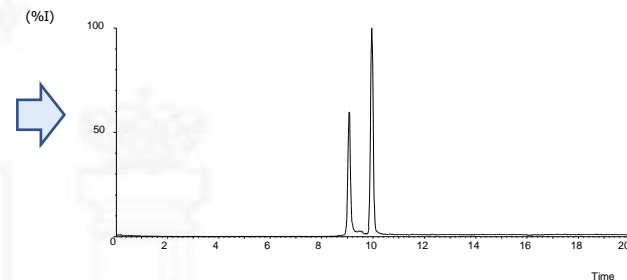
3-RESULTADOS



E1

3 μ L

HPLC-TQ/MS



Optimización

- Fases: tipo de solvente (agua, MeOH, ACN), con o sin regulador de pH, pH, etc.
- Gradiente cromatográfico.
- Flujo: 0,2 -0,4 mL/min.
- V inyección: 2-5 μ L muestra.
- Flujo de gas del cono y de desolvatación.
- Temperatura de desolvatación.

DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS



E1

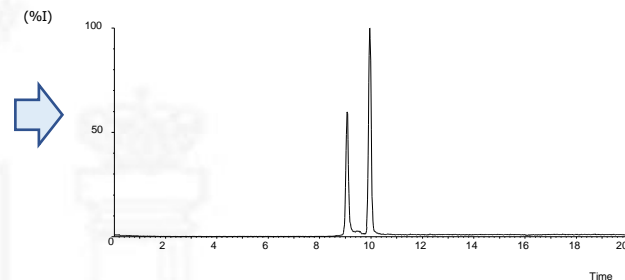
3 µL



HPLC-TQ/MS



Alliance 2695



Fases móviles

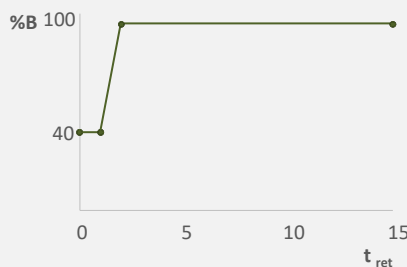
Fase móvil A: Carbonato de amonio 20 mM en agua, pH 9

Fase móvil B: Carbonato de amonio 20 mM en metanol, pH 9

Columna XBRIDGE C18, 5 µm, 3,0 x 150 mm (Waters)

Gradiente

Tiempo (min)	A%	B%
0	60	40
1	60	40
2	5	95
15	5	95
16	60	40
20	60	40



Flujo fase móvil = 0,2 ml / min

Volumen inyección = 3 µl.

DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS



E1

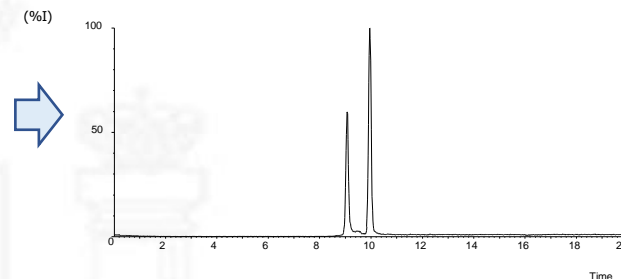
3 µL



HPLC-TQ/MS



TQ MS (Acquity)



Flujos de gas:

- Gas de cono (Argón): 50 l/h
- Gas de desolvatación (Nitrógeno): 1000 l/h

T^a fuente: 125 °C.

T^a desolvatación: 350 °C.

Ionización ESI+

Voltaje de capilar 3,00 kV.

Voltaje de cono 40 V.

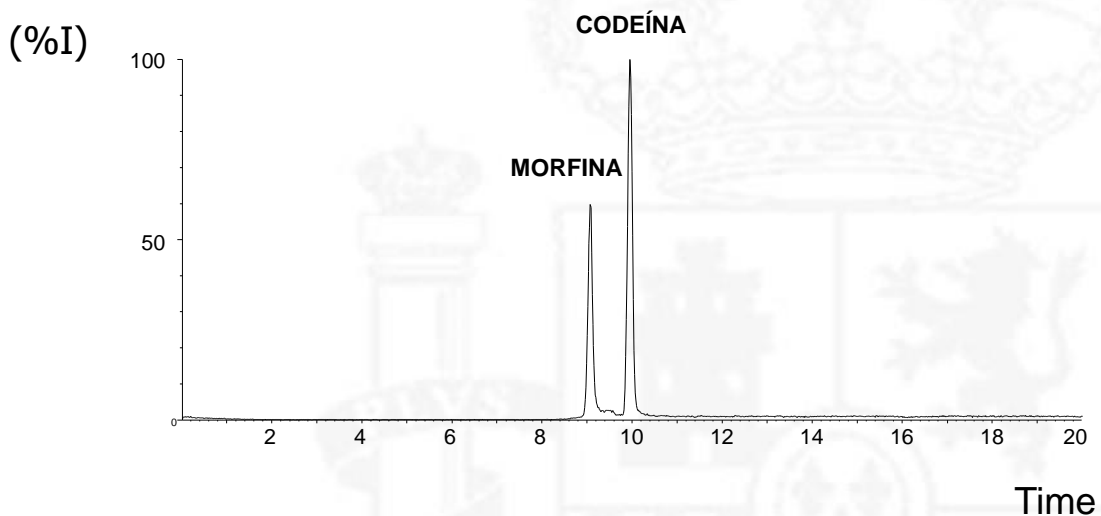
Analito	Ion Padre (Da)	Iones Hijos (Da)	
		Cuantificación	Confirmación
Morfina	286.1	165.1	201.1
D3-Morfina	289.1	201.1	-
Codeína	300.1	215.1	165.1
D3-Codeína	303.1	215.1	-

DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS

**Patrones 1mg/mL en MeOH**

Morfina: Cerilliant, Ref. M-005-1ML

Codeína: Cerilliant, Ref. C-006-1ML

D3-Morfina: Cerilliant, Ref. M-006-1ML

D3-Codeína: Cerilliant, Ref. C-007-1ML

	Límite de cuantificación (LC)	Nivel de interés (Rc20)	Límite superior (Rc45)
Morfina	1,7 mg/kg	17 mg/kg	40 mg/kg
Codeína	1,7 mg/kg	17 mg/kg	25 mg/kg

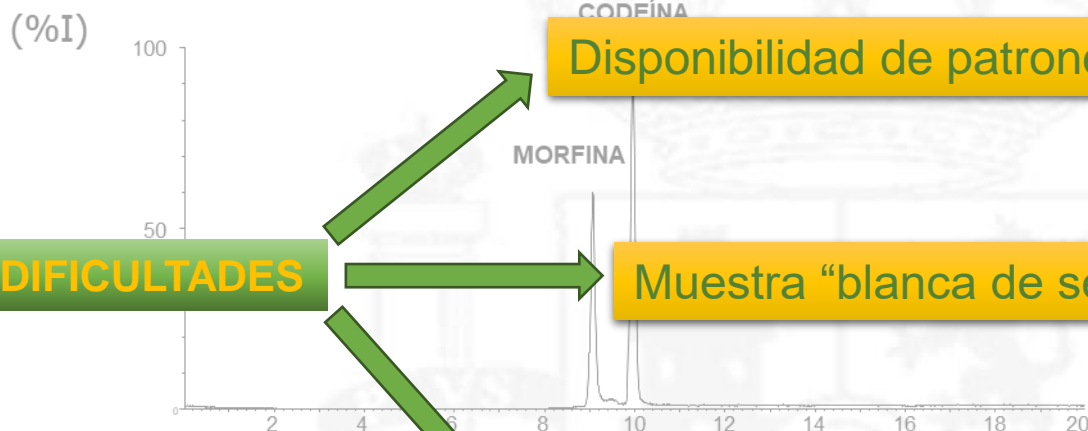


DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS



Disponibilidad de patrones

DIFICULTADES

Muestra "blanca de semillas"

Cruydt Hoeck
WILDEBLOEMENZADEN

↑[Codeína]: Carry-over y ↓ recuperación

	Límite de cuantificación inferior (LC)	Nivel de interés (Rc20)	Límite superior (Rc45)
Morfina	1,7 mg/kg	17 mg/kg	40 mg/kg
Codeína	1,7 mg/kg	17 mg/kg	25 mg/kg

DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS

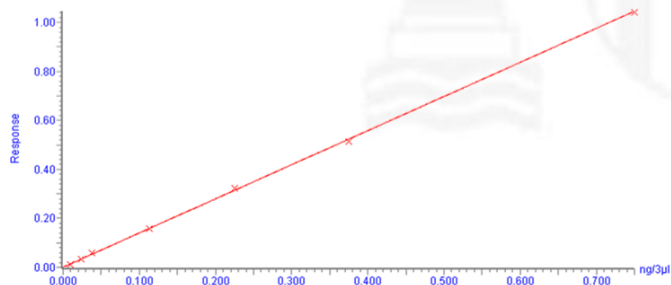
Intervalo de concentraciones de las curvas = 0,60 mg/kg – 50,25 mg/kg

- ✓ Coeficiente de correlación mínimo de la regresión lineal: $r \geq 0.99$.
- ✓ La curva de calibración debe ser lineal de modo que la relación Concentración calculada con la curva / Concentración teórica (Ce/Ct) para cada punto de la curva no difiera más de $\pm 20 \%$ respecto del 100 %. $\longrightarrow ((Ce/Ct) \times 100) - 100 \leq |20 \%$

