



▼ B

▼ M2

**REGULAMENTO (CE) N.º 333/2007 DA COMISSÃO**

**de 28 de março de 2007**

**que estabelece os métodos de amostragem e de análise para o controlo dos teores de oligoelementos e de contaminantes derivados da transformação nos géneros alimentícios**

▼ B

(Texto relevante para efeitos do EEE)

*Artigo 1.º*

▼ M3

1. A amostragem e a análise para o controlo dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio, estanho na forma inorgânica, arsénio na forma inorgânica, 3-monocloropropano-1,2-diol (3-MCPD), ésteres de ácidos gordos de 3-MCPD, ésteres glicidílicos de ácidos gordos, hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (PAH) e perclorato incluídos na lista das secções 3, 4, 6 e 9 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006 e para o controlo dos teores de acrilamida em conformidade com o Regulamento (UE) 2017/2158 da Comissão <sup>(1)</sup>, devem ser efetuadas em conformidade com o anexo do presente regulamento.

▼ B

2. O n.º 1 é aplicável sem prejuízo do disposto no Regulamento (CE) n.º 882/2004.

*Artigo 2.º*

São revogadas as Directivas 2001/22/CE, 2004/16/CE e 2005/10/CE.

As referências feitas às directivas revogadas serão entendidas como referências ao presente regulamento.

*Artigo 3.º*

O presente regulamento entra em vigor no vigésimo dia seguinte ao da sua publicação no *Jornal Oficial da União Europeia*.

É aplicável a partir de 1 de Junho de 2007.

O presente regulamento é obrigatório em todos os seus elementos e directamente aplicável em todos os Estados-Membros.

<sup>(1)</sup> Regulamento (UE) 2017/2158 da Comissão, de 20 de novembro de 2017, que estabelece medidas de mitigação e níveis de referência para a redução da presença de acrilamida em géneros alimentícios (JO L 304 de 21.11.2017, p. 24).

**▼ B***ANEXO*

## PARTE A

**DEFINIÇÕES**

Para efeitos do presente anexo, entende-se por:

**▼ M5**

«lote»: quantidade de alimentos identificável, entregue de uma vez, que apresenta, conforme estabelecido pelo agente responsável, características comuns (tais como a origem, a variedade, a espécie, a zona de captura, o tipo de embalagem, o embalador, o expedidor ou a marcação);

**▼ B**

«sublote»: parte designada de um grande lote para aplicação do método de amostragem a essa parte designada. Cada sublote deve ser fisicamente separado e identificável;

«amostra elementar»: quantidade de material recolhida num só ponto do lote ou sublote;

«amostra global»: totalidade das amostras elementares colhidas no lote ou sublote; as amostras globais são consideradas representativas dos lotes ou sublotes de que são retiradas;

«amostra para laboratório»: amostra destinada ao laboratório;

**▼ M5**

«tamanho ou peso comparáveis»: a diferença de tamanho ou peso não excede 50%.

**▼ B**

## PARTE B

**MÉTODOS DE AMOSTRAGEM****B.1. DISPOSIÇÕES GERAIS****B.1.1. Pessoal**

A amostragem é efectuada por uma pessoa autorizada, nomeada pelo Estado-Membro.

**B.1.2. Produto a amostrar**

Cada lote ou sublote a analisar é objecto de uma amostragem separada.

**B.1.3. Precauções a tomar**

Durante a amostragem, são tomadas precauções para evitar qualquer alteração que possa fazer variar os teores de contaminantes ou afectar as análises ou a representatividade das amostras globais.

**B.1.4. Amostras elementares**

Na medida do possível, as amostras elementares devem ser colhidas em diversos pontos do lote ou sublote. Qualquer inobservância deste procedimento deve ser assinalada no registo previsto no ponto B.1.8 do presente anexo.

**B.1.5. Preparação da amostra global**

A amostra global é obtida através da junção das amostras elementares.

**▼ B****B.1.6. Amostras para efeitos de medidas executórias, de direito de recurso e de procedimentos de arbitragem**

As amostras para efeitos de medidas executórias, de direito de recurso e de procedimentos de arbitragem são obtidas a partir da amostra global homogeneizada, desde que esse procedimento não infrinja as regras dos Estados-Membros em matéria de direitos dos operadores de empresas do sector alimentar.

**B.1.7. Acondicionamento e envio das amostras**

Cada amostra é colocada num recipiente limpo, de material inerte, que a proteja adequadamente de qualquer possível contaminação, de perda de analitos por adsorção na parede interna do recipiente ou de qualquer dano durante o transporte. São tomadas todas as precauções necessárias para evitar qualquer modificação da composição da amostra que possa ocorrer durante o transporte ou a armazenagem.

**▼ M1**

No caso de amostragem para análise de PAH, devem ser evitados, se possível, os recipientes de plástico, dado que podem alterar o teor de PAH da amostra. Devem ser utilizados, sempre que possível, recipientes de vidro inertes e isentos de PAH que protejam adequadamente a amostra da luz. Se tal for impossível na prática, há que evitar, pelo menos, o contacto directo da amostra com o plástico, por exemplo, no caso de amostras sólidas, embrulhando a amostra em folha de alumínio antes de a colocar no recipiente de amostragem.

