

DIRECTIVA 2004/16/CE DA COMISSÃO
de 12 de Fevereiro de 2004
que estabelece os métodos de amostragem e de análise para o controlo oficial do teor de estanho
nos géneros alimentícios enlatados
(Texto relevante para efeitos do EEE)

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Europeia,

Tendo em conta a Directiva 85/591/CEE do Conselho, de 20 de Dezembro de 1985, relativa à introdução de modos de colheita de amostras e de métodos de análise comunitários para o controlo dos géneros destinados à alimentação humana ⁽¹⁾, alterada pelo Regulamento n.º 1882/2003 do Parlamento Europeu e do Conselho ⁽²⁾, e, nomeadamente, o seu artigo 1.º,

Considerando o seguinte:

- (1) O Regulamento (CE) n.º 466/2001 da Comissão, de 8 de Março de 2001, que fixa os teores máximos de certos contaminantes presentes nos géneros alimentícios ⁽³⁾, com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 242/2004 ⁽⁴⁾, estabelece limites máximos de estanho na forma inorgânica nos géneros alimentícios enlatados e faz referência a medidas que estabelecem os métodos de amostragem e de análise a utilizar.
- (2) A Directiva 93/99/CEE do Conselho, de 29 de Outubro de 1993, relativa a medidas adicionais respeitantes ao controlo oficial dos géneros alimentícios ⁽⁵⁾, alterada, pelo Regulamento (CE) n.º 1882/2003, introduziu um sistema de normas de qualidade para os laboratórios encarregues pelos Estados-Membros do controlo oficial dos géneros alimentícios.
- (3) É necessário fixar os critérios gerais a que os métodos de análise devem obedecer a fim de que os laboratórios encarregues dos controlos utilizem métodos de análise com um nível de eficácia comparável. É também fundamental que os resultados analíticos sejam comunicados e interpretados uniformemente a fim de garantir que a aplicação seja efectuada de modo harmonizado em toda a União Europeia. Estas disposições em matéria de interpretação são aplicáveis ao resultado analítico obtido na amostragem para o controlo oficial. Nos casos em que se efectuem análises para efeitos de direito de recurso ou de arbitragem, aplicam-se as normas nacionais.

- (4) As disposições relativas aos métodos de amostragem e de análise são estabelecidas com base nos conhecimentos actuais e poderão ser adaptadas à evolução dos conhecimentos científicos e tecnológicos. Os métodos de análise utilizados para o estanho total são adequados para os controlos do estanho na forma inorgânica. Relativamente aos níveis máximos estabelecidos para o estanho na forma inorgânica, não se considera significativa a eventual presença de formas orgânicas de estanho.
- (5) As medidas previstas na presente directiva estão em conformidade com o parecer do Comité Permanente da Cadeia Alimentar e da Saúde Animal,

ADOPTOU A PRESENTE DIRECTIVA:

Artigo 1.º

Os Estados-Membros tomarão todas as medidas necessárias para garantir que a amostragem para controlo oficial do teor de estanho nos géneros alimentícios seja efectuada em conformidade com os métodos descritos no anexo I da presente directiva.

Artigo 2.º

Os Estados-Membros tomarão todas as medidas necessárias para garantir que a preparação da amostra e o método de análise utilizado para controlo oficial do teor de estanho nos géneros alimentícios satisfaçam os critérios descritos no anexo II da presente directiva.

Artigo 3.º

Os Estados-Membros porão em vigor as disposições legislativas, regulamentares e administrativas necessárias para dar cumprimento às disposições da presente directiva, o mais tardar até 31 de Dezembro de 2004. Os Estados-Membros comunicarão imediatamente à Comissão o texto dessas disposições bem como um quadro de correspondência entre essas disposições e a presente directiva.

As disposições adoptadas pelos Estados-Membros devem fazer referência à presente directiva ou ser acompanhadas da referida referência aquando da sua publicação oficial. Os Estados-Membros deverão adoptar as modalidades dessa referência.

⁽¹⁾ JO L 372 de 31.12.1985, p. 50.

⁽²⁾ JO L 284 de 31.10.2003, p. 1.

⁽³⁾ JO L 77 de 16.3.2001, p. 1.

⁽⁴⁾ Ver página 3 do presente Jornal Oficial.

⁽⁵⁾ JO L 290 de 24.11.1993, p. 14.