MORFINA

$$Y = 1.37624 X + 0.000792069$$

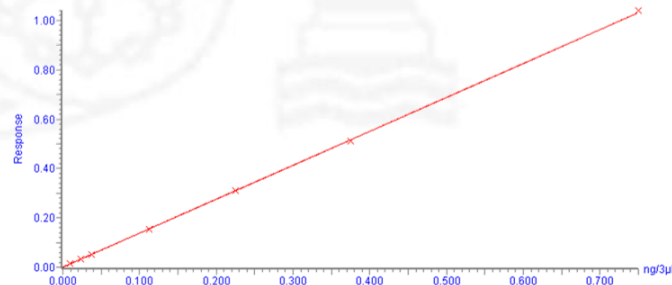
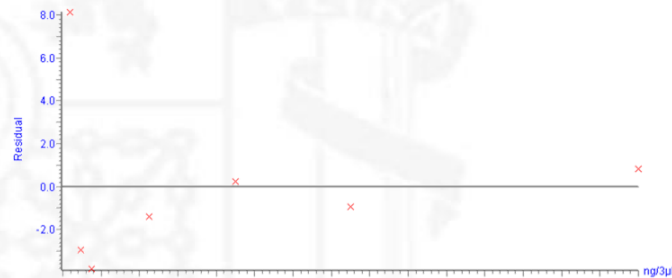
$$r = 0.9997$$



CODEÍNA

$$Y = 1.35755 X + 0.000150897$$

$$r = 0.9998$$



DETERMINACIÓN DE ALCALOIDES DEL OPIO EN SEMILLAS DE AMAPOLA

1-EXTRACCIÓN

2-ANÁLISIS

3-RESULTADOS

Repro. Interna
($\leq 20\%$)Exactitud
(70-120%)

LC

	Nivel teórico contaminación	cvR (%)	Media %	Incertidumbre
Morfina	1,7 mg/kg	8,0	102,2	± 17,7
Codeína	1,7 mg/kg	3,2	109,6	± 7,1
			<i>Alc Opio</i>	± 17,8

Rc20

	Nivel teórico contaminación	cvR (%)	Media %	Incertidumbre
Morfina	17 mg/kg	11,6	108,4	± 25,0
Codeína	17 mg/kg	7,4	107,0	± 16,0
			<i>Alc Opio</i>	± 25,2

Rc45

	Nivel teórico contaminación	cvR (%)	Media %	Incertidumbre
Morfina	40 mg/kg	11,4	91,9	± 26,0
Codeína	25 mg/kg	4,6	94,9	± 9,9
			<i>Alc Opio</i>	± 26,1



GRACIAS



Clara Ibáñez Ruiz
cibanez@aesan.gob.es

Unidad de Toxinas y Contaminantes del Procesado
Centro Nacional de Alimentación

Jornadas CNA 2022
14 de Junio de 2022



Determinación de FURANO Y METILFURANOS en alimentos mediante HS-GC-MS

MARÍA NOGUEIRAS

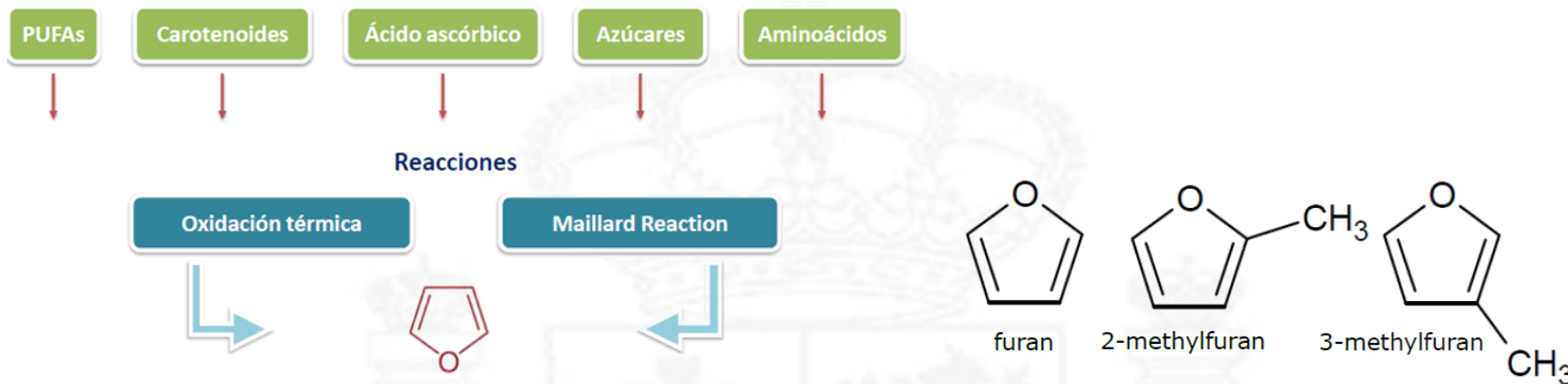
Unidad de Toxinas y Contaminantes del Procesado