**▼ B****B.1.8. Selagem e rotulagem das amostras**

Cada amostra colhida para efeitos oficiais é selada no local de amostragem e identificada de acordo com as regras dos Estados-Membros.

Para cada amostragem, é mantido um registo que permita identificar sem ambiguidade o lote ou sublote amostrados (é feita referência ao número do lote), indicando a data e o local de amostragem, bem como qualquer informação suplementar que possa ser útil ao analista.

**▼ M1****B.2. PLANOS DE AMOSTRAGEM****B.2.1. Divisão dos lotes em sublotes**

Os grandes lotes são subdivididos em sublotes, desde que os sublotes possam ser fisicamente separados. Para produtos comercializados em remessas a granel (por exemplo, os cereais), é aplicável o quadro 1. Para outros produtos, é aplicável o quadro 2. Dado que o peso do lote nem sempre é um múltiplo exacto do peso dos sublotes, o peso dos sublotes pode exceder o peso indicado até um máximo de 20 %.

**▼ M4****B.2.2. Número de amostras elementares**

Para os géneros alimentícios, com exceção dos suplementos alimentares, especiarias secas ou ervas aromáticas, fungos secos, algas ou líquenes, a amostra global deve ser de, pelo menos, 1 kg ou 1 litro, exceto se tal não for possível, por exemplo, quando a amostra consistir numa única embalagem ou unidade.

Para os suplementos alimentares, especiarias secas ou ervas aromáticas, fungos secos, algas ou líquenes, a amostra global deve ser de, pelo menos, 100 g ou 100 ml.

Para os géneros alimentícios, com exceção dos suplementos alimentares, o número mínimo de amostras elementares a colher do lote ou sublote é o indicado no quadro 3.

▼ **M4**

No caso de produtos líquidos comercializados a granel, o lote ou sublote é, na medida do possível, cuidadosamente misturado e de forma a não afetar a qualidade do produto, quer manual quer mecanicamente, imediatamente antes da colheita da amostra. Neste caso, é pressuposta uma distribuição homogénea dos contaminantes dentro de um determinado lote ou sublote. Por conseguinte, o número de amostras elementares a colher de um lote ou sublote para constituir a amostra global é três.

Caso o lote ou sublote seja constituído por embalagens individuais ou unidades, para os géneros alimentícios, com exceção dos suplementos alimentares, o número de embalagens ou unidades (amostras elementares) a colher para formar a amostra global é indicado no quadro 4-A.

As amostras elementares são de peso/volume semelhante. Para os géneros alimentícios, com exceção dos suplementos alimentares, especiarias secas ou ervas aromáticas, fungos secos, algas ou líquenes, a amostra elementar pesa ou tem um volume de, no mínimo, 100 g ou 100 ml, dando origem a uma amostra global de, pelo menos, de 1 kg ou 1 l.

Para especiarias secas ou ervas aromáticas, fungos secos, algas ou líquenes, a amostra elementar pesa ou tem um volume de, no mínimo, 35 g ou 35 ml, dando origem a uma amostra global de, pelo menos, de 100 g ou 100 ml.

Os teores máximos de estanho na forma inorgânica são aplicáveis ao conteúdo de cada lata, mas, por razões de ordem prática, pode ser utilizada uma amostragem global. Se o resultado do ensaio relativo à amostra global de latas for inferior, mas próximo, do teor máximo de estanho na forma inorgânica, e se houver motivo para crer que determinadas latas podem ultrapassar o teor máximo, devem ser realizadas novas análises.

Para os suplementos alimentares, o número mínimo e dimensão das amostras elementares é o indicado no quadro 4-B.

Se não for possível aplicar o método de amostragem indicado no ponto B.2 devido a consequências comerciais inaceitáveis (p. ex., por causa da forma das embalagens ou danificação do lote) ou se for impossível na prática aplicar o método de amostragem referido nesse ponto, pode ser aplicado um método de amostragem alternativo desde que a amostragem seja suficientemente representativa do lote ou sublote amostrado e que o método aplicado seja plenamente documentado. Tal deve ser assinalado no registo previsto no ponto B.1.8.

*Quadro 1***Subdivisão de lotes em sublotos para produtos comercializados em remessas a granel**

Peso do lote (toneladas)	Peso ou número de sublotos
$\geq 1\,500$	500 toneladas
$> 300$ e $< 1\,500$	3 sublotos
$\geq 100$ e $\leq 300$	100 toneladas
$< 100$	—

▼ **M4***Quadro 2***Subdivisão de lotes em sublotes para produtos não comercializados em remessas a granel**

Peso do lote (toneladas)	Peso ou número de sublotes
$\geq 15$	15-30 toneladas
$< 15$	—

*Quadro 3***Número mínimo de amostras elementares a colher do lote ou sublote de géneros alimentícios, com exceção dos suplementos alimentares**

Peso ou volume do lote/sublote (em kg ou litros)	Número mínimo de amostras elementares a colher
$< 50$	3
$\geq 50$ e $\leq 500$	5
$> 500$	10

*Quadro 4-A***Número de embalagens ou unidades (amostras elementares) a colher para formar a amostra global caso o lote ou sublote consista em embalagens individuais ou unidades de géneros alimentícios, com exceção dos suplementos alimentares**