Artigo 4.º

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

Os Estados-Membros são os destinatários da presente directiva.

Feito em Bruxelas, em 12 de Fevereiro de 2004.

Pela Comissão
David BYRNE
Membro da Comissão

ANEXO I

MÉTODOS DE AMOSTRAGEM PARA CONTROLO OFICIAL DO TEOR DE ESTANHO NOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS ENLATADOS**1. Objecto e domínio de aplicação**

As amostras destinadas aos controlos oficiais do teor de estanho nos géneros alimentícios enlatados são colhidas em conformidade com os métodos a seguir indicados. As amostras globais assim obtidas são consideradas representativas dos lotes. A conformidade dos lotes relativamente aos teores máximos fixados no Regulamento (CE) n.º 466/2001 será estabelecida em função dos teores determinados nas amostras de laboratório.

2. Definições

Lote:	Quantidade de género alimentício identificável, entregue de uma vez, que apresenta, conforme estabelecido pelo agente responsável, características comuns tais como a origem, a variedade, o tipo de embalagem, o embalador, o expedidor ou a marcação.
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:	A totalidade das amostras elementares colhidas no lote ou sublote.
Amostra de laboratório:	Amostra destinada ao laboratório.

3. Disposições gerais**3.1. Pessoal**

A colheita de amostras deve ser efectuada por uma pessoa autorizada para esse efeito, segundo as disposições vigentes nos Estados-Membros.

3.2. Produto a amostrar

Todos os lotes a analisar devem ser amostrados separadamente.

3.3. Precauções a adoptar

Durante a amostragem e a preparação das amostras, devem ser tomadas precauções para evitar qualquer alteração que possa fazer variar o teor de estanho ou afectar as análises ou a representatividade da amostra global.

3.4. Amostras elementares

Na medida do possível, as amostras elementares devem ser colhidas em diversos pontos do lote ou do sublote. Todas as derrogações dessa regra devem ser assinaladas no registo.

3.5. Preparação da amostra global

A amostra global é obtida através da junção de todas as amostras elementares. A homogeneização desta amostra global far-se-á no laboratório.

3.6. Amostras de laboratório idênticas

As amostras de laboratório idênticas destinadas a medidas executórias, fins comerciais (direito de recurso) ou procedimentos de arbitragem serão colhidas da amostra global homogeneizada, a menos que esse processo colida com as prescrições em matéria de amostragem em vigor nos Estados-Membros.

3.7. Acondicionamento e envio das amostras

Cada amostra deverá ser colocada num recipiente limpo, de material inerte, protegendo-a adequadamente de qualquer possível contaminação ou dano durante o transporte. Tomar todas as precauções necessárias para evitar qualquer modificação da composição da amostra que possa ocorrer durante o transporte ou a armazenagem.

3.8. *Fecho e rotulagem das amostras*

Cada amostra colhida será fechada no local de colheita e identificada de acordo com as prescrições em vigor no Estado-Membro.

Para cada amostragem deverá ser elaborado um registo que permita identificar sem ambiguidade o lote amostrado e inclua a data e o local de amostragem, bem como qualquer informação suplementar que possa ser útil ao analista.

4. **Planos de amostragem**

O método de amostragem aplicado deve garantir que a amostra global seja representativa do lote a controlar.

4.1. *Número de amostras elementares*

O número mínimo de amostras elementares a colher das latas de um lote é o indicado no quadro 1. As amostras elementares colhidas em cada lata devem ter um peso semelhante e dar origem a uma amostra global (ver o ponto 3.5).

Quadro 1

Número de latas (amostras elementares) a colher para formar a amostra global

Número de latas no lote ou sublote	Número de latas a colher
1 a 25	Pelo menos 1 lata
26 a 100	Pelo menos 2 latas
> 100	5 latas

Note-se que os teores máximos são aplicáveis ao conteúdo de cada lata, mas, para fins da viabilidade do ensaio, é necessário recorrer a uma abordagem baseada na amostragem global. Se o resultado do ensaio relativo à amostra global for inferior mas próximo do teor máximo e se houver motivo para crer que determinadas latas possam ultrapassar o teor máximo, será necessário realizar novas análises.

4.2. *Amostragem na fase de retalho*

Sempre que possível, a colheita de amostras de géneros alimentícios a aplicar na fase de retalho deverá ser feita em conformidade com as disposições de amostragem acima mencionadas. Quando isto não for possível, poderão usar-se outros métodos de amostragem eficazes nessa fase, sempre que assegurem uma representatividade suficiente para o lote amostrado.