Centro Nacional de Alimentación
Agencia Española de Seguridad Alimentaria y Nutrición

Majadahonda, Madrid

14 junio de 2022





FURANO

(Yaylayan, 2006)

Compuestos orgánicos volátiles que se forman durante el tratamiento térmico de alimentos que contienen aminoácidos, carbohidratos, ácidos grasos insaturados, carotenoides o ácido ascórbico

Los efectos más críticos son daño hepático y cáncer de hígado

El furano está clasificado como grupo 2B por el IARC (posible carcinogénico en humanos)



EXPOSICIÓN A TRAVÉS DE LA DIETA

- Café 45-7000 $\mu\text{g}/\text{kg}$
- Cookies, alimentos infantiles tipo potito, patatas fritas, formula infantile de cereals
- 0-250 $\mu\text{g}/\text{kg}$
- EFSA en su evaluación de riesgos concluyó que la exposición humana a través de la resulta en un riesgo para la salud





RECOMENDACIONES

RECOMENDACIÓN (UE) 2022/495 DE LA COMISIÓN
de 25 de marzo de 2022
sobre el seguimiento de la presencia de furano y alquilfuranos en los alimentos

3. Para el análisis del furano, el 2-metilfurano y el 3-metilfurano en el café y en los alimentos infantiles en tarro, conviene que los Estados miembros y los explotadores de empresas alimentarias utilicen un método que cumpla los siguientes criterios:

Parámetro	Criterio
Especificidad	Libre de interferencias de la matriz o del espectro
Blancos de campo	Inferior al límite de detección (LOD)
Repetibilidad (RSDr)	0,66 veces la RSDR derivada de la ecuación de Horwitz (modificada)
Reproducibilidad (RSDR)	Derivada de la ecuación de Horwitz (modificada)
Recuperación	80 – 110 %
Límite de detección (LOD)	Tres décimos del LOQ
Límite de cuantificación (LOQ)	Para el café: no superior a 20 µg/kg Para los alimentos infantiles en tarro: 5 µg/kg



Método analítico

Antes de comenzar, mantener todo el material de vidrio y la muestra en refrigeración



Homogeneizar en triturador

(El menor tiempo posible para evitar el calentamiento de la muestra y su exposición prolongada al aire)



ALIMENTO
INFANTIL

Pesar 0,5 g muestra
Añadir 5 ml NaCl 5M



CAFÉ

Pesar 1 g muestra
Añadir 5 ml agua ultrapura



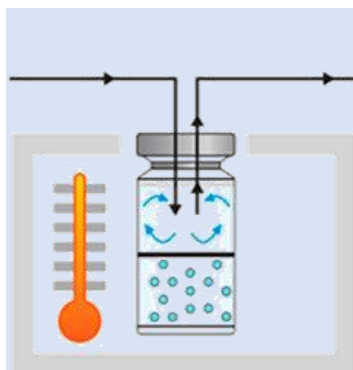
Añadir ISTD mix y agitar 30 s en
agitador tubos

baño de hielo

Método analítico

CONDICIONES INSTRUMENTALES

Condiciones ESPACIO DE CABEZA



- Temperatura horno: 80 °C
- Temperatura loop: 95 °C
- Línea de transferencia: 110 °C
- Presión vial: 103 Kpa
- Tiempo equilibrio: 30 min
- Tiempo presurización: 0,2 min
- Tiempo equilibrio del loop: 0,05 min
- Tiempo inyección: 1 min
- Tiempo del ciclo: 40 min
- Agitación suave



Método analítico

CONDICIONES INSTRUMENTALES



Condiciones GC-MS

- HP Plot/Q 15 m (0,32 mm, 20 μ m film thickness)
- 1,7 ml/min helio
- Inlet T: 200°C
- Split ratio 5:1
- 50°C (1 min), 10°C/min a 225°C, 225°C (11,5 min)
- Operación en modo SIM (selective ion monitoring)
- 70 eV
- Temperatura fuente: 230 °C
- Temperatura cuadrupolo: 150 °
- Temperatura línea de transferencia: 280 °C