Número de embalagens ou unidades do lote ou sublote	Número de embalagens ou unidades a colher
$\leq 25$	no mínimo, 1 embalagem ou unidade
26-100	cerca de 5%, no mínimo 2 embalagens ou unidades
$> 100$	cerca 5%, no máximo 10 embalagens ou unidades

*Quadro 4-B***Número mínimo e dimensão das amostras elementares para os suplementos alimentares**

Dimensão do lote (número de embalagens)	Número de embalagens (amostras elementares) a colher para amostra	Dimensão da amostra elementar
1-50	1	Todo o conteúdo da embalagem
51-250	2	Todo o conteúdo da embalagem
251-1 000	4	Por cada embalagem para venda a retalho utilizada para amostra, metade do conteúdo da embalagem

▼ **M4**

Dimensão do lote (número de embalagens)	Número de embalagens (amostras elementares) a colher para amostra	Dimensão da amostra elementar
> 1 000	4 + 1 embalagens por cada 1 000 embalagens para venda a retalho, até um máximo de 25 embalagens para venda a retalho	≤ 10 embalagens: por cada embalagem para venda a retalho, metade do conteúdo da embalagem > 10 embalagens: por cada embalagem, é colhida uma quantidade igual por forma a obter uma amostra com o conteúdo equivalente a 5 embalagens
Desconhecido (aplicável apenas ao comércio eletrónico)	1	Todo o conteúdo da embalagem

▼ **M5**B.2.3. **Disposições específicas para a amostragem de lotes contendo peixes inteiros de tamanho ou peso comparáveis**

O número de amostras elementares a colher do lote está estabelecido no quadro 3. A amostra global, proveniente da junção de todas as amostras elementares, deve ser, no mínimo, de 1 quilograma (ver ponto B.2.2).

- Caso o lote a amostrar contenha peixes pequenos (cada peixe com peso < 1 quilograma), o peixe inteiro é colhido como amostra elementar para efeitos de constituição da amostra global. Se a amostra global daí resultante pesar mais de 3 quilogramas, as amostras elementares podem consistir nas partes do meio dos peixes que formam a amostra global, pesando cada parte pelo menos 100 gramas. A parte inteira à qual o teor máximo seja aplicável é usada para a homogeneização da amostra.

A parte do meio do peixe é aquela em que se situa o centro de gravidade. Este está localizado, na maioria dos casos, ao nível da barbatana dorsal (se o peixe tiver uma barbatana dorsal) ou a meio entre a abertura branquial e o ânus.

- Caso o lote a amostrar contenha peixes maiores (cada peixe com peso ≥ 1 quilograma), a amostra elementar deve consistir na parte do meio do peixe. Cada amostra elementar deve pesar pelo menos 100 gramas.

Para peixes de tamanho intermédio (≥ 1 quilograma e < 6 quilogramas), a amostra elementar é colhida como uma porção da parte do meio do peixe, entre a espinha dorsal e a barriga.

Para peixes muito grandes (≥ 6 quilogramas), a amostra elementar é colhida da parte comestível lateral-dorsal do lado direito (perspetiva frontal) da parte do meio do peixe. Caso a colheita dessa porção da parte do meio do peixe possa resultar num prejuízo económico significativo, pode considerar-se suficiente a colheita de três amostras elementares de, pelo menos, 350 gramas cada, independentemente da dimensão do lote, ou, em alternativa, pode considerar-se suficiente a colheita de três amostras elementares de, pelo menos, 350 gramas cada uma de uma parte igual (175 g) da parte comestível perto da cauda e da parte comestível perto da cabeça de cada peixe, independentemente do tamanho do lote.

**▼ M5****B.2.4. Disposições específicas para a amostragem de lotes de peixe contendo peixes inteiros de tamanho e/ou peso diferentes**

São aplicáveis as disposições do ponto B.2.3 no que respeita à constituição da amostra.

No caso de uma classe/categoria de tamanho ou peso ser predominante (cerca de 80% ou mais do lote), a amostra é colhida dos peixes com o tamanho ou peso predominantes. Esta amostra deve ser considerada representativa do lote inteiro.

Se não predominar nenhuma classe/categoria específica de tamanho ou peso, é necessário garantir que os peixes selecionados para a amostra são representativos do lote. No documento de orientação para a amostragem de peixes inteiros de tamanho e/ou peso diferentes (*Guidance document on sampling of whole fish of different size and/or weight*) são apresentadas diretrizes específicas para estes casos <sup>(1)</sup>.

**B.2.5. Disposições específicas para a amostragem de animais terrestres**

No que diz respeito à carne e miudezas de suínos, bovinos, ovinos, caprinos e equídeos, deve ser colhida uma amostra de 1 quilograma de, pelo menos, um animal. Se tal for necessário para obter uma quantidade de amostra de 1 quilograma, devem ser colhidas amostras de quantidade igual de mais de um animal.

No que diz respeito à carne de aves de capoeira, devem ser colhidas amostras de quantidade igual de, pelo menos, três animais, a fim de obter uma amostra global de 1 quilograma. No que diz respeito às miudezas de aves de capoeira, devem ser colhidas amostras de quantidade igual de, pelo menos, três animais, a fim de obter uma amostra global de 300 gramas.

