

REGULAMENTO (CE) N.º 1883/2006 DA COMISSÃO**de 19 de Dezembro de 2006****que estabelece os métodos de amostragem e de análise para o controlo oficial dos teores de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina em determinados géneros alimentícios****(Texto relevante para efeitos do EEE)**

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Europeia,

Tendo em conta o Regulamento (CE) n.º 882/2004 do Parlamento Europeu e do Conselho, de 29 de Abril de 2004, relativo aos controlos oficiais realizados para assegurar a verificação do cumprimento da legislação relativa aos alimentos para animais e aos géneros alimentícios e das normas relativas à saúde e ao bem-estar dos animais ⁽¹⁾, nomeadamente o n.º 4 do artigo 11.º,

Considerando o seguinte:

- (1) O Regulamento (CE) n.º 1881/2006 da Comissão, de 19 de Dezembro de 2006, que fixa os teores máximos de certos contaminantes presentes nos géneros alimentícios ⁽²⁾, define os teores máximos para dioxinas e furanos e para a soma de dioxinas, furanos e de PCB sob a forma de dioxina em determinados géneros alimentícios.
- (2) A Directiva 2002/69/CE da Comissão, de 26 de Julho de 2002, que estabelece os métodos de amostragem e de análise para o controlo oficial das dioxinas e a determinação de PCB sob a forma de dioxina nos géneros alimentícios ⁽³⁾, prevê disposições específicas relativas aos procedimentos de amostragem e métodos de análise a aplicar no controlo oficial.
- (3) A aplicação dos novos teores máximos para a soma de dioxinas, furanos e de PCB sob a forma de dioxina exige alterações à Directiva 2002/69/CE. Por razões de clareza, é conveniente substituir a Directiva 2002/69/CE pelo presente regulamento.
- (4) As disposições definidas no presente regulamento referem-se exclusivamente à amostragem e à análise de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina em aplicação do Regulamento (CE) n.º 1881/2006 e não afectam a estratégia, os teores e a frequência da amostragem, tal como especificado nos anexos III e IV da Directiva 96/23/CE do

Conselho, de 29 de Abril de 1996, relativa às medidas de controlo a aplicar a certas substâncias e aos seus resíduos nos animais vivos e respectivos produtos e que revoga as Directivas 85/358/CEE e 86/469/CEE e as Decisões 89/187/CEE e 91/664/CEE ⁽⁴⁾. Estas disposições não afectam os critérios de determinação dos alvos de amostragem, tal como definido na Decisão 98/179/CE da Comissão, de 23 de Fevereiro de 1998, que estabelece regras para a colheita das amostras oficiais a utilizar na pesquisa de determinadas substâncias e seus resíduos nos animais vivos e respectivos produtos ⁽⁵⁾.

- (5) Poder-se-ia utilizar um método de análise de pré-selecção com validação provada e amplamente aceitável, bem como com rendimento elevado para seleccionar as amostras com teores significativos de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina. Os teores de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina nestas amostras têm de ser determinados por um método de análise de confirmação. Considera-se, assim, adequado estabelecer requisitos rigorosos para os métodos de análise de confirmação e requisitos mínimos para o método de pré-selecção.
- (6) A amostragem de peixes de grandes dimensões deve ser especificada, por forma a garantir uma abordagem harmonizada em toda a Comunidade.
- (7) Em peixes das mesmas espécies e provenientes da mesma região, o teor de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina pode ser diferente, consoante o tamanho e/ou a idade do peixe. Além disso, o teor de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina não é necessariamente o mesmo em todas as partes do peixe. Por conseguinte, em caso de amostragem de peixes, é necessário que a amostragem e a preparação das amostras sejam especificadas para se garantir uma abordagem harmonizada em toda a Comunidade.
- (8) É da maior importância que os resultados analíticos sejam comunicados e interpretados de maneira uniforme, a fim de assegurar uma abordagem harmonizada em matéria de execução em toda a Comunidade.
- (9) As medidas previstas no presente regulamento estão em conformidade com o parecer do Comité Permanente da Cadeia Alimentar e da Saúde Animal,

⁽¹⁾ JO L 165 de 30.4.2004, p. 1. Rectificação no JO L 191 de 28.5.2004, p. 1. Regulamento alterado pelo Regulamento (CE) n.º 776/2006 da Comissão (JO L 136 de 24.5.2006, p. 3).

⁽²⁾ Ver a página 5 do presente Jornal Oficial.

⁽³⁾ JO L 209 de 6.8.2002, p. 5. Directiva com a última redacção que lhe foi dada pela Directiva 2004/44/CE (JO L 113 de 20.4.2004, p. 17).

⁽⁴⁾ JO L 125 de 23.5.1996, p. 10. Directiva com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 882/2004 do Parlamento Europeu e do Conselho (JO L 165 de 30.4.2004, p. 1. Rectificação no JO L 191 de 28.5.2004, p. 1).