5. **Conformidade do lote ou do sublote com a especificação**

O laboratório de controlo deve analisar a amostra de laboratório para efeitos de medidas executórias através de, pelo menos, duas análises independentes, calculando a média dos resultados.

O lote é aceite se a média não for superior ao respectivo teor máximo [tal como estabelecido no Regulamento (CE) n.º 466/2001], tomando em consideração a incerteza de medição e a correcção em função da recuperação.

O lote não é conforme com o teor máximo estabelecido no Regulamento (CE) n.º 466/2001 se a média for, com um grau de confiança elevado, superior ao teor máximo, tendo em consideração a incerteza de medição e a correcção em função da recuperação.

ANEXO II

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E CRITÉRIOS GERAIS A QUE DEVEM OBEDECER OS MÉTODOS DE ANÁLISE PARA CONTROLO OFICIAL DO TEOR DE ESTANHO NOS GÊNEROS ALIMENTÍCIOS ENLATADOS**1. Precauções e considerações gerais aplicáveis ao estanho**

O requisito de base é a obtenção de uma amostra de laboratório representativa e homogénea sem a introdução de qualquer contaminação secundária.

O analista deve garantir que as amostras não sejam contaminadas aquando da sua preparação. Sempre que possível, o equipamento que entra em contacto com as amostras deve ser fabricado de material inerte, por exemplo, plásticos tais como polipropileno, politetrafluoroetileno, etc.; este material deve ser limpo com ácido para evitar o risco de contaminação. As arestas cortantes podem ser de aço inoxidável de alta qualidade.

Para a preparação do material a testar, deve ser utilizada a totalidade da amostra recebida no laboratório. Só será possível obter resultados reprodutíveis a partir de amostras muitas finamente homogeneizadas.

Podem ser utilizados muitos procedimentos específicos satisfatórios para a preparação das amostras. Consideram-se satisfatórios os que se encontram descritos na norma CEN relativa à «Determinação de elementos vestigiais — Critérios de desempenho e considerações gerais» (nota 1) sem prejuízo de outros poderem ser igualmente válidos.

2. Tratamento da amostra recebida no laboratório

A amostra global deve ser finamente triturada (desde que relevante) e cuidadosamente misturada, utilizando-se um método que garanta uma homogeneização completa.

3. Subdivisão das amostras para medidas executórias e acções de defesa

As amostras idênticas destinadas a medidas executórias, fins comerciais (direito de recurso) ou procedimentos de arbitragem são colhidas das amostras para laboratório homogeneizadas, a menos que esse processo infrinja as prescrições em matéria de amostragem em vigor nos Estados-Membros.

4. Método de análise a utilizar pelo laboratório e requisitos de controlo do laboratório**4.1. Definições**

Seguem-se algumas das definições mais frequentes que os laboratórios devem utilizar:

r = Repetibilidade, valor abaixo do qual se pode esperar que a diferença absoluta entre os resultados de dois testes determinados 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 $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = Desvio-padrão, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade.

RSD_r = Desvio-padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, fórmula na qual \bar{x} representa a média dos resultados de todos os laboratórios e amostras.

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_R = Desvio-padrão, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade.

RSD_R = Desvio-padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = O valor observado de RSD_r dividido pelo valor de RSD_r estimado a partir da equação de Horwitz assumindo que $r = 0,66 R$.

$HORRAT_R$ = O valor observado de RSD_R dividido pelo valor de RSD_R calculado a partir da equação de Horwitz (2).

U = A incerteza expandida, utilizando um factor de expansão de 2, que permite obter um nível de confiança de cerca de 95 %.

4.2. *Exigências gerais*

Os métodos de análise utilizados para o controlo dos géneros alimentícios devem cumprir as disposições dos pontos 1 e 2 do anexo da Directiva 85/591/CEE do Conselho, de 20 de Dezembro de 1985, relativa à introdução de modos de colheita de amostras e de métodos de análise comunitários para o controlo dos géneros destinados à alimentação humana.

4.3. *Especificações especiais*

Desde que não seja prescrito a nível comunitário qualquer método específico para a determinação de estanho nos géneros alimentícios enlatados, os laboratórios podem escolher qualquer método validado, desde que esse método respeite os critérios de desempenho indicados no quadro 2. A validação deve, de preferência, incluir um material de referência certificado.