No que diz respeito à carne e miudezas de animais de caça de criação e de animais terrestres selvagens, deve ser colhida uma amostra de 300 gramas de, pelo menos, um animal. Se tal for necessário para obter uma quantidade de amostra de 300 gramas, devem ser colhidas amostras de quantidade igual de mais de um animal.

**▼ M1****B.3. AMOSTRAGEM NA FASE DE RETALHO**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de retalho deve fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes do ponto B.2.2 do presente anexo.

Se não for possível utilizar o método de amostragem indicado no ponto B.2.2 devido a consequências comerciais inaceitáveis (por exemplo, por causa da forma das embalagens, danificação do lote, etc.) ou se for impossível na prática aplicar o método de amostragem acima referido, pode ser aplicado um método de amostragem alternativo desde que a amostragem seja suficientemente representativa do lote ou sublote amostrado e que o método aplicado seja plenamente documentado.

**▼ B**

## PARTE C

**PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E ANÁLISE****C.1. NORMAS DE QUALIDADE APLICÁVEIS AOS LABORATÓRIOS**

Os laboratórios cumprem o disposto no artigo 12.º do Regulamento (CE) n.º 882/2004 ► **M1** — ◀.

<sup>(1)</sup> <https://ec.europa.eu/food/safety/chemical-safety/contaminants/sampling-and-analysis>



**▼ B**

Os laboratórios participam em programas de ensaios de competência adequados e conformes ao *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* <sup>(1)</sup> desenvolvidos sob os auspícios da IUPAC/ISO/AOAC.

Os laboratórios estão em condições de demonstrar que aplicam procedimentos internos de controlo de qualidade. As *ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* <sup>(2)</sup> (orientações relativas ao controlo de qualidade em laboratórios de química analítica da ISO/AOAC/IUPAC) constituem exemplos desses procedimentos.

Sempre que possível, o rigor das análises é estimado mediante inclusão no processo analítico de materiais de referência certificados adequados.

## C.2. PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

**▼ M5**

## C.2.1. Precauções e generalidades

A exigência de base é a obtenção de uma amostra para laboratório representativa e homogénea sem a introdução de qualquer contaminação secundária.

A parte inteira à qual o teor máximo é aplicável deve ser usada para a homogeneização da amostra.

No que diz respeito aos produtos que não os peixes, todo o material da amostra recebido no laboratório deve ser usado para a preparação da amostra para laboratório.

No que diz respeito aos peixes, todo o material da amostra recebido no laboratório deve ser homogeneizado. Para a preparação da amostra para laboratório, utiliza-se uma parte/quantidade representativa da amostra global homogeneizada.

A observância dos teores máximos estabelecidos no Regulamento (CE) n.º 1881/2006 é fixada com base nos teores determinados nas amostras para laboratório.

**▼ B**

## C.2.2. Procedimentos específicos para a preparação das amostras

**▼ M2**

## C.2.2.1. Procedimentos específicos para o chumbo, o cádmio, o mercúrio, o estanho na forma inorgânica e o arsénio na forma inorgânica

O analista deve certificar-se de que as amostras não são contaminadas aquando da sua preparação. Sempre que possível, os aparelhos e o equipamento que entram em contacto com as amostras não devem conter os metais a determinar e devem ser fabricados em material inerte, por exemplo, plásticos como polipropileno, politetrafluoroetileno, etc. Este material deve ser limpo com ácido para minimizar o risco de contaminação. As arestas cortantes podem ser de aço inoxidável de alta qualidade.

<sup>(1)</sup> «The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories» (protocolo internacional harmonizado para o ensaio de competência de laboratórios químicos analíticos), M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 2006, 78, 145-96.

<sup>(2)</sup> Edited by M. Thompson and R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649-666.

**▼ M2**

Existem muitos procedimentos específicos satisfatórios para a preparação das amostras que podem ser utilizados para os produtos em causa. Relativamente aos aspetos não abrangidos especificamente pelo presente regulamento, a norma do CEN «Géneros alimentícios. Determinação dos elementos e das respetivas espécies químicas. Considerações gerais e requisitos específicos» <sup>(1)</sup> foi considerada satisfatória, mas outros métodos de preparação de amostras também podem ser válidos.

No caso do estanho na forma inorgânica, deve tomar-se o cuidado necessário para assegurar que todo o material é dissolvido para fins da análise, já que se sabe que ocorrem imediatamente perdas, particularmente por hidrólise em espécies insolúveis de óxido de Sn(IV) hidratado.

**▼ M1****C.2.2.2. Procedimentos específicos para os hidrocarbonetos aromáticos policíclicos**

O analista deve certificar-se de que as amostras não são contaminadas aquando da sua preparação. Os recipientes são enxaguados com acetona ou hexano de elevado grau de pureza antes da sua utilização, por forma a limitar ao mínimo os riscos de contaminação. Sempre que possível, os aparelhos e o equipamento que entram em contacto com as amostras são fabricados de material inerte como alumínio, vidro, ou aço inoxidável polido. Os plásticos do tipo polipropileno ou PTFE são evitados, uma vez que os analitos podem ser adsorvidos por estes materiais.