⁽⁵⁾ JO L 65 de 5.3.1998, p. 31. Decisão alterada pelo Acto de Adesão de 2003.

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

Artigo 1.º

A amostragem destinada ao controlo oficial dos teores de dioxinas, furanos e de PCB sob a forma de dioxina nos géneros alimentícios enumerados na secção 5 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006 é realizada em conformidade com os métodos descritos no anexo I do presente regulamento.

Artigo 2.º

A preparação das amostras e as análises destinadas ao controlo oficial dos teores de dioxinas, furanos e de PCB sob a forma de dioxina nos géneros alimentícios enumeradas na secção 5 do anexo do Regulamento (CE) n.º 1881/2006 é realizada em

conformidade com os métodos descritos no anexo II do presente regulamento.

Artigo 3.º

É revogada a Directiva 2002/69/CE. As referências feitas à directiva revogada devem ser entendidas como referências ao presente regulamento.

Artigo 4.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 Março de 2007.

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

Feito em Bruxelas, em 19 de Dezembro de 2006.

Pela Comissão

Markos KYPRIANOU

Membro da Comissão

ANEXO I

MÉTODOS DE AMOSTRAGEM DESTINADOS AO CONTROLO OFICIAL DOS TEORES DE DIOXINAS (PCDD/PCDF) E DE PCB SOB A FORMA DE DIOXINA EM DETERMINADOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS**1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO**

As amostras destinadas ao controlo oficial dos teores de dioxinas (PCDD/PCDF) e de PCB sob a forma de dioxina nos géneros alimentícios são colhidas em conformidade com os métodos descritos no presente anexo. As amostras globais assim obtidas são consideradas representativas dos lotes ou sublotos dos quais foram colhidas. A observância dos teores máximos definidos no Regulamento (CE) n.º 1881/2006 da Comissão, que fixa os teores máximos de certos contaminantes presentes nos géneros alimentícios, é estabelecida em função dos teores determinados nas amostras de laboratório.

2. DEFINIÇÕES

Lote: quantidade de alimentos 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. No caso de peixe e/ou de produtos da pesca, deve também ser comparável o seu tamanho. Se, dentro de uma remessa, o tamanho e/ou o peso do peixe não forem comparáveis, a remessa pode ainda ser considerada um lote, mas tem de ser aplicado um procedimento de amostragem específico.

— 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 colhido num só ponto do lote ou do sublote.

— Amostra global: a totalidade das amostras elementares colhidas no lote ou do sublote.

— Amostra de laboratório: uma parte/quantidade representativa da amostra global destinada ao laboratório.

3. DISPOSIÇÕES GERAIS**3.1. Pessoal**

A amostragem deve ser efectuada por uma pessoa autorizada nomeada pelo Estado-Membro.

3.2. Material para amostragem

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

3.3. Precauções a adoptar

Durante a amostragem e a preparação das amostras, devem ser tomadas precauções para evitar qualquer alteração que possa afectar o teor de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina, afectar negativamente a determinação analítica ou tornar as amostras globais não representativas.

3.4. 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 3.8. do presente anexo.

3.5. Preparação da amostra global

A amostra global é obtida através da junção das amostras elementares. Deve pesar, no mínimo, 1kg, a menos que tal não seja prático, por exemplo, quando a amostra tiver sido colhida de uma única embalagem.

3.6. Amostras idênticas

As amostras idênticas, destinadas à eventual tomada de medidas de execução, a acções judiciais e para efeitos de arbitragem, devem ser obtidas a partir da amostra global homogeneizada, desde que esse procedimento não infrinja as regras dos Estados-Membros no que respeita aos direitos dos operadores de empresas do sector alimentar. A dimensão das amostras de laboratório para efeitos de medidas de execução deve ser de ordem a permitir, no mínimo, análises em duplicado.

3.7. Acondicionamento e envio das amostras

Colocar cada amostra num recipiente limpo, de material inerte, protegendo-a adequadamente de qualquer possível contaminação, de perda de analitos por adsorção na parede interna do recipiente ou de qualquer dano durante o transporte. Devem ser tomadas todas as precauções necessárias para evitar qualquer modificação da composição da amostra que possa ocorrer durante o transporte ou a armazenagem.

3.8. Selagem e rotulagem das amostras

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

Para cada amostragem, deve ser elaborado um registo que permita identificar sem ambiguidade o lote amostrado, indicando 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 é representativa do (sub)lote a controlar.

4.1 Divisão dos lotes em sublotes

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

Quadro 1

Subdivisão de lotes em sublotes para produtos comercializados em remessas a granel

Peso do lote (em toneladas)	Peso ou número dos sublotes
$\geq 1\ 500$	500 toneladas
> 300 e $< 1\ 500$	3 sublotes
≥ 50 e ≤ 300	100 toneladas
< 50	—

Quadro 2

Subdivisão de lotes em sublotes para outros produtos

Peso do lote (em toneladas)	Peso ou número dos sublotes
≥ 15	15-30 toneladas
< 15	—

4.2 Número de amostras elementares

A amostra global, proveniente da junção de todas as amostras elementares, deve ser, no mínimo, de 1 kg (ver ponto 3.5 do presente anexo).