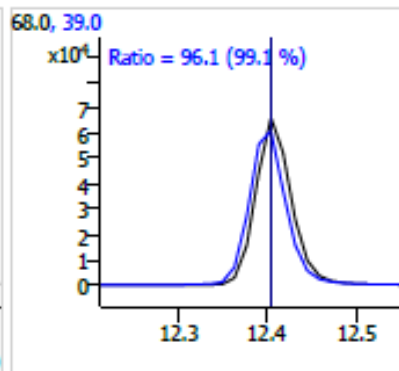
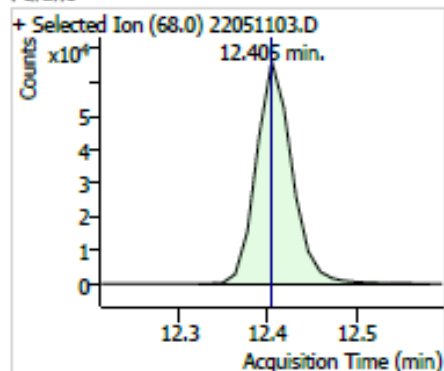
- ◊ La duración del análisis de cada muestra es de 30 minutos.
- ◊ Solvent Delay: 10 min.

	Q-ion (m/z)	I-ion (m/z)
Furano	68	39
Furano-d4	72	42
2-metilfurano	82	81
2-metilfurano-d3	85	83
3-metilfurano	82	81
3-metilfurano-d3	85	83

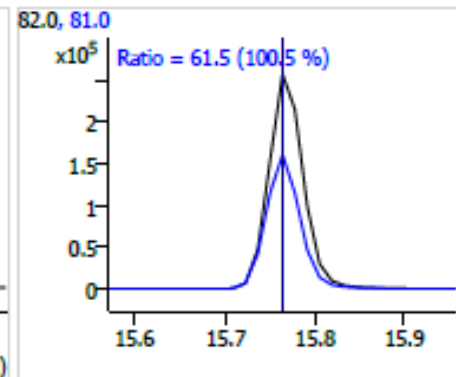
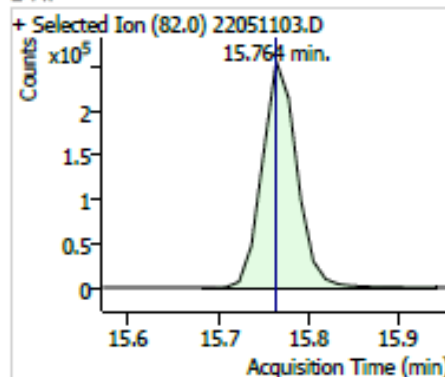
Método analítico

CROMATOGRAMAS

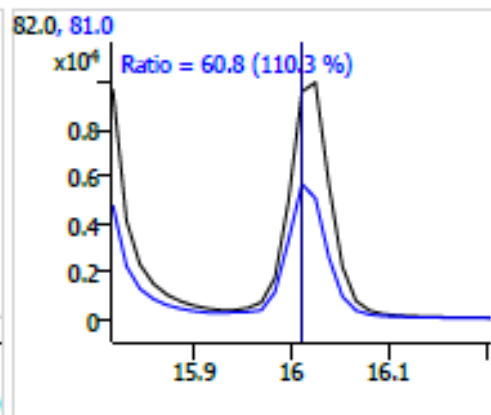
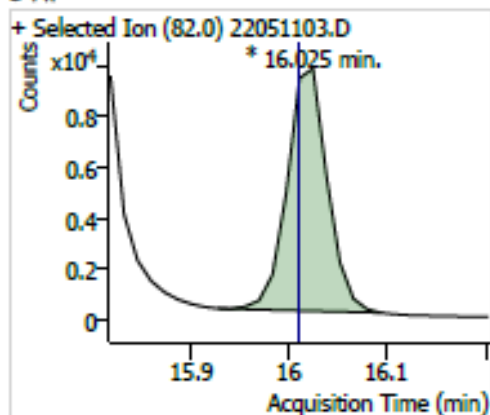
Furano