**▼ M2**

Para a análise dos PAH no cacau e produtos derivados do cacau, a determinação do teor de matéria gorda é efetuada de acordo com o método oficial 963.15 da AOAC para a determinação do teor de matéria gorda dos grãos de cacau e produtos derivados. Podem ser aplicados procedimentos equivalentes de determinação da matéria gorda desde que se possa demonstrar que o procedimento de determinação da matéria gorda utilizado proporciona um valor igual (equivalente) para o teor de matéria gorda.

**▼ B****C.2.3. Tratamento da amostra recebida no laboratório**

A amostra global completa é finamente triturada (quando pertinente) e cuidadosamente misturada, utilizando-se um método que comprovadamente garanta uma homogeneização completa.

**C.2.4. Amostras para efeitos de medidas executórias, de direito de recurso e de procedimentos de arbitragem**

As amostras para efeitos de medidas executórias, de direito de recurso e de procedimentos de arbitragem são obtidas a partir do material homogeneizado, desde que esse procedimento não infrinja as regras de amostragem dos Estados-Membros em matéria de direitos dos operadores de empresas do sector alimentar.

**C.3. MÉTODOS DE ANÁLISE****C.3.1. Definições**

São aplicáveis as seguintes definições:

«r» = repetibilidade, valor abaixo do qual se pode esperar que a diferença absoluta entre os resultados de testes individuais obtidos em condições de repetibilidade (isto é, mesma amostra, mesmo operador, mesmos aparelhos, mesmo laboratório e intervalo curto) se situe dentro dos limites da probabilidade específica (em princípio, 95 %), sendo  $r = 2,8 \times s_r$ .

<sup>(1)</sup> Norma EN 13804:2013: *Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species. General considerations and specific requirements* (Géneros alimentícios. Determinação dos elementos e das respetivas espécies químicas. Considerações gerais e requisitos específicos), CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelas.

**▼ B**

- «s<sub>r</sub>» = desvio-padrão calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade.
- «RSD<sub>r</sub>» = desvio-padrão relativo calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade  $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$ .
- «R» = reprodutibilidade, valor abaixo do qual se pode esperar que a diferença absoluta entre os resultados de testes individuais obtidos em condições de reprodutibilidade (isto é, com um material idêntico obtido pelos operadores de vários laboratórios que utilizem o método de ensaio normalizado) se situe dentro de um certo limite de probabilidade (em princípio, 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ .
- «s<sub>R</sub>» = desvio-padrão calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade.
- «RSD<sub>R</sub>» = desvio-padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ .

**▼ M3**

- «LOD» = limite de deteção, teor mínimo medido a partir do qual é possível deduzir a presença do analito com uma certeza estatística razoável.
- «LOQ» = limite de quantificação, teor mais baixo a partir do qual é possível medir o analito com uma certeza estatística razoável.

**▼ M1**

- «HORRAT<sup>(1)</sup>» = valor observado de RSD<sub>r</sub> dividido pelo valor de RSD<sub>r</sub> estimado a partir da equação de Horwitz<sup>(2)</sup> (modificada) [cf. ponto C.3.3.1 (Critérios de desempenho)] assumindo que  $r = 0,66 R$ .
- «HORRAT<sup>(3)</sup><sub>R</sub>» = valor observado de RSD<sub>R</sub> dividido pelo valor de RSD<sub>R</sub> estimado a partir da equação de Horwitz<sup>(4)</sup> (modificada) [cf. ponto C.3.3.1 (Critérios de desempenho)].
- «u» = incerteza-padrão combinada de medição obtida a partir das incertezas-padrão de medição individuais associadas às grandezas de entrada num modelo de medição<sup>(5)</sup>.

<sup>(1)</sup> Horwitz W. and Albert, R., 2006, *The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision*, *Journal of AOAC International*, Vol. 89, 1095-1109.

<sup>(2)</sup> M. Thompson, *Analyst*, 2000, p. 125 e 385-386.

<sup>(3)</sup> Horwitz, W. and Albert, R., 2006, *The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision*, *Journal of AOAC International*, Vol. 89, 1095-1109.

<sup>(4)</sup> M. Thompson, *Analyst*, 2000, p. 125 e 385-386.

<sup>(5)</sup> *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)* JCGM 200:2008 [Vocabulário Internacional de Metrologia - Conceitos básicos, conceitos gerais e termos associados (VIM)].

**▼ B**

«U» = corresponde à incerteza de medição expandida, utilizando um factor de cobertura de 2, que permite obter um nível de confiança de cerca de 95 % ( $U = 2u$ ).

«Uf» = incerteza de medição padrão máxima.

**▼ M2****C.3.2. Requisitos gerais**

Os métodos de análise utilizados para o controlo dos géneros alimentícios devem cumprir as disposições do anexo III do Regulamento (CE) n.º 882/2004.

Os métodos de análise para o estanho total são adequados para o controlo dos teores de estanho na forma inorgânica.

No que diz respeito à análise do chumbo no vinho, os métodos e regras estabelecidos pela OIV <sup>(1)</sup> aplicam-se em conformidade com o artigo 80.º, n.º 5, do Regulamento (UE) n.º 1308/2013 <sup>(2)</sup>.