Quadro 2:

Crítérios de desempenho para os métodos de análise do estanho

Parâmetro	Valor/Comentário
Aplicabilidade	Alimentos especificados no Regulamento (CE) n.º 242/2004
Limite de detecção	Teor não superior a 5 mg/kg
Limite de quantificação	Teor não superior a 10 mg/kg
Precisão	Valores HORRAT _r ou HORRAT _R inferiores a 1,5 no ensaio colectivo de validação
Recuperação	80 % – 105 % (tal como indicado no ensaio colectivo)
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais

4.3.1. *Crítérios de desempenho — abordagem da função de incerteza*

A adequabilidade do método de análise a utilizar pelo laboratório poderá, igualmente, ser avaliada através de uma abordagem assente na incerteza. O laboratório deve utilizar um método que produza resultados até uma incerteza-padrão máxima. A incerteza-padrão máxima pode ser calculada por meio da fórmula seguinte:

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,1C)^2}$$

em que:

Uf representa a incerteza-padrão máxima

LOD representa o limite de detecção do método

C corresponde à concentração em causa.

Se um método analítico produzir resultados cuja incerteza de medição seja inferior à incerteza-padrão máxima, esse método será tão adequado quanto um método que respeite as características de desempenho indicadas no quadro 2.

4.4. *Cálculo da recuperação e registo dos resultados*

O resultado analítico é registado, corrigido ou não, com o valor da recuperação. O modo de registo e a taxa de recuperação devem ser indicados. O resultado analítico corrigido em função da recuperação é utilizado para verificar a conformidade (ver ponto 5 do anexo I).

O analista deve ter em conta as *Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement* (orientações harmonizadas para a utilização da informação relativa à taxa de recuperação em medições analíticas) (nota 3), elaboradas sob os auspícios da ISO/AOAC/IUPAC. Estas orientações fornecerão o apoio necessário aquando da determinação dos factores de recuperação.

O resultado analítico deve ser registado como $x \pm U$, em que x é o resultado analítico e U é a incerteza da medição.

4.5. *Normas de qualidade aplicáveis aos laboratórios*

Os laboratórios devem respeitar o disposto na Directiva 93/99/CEE do Conselho, de 29 de Outubro de 1993, relativa a medidas adicionais respeitantes ao controlo oficial dos géneros alimentícios.

4.6. Outras considerações relativas à análise

Avaliação da competência

Participação em programas de ensaios de competência adequados e conformes ao *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* [Protocolo internacional harmonizado para o ensaio da competência de laboratórios (químicos) analíticos (nota 4)], desenvolvidos sob os auspícios da IUPAC/ISO/AOAC.

Alguns destes programas incluem especificamente a determinação do estanho em alimentos; recomenda-se a participação nestes programas em vez de programas gerais para a determinação de metais em alimentos.

Controlo de qualidade interno

Os laboratórios devem estar em condições de demonstrar que aplicam procedimentos de controlo de qualidade interno. As ISO/AOAC/IUPAC *Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* [orientações relativas ao controlo de qualidade em laboratórios de química analítica da ISO/AOAC/IUPAC (nota 5)] constituem exemplos desses procedimentos.

Preparação da amostra

Deve ter-se o cuidado de assegurar que todo o estanho da amostra seja dissolvido para fins da análise. Reconhece-se, sobretudo, que o procedimento de dissolução deve ser de natureza a não dar azo à precipitação de qualquer espécie Sn IV hidrolisada (ou seja, espécies como o óxido estânico SnO₂, Sn(OH)₄, SnO₂·H₂O).

As amostras preparadas devem ser conservadas em HCl 5 mol/l. Atendendo a que o SnCl₄ se volatiliza com facilidade, as soluções não devem ser fervidas.

REFERÊNCIAS

1. Norma BS EN 13804:2002: Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria, general considerations and sample preparation (géneros alimentícios — determinação de elementos vestigiais — critérios de desempenho, considerações gerais e preparação da amostra), CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelas.
 2. W Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A-6A.
 3. ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Ed. Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts e Roger Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1999, 71, 337-48.
 4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Ed. M Thompson e R Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123-144 (publicado também em *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
 5. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Ed. M Thompson e R Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649-66.
-