2-MF



3-MF



Método analítico

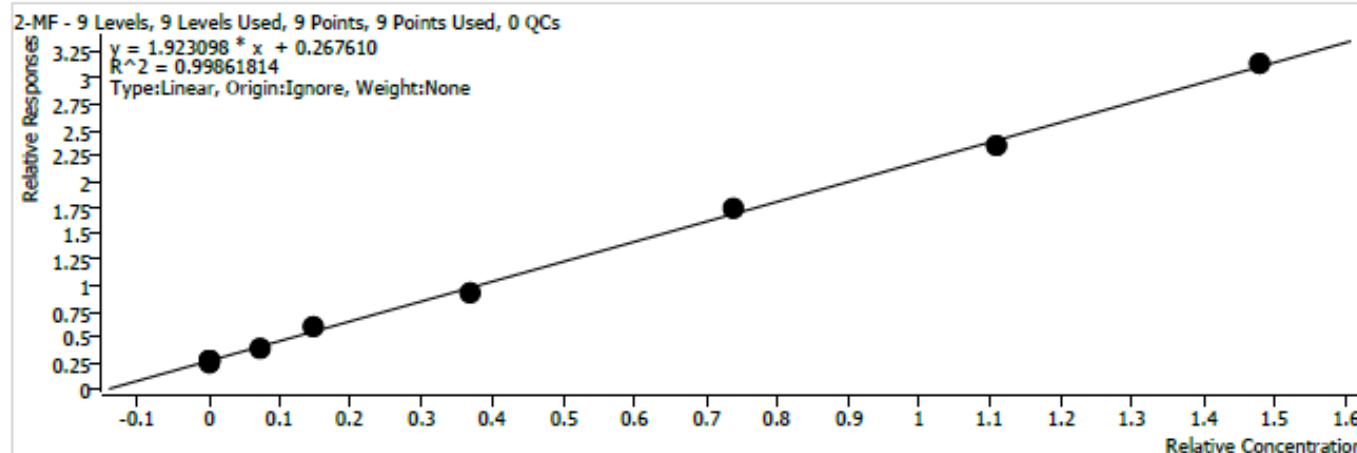
CURVAS DE CALIBRACIÓN



Intervalo de concentraciones de las curvas =

- ✓ Coeficiente de correlación mínimo de la regresión lineal: $r \geq 0.99$.
- ✓ La curva de calibración debe ser lineal de modo que la relación Concentración calculada con la curva / Concentración teórica (Ce/Ct) para cada punto de la curva no difiera más de $\pm 20 \%$ respecto del 100 %. $((Ce/Ct) \times 100) - 100 \leq |20 \%$

2-MF

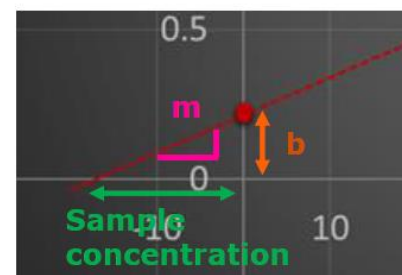


MÉTODO ANALÍTICO- método de las adiciones estándar

La adición debe ser 1/2x, 1x y 2x de la concentración de analito esperada en la muestra



Cálculo de la concentración en la muestra



$$x = \left| \frac{b}{m} \right| = \text{concentración en la muestra}$$

$$Y = mx + b$$

Y = respuesta relativa (área analito / área patrón interno)

m = pendiente de la curva

x = adición estándar a la cantidad desconocida de muestra

b = ordenada en origen

MÉTODO ANALÍTICO- método de las adiciones estándar



MUESTRA CEREALES 220670 (N° 20) PT-2022-10

Cuaderno trabajo: LT/CNA/ 294 (1)

Hoja nº: 38

Fecha Inyección: 27/05/2022

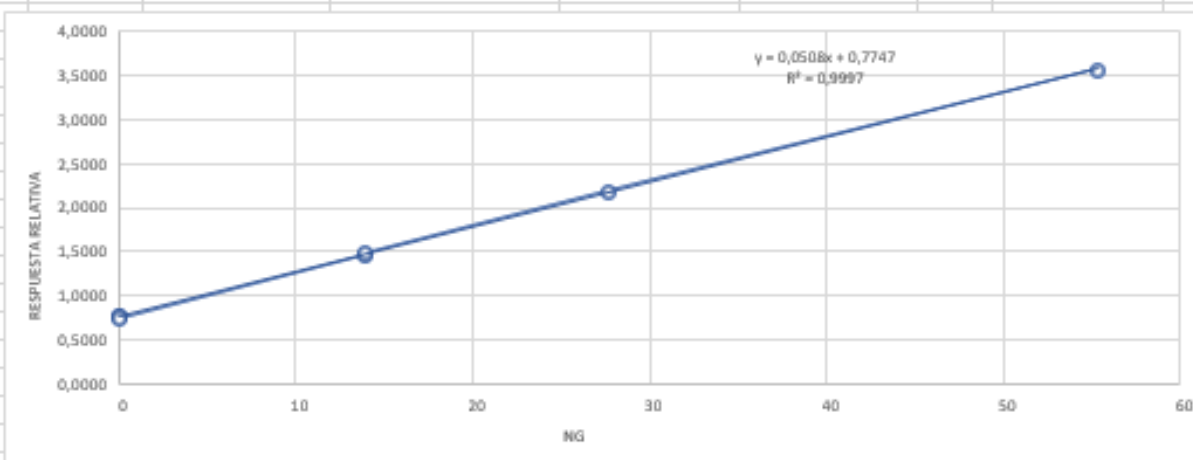
Operario: ESD

FURANO

	ng	spuesta FURANO	spuesta FURANO	spuesta relativa	so muestra (g)
1	0	7356	9283	0,7924	0,5001
2	0	7315	9382	0,7797	0,4999
3	0	6936	9345	0,7422	0,5002
4	13,83	13805	9427	1,4644	0,4999
5	13,83	13712	9181	1,4935	0,4999
6	27,65	15095	6888	2,1915	0,4998
7	55,30	13919	3894	3,5745	0,5000
8				#¡DIV/0!	
9				#¡DIV/0!	
					0,5000