Os métodos de análise para o arsénio total são adequados para efeitos de rastreio para o controlo dos teores de arsénio na forma inorgânica. Se a concentração de arsénio total for inferior ao teor máximo para o arsénio na forma inorgânica, não são necessários mais ensaios e a amostra é considerada conforme com o teor máximo para o arsénio na forma inorgânica. Se a concentração de arsénio total for igual ou superior ao teor máximo para o arsénio na forma inorgânica, devem ser realizados mais ensaios para determinar se a concentração de arsénio na forma inorgânica é superior ao teor máximo para o arsénio na forma inorgânica.

**▼ B****C.3.3. Requisitos específicos****▼ M1****C.3.3.1. Critérios de desempenho**

Se não forem prescritos a nível da União Europeia métodos específicos para a determinação de contaminantes nos géneros alimentícios, os laboratórios podem escolher qualquer método de análise validado para a matriz respectiva desde que esse método respeite os critérios de desempenho específicos indicados nos quadros 5, 6 e 7.

Recomenda-se que sejam utilizados, quando adequado e estejam disponíveis, métodos plenamente validados (ou seja, métodos validados por ensaio colectivo para a matriz respectiva). Podem também usar-se outros métodos validados adequados (por exemplo, métodos validados internamente para a matriz respectiva), desde que estes respeitem os critérios de desempenho indicados nos quadros 5, 6 e 7.

Sempre que possível, a validação de métodos validados internamente devem incluir um material de referência certificado.

<sup>(1)</sup> Organisation internationale de la vigne et du vin.

<sup>(2)</sup> Regulamento (UE) n.º 1308/2013 do Parlamento Europeu e do Conselho, de 17 de dezembro de 2013, que estabelece uma organização comum dos mercados dos produtos agrícolas e revoga os Regulamentos (CEE) n.º 922/72, (CEE) n.º 234/79, (CE) n.º 1037/2001 e (CE) n.º 1234/2007 do Conselho (JO L 347 de 20.12.2013, p. 671).

▼ **M6**

- a) Critérios de desempenho para métodos de análise de chumbo, cádmio, mercúrio, estanho na forma inorgânica e arsénio na forma inorgânica

Quadro 5

Parâmetro	Critério			
Aplicabilidade	Alimentos especificados no Regulamento (CE) n.º 1881/2006			
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais			
Repetibilidade (RSD <sub>r</sub> )	HORRAT <sub>r</sub> inferior a 2			
Reprodutibilidade (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> inferior a 2			
Recuperação	São aplicáveis as disposições do ponto D.1.2			
LOD	= três décimos do LOQ			
LOQ	Estanho na forma inorgânica	≤ 10 mg/kg		
		Chumbo	Teor máximo ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < teor máximo < 0,1 mg/kg
	Cádmio, mercúrio	Teor máximo ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < teor máximo < 0,1 mg/kg	Teor máximo é ≥ 0,1 mg/kg
		≤ dois quintos do teor máximo	≤ dois quintos do teor máximo	≤ um quinto do teor máximo
	Arsénio na forma inorgânica e arsénio total	Teor máximo ≤ 0,03 mg/kg	0,03 < teor máximo < 0,1 mg/kg	Teor máximo é ≥ 0,1 mg/kg
		≤ teor máximo	≤ dois terços do teor máximo	≤ dois terços do teor máximo

▼ **M3**

- b) Critérios de desempenho para métodos de análise de 3-monocloro-propano-1,2-diol (3-MCPD), ésteres de ácidos gordos de 3-MCPD e ésteres glicidílicos de ácidos gordos:

- Critérios de desempenho para métodos de análise de 3-MCPD em géneros alimentícios especificados no ponto 4.1 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006

Quadro 6-A

Parâmetro	Critério
Aplicabilidade	Géneros alimentícios especificados no ponto 4.1 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais
Amostras «em branco»	Inferior ao LOD
Repetibilidade (RSD <sub>r</sub> )	0,66 vezes a RSD <sub>R</sub> derivada da equação de Horwitz (modificada)
Reprodutibilidade (RSD <sub>R</sub> )	Derivada da equação de Horwitz (modificada)
Recuperação	75-110 %
Limite de deteção (LOD)	≤ 5 µg/kg (em relação à matéria seca)
Limite de quantificação (LOQ)	≤ 10 µg/kg (em relação à matéria seca)

▼ M3

- Critérios de desempenho para métodos de análise de 3-MCPD em géneros alimentícios especificados no ponto 4.3 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006

Quadro 6-B

Parâmetro	Critério
Aplicabilidade	Géneros alimentícios especificados no ponto 4.3 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais
Amostras «em branco»	Inferior ao LOD
Repetibilidade ( $RSD_r$ )	0,66 vezes a $RSD_R$ derivada da equação de Horwitz (modificada)
Reprodutibilidade ( $RSD_R$ )	Derivada da equação de Horwitz (modificada)
Recuperação	75-110 %
Limite de deteção (LOD)	$\leq 7 \mu\text{g/kg}$
Limite de quantificação (LOQ)	$\leq 14 \mu\text{g/kg}$

- Critérios de desempenho para métodos de análise de ésteres de ácidos gordos de 3-MCPD, expressos em 3-MCPD, em géneros alimentícios especificados no ponto 4.3 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006