m (pendiente)	0,0508
b (ordenada)	0,7747
r2	0,9997

x (ng)	15,25	Resultado
x=b/m		30,50 µg/kg FURANO





Resultados validación en café

NIVEL LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN (L.C.)

20 µg/kg

		Repro. Interna (< 19%)	Exactitud (80 - 110%)	
	Nivel teórico contaminación (µg/kg)	cvR (%)	Media (%)	Incertidumbre (%)
Furano	17,11	6,6	106	13,8
2-metilfurano	16,75	9,6	99	19,9
3-metilfurano	19,98	9,6	99	20,0

NIVEL Rc 200 µg/kg

		Repro. Interna (< 20,4%)	Exactitud (80 - 110%)	
	Nivel teórico contaminación (µg/kg)	cvR(%)	Media %	Incertidumbre
Furano	230,4	7,7	97	18,5
2-metilfurano	214,9	8,9	107	18,7
3-metilfurano	199,8	8,1	106	17,2

NIVEL Rc 400 µg/kg

		Repro. Interna (< 18,4%)	Exactitud (80 - 110%)	
	Nivel teórico contaminación (µg/kg)	cvR(%)	Media %	Incertidumbre
Furano	464,8	11,5	97	24,6
2-metilfurano	428,6	10,2	97	21,7
3-metilfurano	398,4	9,3	96	19,8

Ejercicios intercomparación EURL-PC

EURL-PC PT-2019-03 Furan, 2-methylfuran, 3-methylfuran and acrylamide in coffee

Final results



ANALYTE	X_{gt} µg/kg	σ_{gt} µg/kg	σ_{gt} %
FURAN	1278	197	15
2-METHYLFURAN	4322	555	13
3-METHYLFURAN	255	50	20
2,5-DIMETHYLFURAN	646	110	17

Italic: Calculations for 2,5-dimethylfuran are only for information as only six labs reported data

Table 6b. Laboratory values and the calculated z'-scores. Green are acceptable, yellow questionable and red unsatisfactory performance. For purple no assessment was possible (NA).

Lab code	Furan		2-methylfuran		3-methylfuran		2,5-Dimethylfuran	
	Lab value µg/kg	z'-score	Lab value µg/kg	z'-score	Lab value µg/kg	z'-score	Lab value µg/kg	z'-score
1588	1780	2.1	1860	-3.2	158	-1.6		
1590	1554	1.2	5121	1.0	349	1.6	343	NA
1608	1080	0.8	2440	1.2	284	0.5		
1610	1487		4617		262			
1624	877	-1.7	4770	0.6			569	NA
1628	1029	-1.0	3103	-1.6	205	-0.8		
1634	1455	0.7	5476	1.5	320	1.1	1070	NA
1638	1261	-0.1	5192	1.1	216	-0.7		
1646	2211	3.9	5939	2.1	323	1.1	<1	NA
1650	1979	3.0	6289	2.6	625	6.2	874	NA
1654	1110	-0.7	4300	0.0	180	-1.3		
1658	1463	0.8	6477	2.8	248	-0.1		
1662	1290	0.1	4470	0.2	195	-1.0		
1678	988.9	-1.2	3744.4	-0.8	225.6	-0.5		
1680	920	-1.5	3363	-1.3	196	-1.0	374	NA
1682	1654	1.6	5978	2.2	456	3.4		
1704	1260	-0.1						
1766	764	-2.2	2260	-2.7	108	-2.5		