Quadro 6-C

Parâmetro	Critério
Aplicabilidade	Géneros alimentícios especificados no ponto 4.3 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais
Repetibilidade ( $RSD_r$ )	0,66 vezes a $RSD_R$ derivada da equação de Horwitz (modificada)
Reprodutibilidade ( $RSD_R$ )	Derivada da equação de Horwitz (modificada)
Recuperação	70-125 %
Limite de deteção (LOD)	Três décimos do LOQ
Limite de quantificação (LOQ) para géneros alimentícios especificados em 4.3.1 e 4.3.2	$\leq 100 \mu\text{g/kg}$ em óleos e gorduras
Limite de quantificação (LOQ) para géneros alimentícios especificados em 4.3.3 e em 4.3.4 com um teor de gordura < 40 %	$\leq$ dois quintos do teor máximo
Limite de quantificação (LOQ) para géneros alimentícios especificados em 4.3.4 com um teor de gordura $\geq 40$ %	$\leq 15 \mu\text{g/kg}$ de gordura

- Critérios de desempenho para métodos de análise dos ésteres glicídicos de ácidos gordos, expressos em glicidol, em géneros alimentícios especificados no ponto 4.2 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006

▼ M3

Quadro 6-D

Parâmetro	Critério
Aplicabilidade	Géneros alimentícios especificados no ponto 4.2 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais
Repetibilidade (RSD <sub>r</sub> )	0,66 vezes a RSD <sub>R</sub> derivada da equação de Horwitz (modificada)
Reprodutibilidade (RSD <sub>R</sub> )	Derivada da equação de Horwitz (modificada)
Recuperação	70-125 %
Limite de deteção (LOD)	Três décimos do LOQ
Limite de quantificação (LOQ) para géneros alimentícios especificados em 4.2.1 e 4.2.2	≤ 100 µg/kg em óleos e gorduras
Limite de quantificação (LOQ) para géneros alimentícios especificados em 4.2.3 com um teor de gordura < 65 % e em 4.2.4 com um teor de gordura < 8 %	≤ dois quintos do teor máximo
Limite de quantificação (LOQ) para géneros alimentícios especificados em 4.2.3 com um teor de gordura ≥ 65 % e em 4.2.4 com um teor de gordura ≥ 8 %	≤ 31 µg/kg de gordura

▼ M1

- c) Critérios de desempenho para métodos de análise dos hidrocarbonetos aromáticos policíclicos:

Os quatro hidrocarbonetos aromáticos policíclicos a que estes critérios se aplicam são o benzo(a)pireno, o benz(a)antraceno, o benzo(b)fluoranteno e o criseno.

Quadro 7

Parâmetro	Critério
Aplicabilidade	Alimentos especificados no Regulamento (CE) n.º 1881/2006
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais, verificação de deteção positiva
Repetibilidade (RSD <sub>r</sub> )	HORRAT <sub>r</sub> menos de 2
Reprodutibilidade (RSD <sub>R</sub> )	HORRAT <sub>R</sub> menos de 2
Recuperação	50-120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg para cada uma das quatro substâncias
LOQ	≤ 0,90 µg/kg para cada uma das quatro substâncias

▼ **M3**

d) Critérios de desempenho para métodos de análise de acrilamida:

*Quadro 8*

Parâmetro	Critério
Aplicabilidade	Todos os alimentos
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais
Amostras «em branco»	Inferior ao limite de deteção (LOD)
Repetibilidade (RSD <sub>r</sub> )	0,66 vezes a RSD <sub>R</sub> derivada da equação de Horwitz (modificada)
Reprodutibilidade (RSD <sub>R</sub> )	Derivada da equação de Horwitz (modificada)
Recuperação	75-110 %
Limite de deteção (LOD)	Três décimos do LOQ
Limite de quantificação (LOQ)	Para géneros alimentícios com níveis de referência < 125 µg/kg: ≤ dois quintos do nível de referência, mas não é necessário ser inferior a 20 µg/kg Para géneros alimentícios com um nível de referência ≥ 125 µg/kg: ≤ 50 µg/kg

e) Critérios de desempenho para métodos de análise de perclorato:

*Quadro 9*

Parâmetro	Critério
Aplicabilidade	Todos os alimentos
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais
Repetibilidade (RSD <sub>r</sub> )	0,66 vezes a RSD <sub>R</sub> derivada da equação de Horwitz (modificada)
Reprodutibilidade (RSD <sub>R</sub> )	Derivada da equação de Horwitz (modificada)
Recuperação	70-110 %
Limite de deteção (LOD)	Três décimos do LOQ
Limite de quantificação (LOQ)	≤ dois quintos do teor máximo

f) Notas relativas aos critérios de desempenho:

A equação de Horwitz <sup>(1)</sup> (para concentrações  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) e a equação de Horwitz modificada <sup>(2)</sup> (para concentrações  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) são equações de precisão generalizada independentes do analito e da matriz e apenas dependentes da concentração para a maioria dos métodos de análise de rotina.

Equação de Horwitz modificada para concentrações  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ :

$$RSD_R = 22 \%$$

<sup>(1)</sup> Horwitz, L. R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,63, 1980, 1344-1354.

<sup>(2)</sup> M. Thompson, Analyst, 125, 2000, 385-386.



**▼ M3**

em que:

- $RSD_R$  é o desvio-padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade  $[(s_R/\bar{X}) \times 100]$
- $C$  é a taxa de concentração (ou seja, 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). A equação de Horwitz modificada aplica-se a concentrações  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

Equação de Horwitz para concentrações  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ :

$$RSD_R = 2C^{(-0.15)}$$

em que:

- $RSD_R$  é o desvio-padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade  $[(s_R/\bar{X}) \times 100]$
- $C$  é a taxa de concentração (ou seja, 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg). A equação de Horwitz aplica-se a concentrações  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

**▼ M1**

## C.3.3.2. Abordagem de «adequação à finalidade»

No que se refere aos métodos validados internamente, pode utilizar-se, como alternativa, uma abordagem «de adequação à finalidade»<sup>(1)</sup> para se avaliar a adequabilidade desses métodos para o controlo oficial. Os métodos adequados para o controlo oficial têm de produzir resultados cuja incerteza-padrão combinada de medição ( $u$ ) seja inferior à incerteza-padrão de medição máxima, calculada por meio da fórmula seguinte:

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

em que:

- $Uf$  representa a incerteza-padrão de medição máxima ( $\mu\text{g/kg}$ ).
- $LOD$  representa o limite de detecção do método ( $\mu\text{g/kg}$ ). O  $LOD$  deve respeitar os critérios de desempenho indicados no ponto C.3.3.1 para a concentração em causa.
- $C$  corresponde à concentração em causa ( $\mu\text{g/kg}$ ).
- $\alpha$  é um factor numérico cuja utilização depende do valor de  $C$ . Os valores a utilizar constam do ► **M3** quadro 10 ◀.

**▼ M3***Quadro 10***▼ M1**

**Valores numéricos a utilizar para a constante  $\alpha$ , na fórmula acima indicada, em função da concentração em causa**

$C$ ( $\mu\text{g/kg}$ )	$\alpha$
$\leq 50$	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
$> 10\ 000$	0,1

<sup>(1)</sup> M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, p. 10 e 471-478.

**▼ M1**

O analista deve ter em conta o *Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation* [Relatório sobre a relação entre os resultados analíticos, a incerteza de medição, os factores de recuperação e as disposições da legislação da UE no domínio dos alimentos para consumo humano e animal] <sup>(1)</sup>.

**▼ B**

## PARTE D

**REGISTOS E INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS**

## D.1. REGISTOS

D.1.1. **Expressão dos resultados**

Os resultados são expressos nas mesmas unidades e com o mesmo número de algarismos significativos que os teores máximos estabelecidos no Regulamento (CE) n.º 1881/2006.

D.1.2. **Cálculos de recuperação**

Caso o método analítico inclua uma fase de extracção, o resultado analítico é corrigido em função da recuperação. Neste caso, a taxa de recuperação tem de ser registada.

**▼ M1**

Caso o método analítico não inclua nenhuma fase de extracção (por exemplo, no caso dos metais), pode registar-se o resultado não corrigido em função da recuperação se forem apresentadas provas de que, idealmente mediante a utilização de material de referência certificado adequado, se alcançou a concentração certificada tendo em conta a incerteza de medição (isto é, exactidão elevada da medição) e, assim, de que o método não é distorcido. Caso o resultado seja registado não corrigido em função da recuperação, tal facto deve ser mencionado.

**▼ B**D.1.3. **Incerteza de medição**

O resultado analítico tem de ser registado como  $x \pm U$ , em que  $x$  é o resultado analítico e  $U$  é a incerteza expandida da medição, utilizando um factor de cobertura de 2 que dá um nível de confiança de aproximadamente 95 % ( $U = 2u$ ).

**▼ M1**

O analista deve ter em conta o *Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation* [Relatório sobre a relação entre os resultados analíticos, a incerteza de medição, os factores de recuperação e as disposições da legislação da UE no domínio dos alimentos para consumo humano e animal] <sup>(2)</sup>.

**▼ B**

## D.2. INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS

D.2.1. **Aceitação do lote/sublote**

O lote ou o sublote são aceites se o resultado analítico da amostra para laboratório não exceder o respectivo teor máximo estabelecido pelo Regulamento (CE) n.º 1881/2006, tendo em conta a incerteza de medição expandida e a correcção do resultado em função da recuperação, se o método analítico utilizado tiver incluído uma fase de extracção.

D.2.2. **Rejeição do lote/sublote**

O lote ou o sublote são rejeitados se o resultado analítico da amostra para laboratório exceder, para além de qualquer dúvida razoável, o respectivo teor máximo estabelecido pelo Regulamento (CE) n.º 1881/2006, tendo em conta a incerteza de medição expandida e a correcção do resultado em função da recuperação, se o método analítico utilizado tiver incluído uma fase de extracção.

<sup>(1)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

<sup>(2)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)

**▼B**

**D.2.3. Aplicabilidade**

As presentes disposições em matéria de interpretação são aplicáveis ao resultado analítico obtido na amostra para efeitos de medidas executórias. Nos casos em que se efectuam análises para efeitos de direito de recurso ou de procedimentos de arbitragem, são aplicáveis as normas nacionais.