Ejercicios intercomparación EURL-PC



Lab code	Furan		2-methylfuran		3-Methylfuran		2,5-Dimethylfuran	
	Lab value µg/kg	z'-score	Lab value µg/kg	z'-score	Lab value µg/kg	z'-score	Lab value µg/kg	z'-score
2	50.4	1.4	14.0	2.3	6.9	2.1	2.1	NA
3	175.2	13.8	38.2	12.1	14.2	8.0	-	-
4	16.6	-1.9	6.9	-0.6	<5.0	NA	-	-
5	57.0	2.1	10.1	0.7	6.2	1.5	-	-
6	147.9	11.1	57.6	19.9	28.5	19.7	5.5	NA
7	8.1	-2.8	1.9	-2.6	0.9	-2.8	0.2	NA
8	17.7	-1.8	3.4	-2.0	<2.0	NA	<2.0	NA
9	-	-	-	-	-	-	-	-
10	30.9	-0.5	-	-	-	-	-	-
11	29.0	-0.7	4.0	-1.7	3.0	-1.1	-	-
12	15.6	-2.0	6.2	-0.8	3.2	-0.9	0.7	NA
13	13.6	-2.2	-	-	-	-	-	-
14	18.5	-1.8	4.3	-1.6	3.5	-0.7	-	-
15	21.0	-1.5	3.9	-1.8	1.6	-2.2	1.3	NA
16	14.0	-2.2	-	-	-	-	-	-
17	40.4	0.4	6.9	-0.6	4.9	0.4	-	-
18	26.0	-1.0	-	-	4.2	-0.1	16.0	NA
19	-	-	-	-	-	-	-	-
20	14.0	-2.2	8.0	-0.1	<5	NA	-	-
21	72.3	3.6	-	-	-	-	-	-
22	-	-	-	-	-	-	-	-
23	24.1	-1.2	3.4	-2.0	2.0	-1.9	-	-
24	36.7	0.0	34.5	10.6	4.4	0.0	-	-
25	108.0	7.1	48.0	16.1	26.0	17.7	-	-
26	61.7	2.5	7.7	-0.2	3.8	-0.4	12.2	NA
27	37.5	0.1	4.0	-1.8	2.0	-1.9	<0.62	NA
28	29.5	-0.7	5.2	-1.2	4.5	0.1	<1.00	NA
29	-	-	-	-	-	-	-	-
30	19.5	-1.7	3.5	-1.9	1.7	-2.2	0.4	NA
31	65.4	2.9	10.9	1.1	4.6	0.2	-	-
32	-	-	-	-	-	-	-	-

Table 5. Assigned value (x_{pt}) and standard deviation for proficiency assessment (σ_{pt}) for the test

Analyte	x_{pt} (µg/kg)	σ_{pt} (µg/kg)	σ_{pt} (%)
Furan	36.2	8.0	22
2-Methylfuran	8.3	1.8	22
3-Methylfuran	4.3	1.0	22
Acrylamide	44.9	9.9	22

Ejercicios intercomparación EURL-PC

EURL-PC PT-2021-06 for furan and alkylated furans in cereals – final report



Amelie Sina Wilde
Arvid Fromberg (Coordinator)
EURL-PC: EURL-PC@food.dtu.dk



Lab code	Furan		2-Methylfuran		3-Methylfuran		2-Pentylfuran	
	Result [µg/kg]	z'-score	Result [µg/kg]	z'-score	Result [µg/kg]	z'score	Result [µg/kg]	z'score
2	49.2	0.2	43.0	0.4	1.1		64.7	
3	49.3	0.2	42.3	0.3	3.4			
5	25.5	-2.0	23.4	-1.7	4.1			
6	25.2	-2.0	22.0	-1.8	0.6		13.7	
7	56.7	0.9						
8	37.4	-0.9	25.2	-1.5	1.6			
9	118.7	6.6	69.7	3.2	8.4			
10	41.9	-0.5	33.2	-0.6	2.8		12.1	
11	39.8	-0.6	31.3	-0.8	2.2		45.2	
13	55.8	0.8	40.3	0.1	<20			
15	52.1	0.5	54.3	1.6	<1			
16	48.6	0.2	57.4	1.9	6.9			
17	41.9	-0.5	34.5	-0.5	<2		13.9	
19	60.0	1.2	47	0.8	2.2			
20	25.1	-2.0						
22	43.7	-0.3	46.1	0.7				
23	52.7	0.5	36.6	-0.3	2.6			
24	50.8	0.4	61.7	2.4	13.9			
25	59.0	1.1	40	0.1	24			
26	34.0	-1.2	50	1.1				
28	35.0	-1.1	22	-1.8	<5			
29	59.5	1.2	34.6	-0.5				
30	43.9	-0.3	10.5	-3.0	5.2			
31	118.9	6.6	42.5	0.3				

Table 5. Assigned value (x_{pt}) and standard deviation for proficiency assessment (σ_{pt}) for the test item

Analyte	x_{pt} (µg/kg)	σ_{pt} (µg/kg)	σ_{pt} (%)
Furan	46.9	10.3	22
2-Methylfuran	39.3	8.6	22
3-Methylfuran	4.3	0.9	22
2-Pentylfuran*	-	-	-

*for 2-pentylfuran too few results had been reported, no statistical assessment is conducted



¡Muchas gracias por
vuestra atención!
¿preguntas?

mnogueiras@aesan.gob.es