O número mínimo de amostras elementares a colher do lote ou do sublote é o indicado nos quadros 3 e 4.

No caso de produtos líquidos comercializados a granel, o lote ou sublote deve, na medida do possível, ser cuidadosamente misturado e de forma a não afectar a qualidade do produto, quer manual quer mecanicamente, imediatamente antes da colheita da amostra. Neste caso, pode pressupor-se uma distribuição homogénea dos contaminantes dentro de um determinado lote ou sublote. É, por conseguinte, suficiente colher três amostras elementares de um lote ou sublote para constituir uma amostra global.

As amostras elementares devem ter um peso semelhante. Uma amostra elementar deve pesar, no mínimo, 100 gramas.

Todas as alterações a esse procedimento devem ser assinaladas no registo previsto no ponto 3.8 do presente anexo. Em conformidade com as disposições da Decisão 97/747/CE da Comissão, de 27 de Outubro de 1997, que fixa o nível e a frequência de amostragem previstos pela Directiva 96/23/CE do Conselho para a pesquisa de determinadas substâncias e seus resíduos em certos produtos de origem animal⁽¹⁾, a dimensão da amostra global para ovos de galinhas poedeiras é de, pelo menos, 12 ovos (para lotes por grosso e para lotes constituídos por embalagens individuais; ver quadros 3 e 4).

⁽¹⁾ JO L 303 de 6.11.1997, p. 12.

Quadro 3

Número mínimo de amostras elementares a colher do lote ou sublote

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

Caso o lote seja constituído por embalagens individuais ou unidades, o número de embalagens ou unidades a colher para formar a amostra global é o que consta do quadro 4.

Quadro 4

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

Número de embalagens ou unidades no lote ou sublote	Número de embalagens ou unidades a colher
1 a 25	no mínimo, 1 pacote ou unidade
26 a 100	cerca de 5 %, no mínimo de 2 embalagens ou unidades
> 100	cerca de 5 %, no máximo de 10 embalagens ou unidades

4.3 Disposições específicas para a amostragem de lotes contendo peixes inteiros de tamanho e peso comparáveis

Os peixes são considerados como tendo um tamanho e peso comparáveis se a diferença em tamanho e peso não exceder cerca de 50 %.

O número de amostras elementares a colher do lote está definido no quadro 3. A amostra global, proveniente da junção de todas as amostras elementares, deve ser, no mínimo, de 1 kg (ver ponto 3.5).

— Caso o lote a amostrar contenha peixes pequenos (cada um com peso inferior a cerca de 1 kg), 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 kg, as amostras elementares podem consistir da parte do meio dos peixes que formam a amostra global, pesando cada parte pelo menos 100 gramas. A parte inteira à qual o teor máximo é aplicável é usada para a homogeneização da amostra.

A parte do meio do peixe é aquela em que se situe o centro de gravidade, que está localizado, na maioria dos casos, na 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 um com peso superior a cerca de 1 kg), a amostra elementar consistirá na parte do meio do peixe. Cada amostra elementar deve pesar, no mínimo, 100 gramas.

Para peixes de tamanho intermédio (com cerca de 1-6 kg), 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 (por exemplo, com peso superior a cerca de 6 kg), a amostra elementar é colhida do lado direito (perspectiva frontal) da parte do meio comestível lateral-dorsal do peixe. Caso a extracção de uma porção da parte do meio do peixe possa resultar num prejuízo económico significativo, pode considerar-se suficiente a extracção de três amostras elementares de, pelo menos, 350 gramas cada, independentemente da dimensão do lote, ou, em alternativa, podem ser colhidas porções iguais da parte comestível perto da cauda e da parte comestível perto da cabeça de um único peixe para formar a amostra elementar representativa do teor de dioxinas no peixe inteiro.

4.4 Amostragem de lotes de peixes contendo peixes inteiros de tamanho e/ou peso diferentes.

- São aplicáveis as disposições do ponto 4.3. no que respeita à constituição da amostra.
- No caso de uma classe/categoria de tamanho ou peso serem predominantes (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, então é necessário garantir que os peixes seleccionados para a amostra são representativos da remessa. No documento relativo a orientações para a amostragem de lotes de peixes contendo peixes inteiros de tamanho e/ou peso diferentes ⁽¹⁾ («*Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight*») são apresentadas directrizes específicas para estes casos.

4.5 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 da parte 4.2 do presente anexo.

Sempre que tal não seja possível, pode ser utilizado um método de amostragem alternativo na fase de retalho, desde que assegure a representatividade suficiente relativamente ao lote ou sublote submetido a amostragem.

5. CONFORMIDADE DO LOTE OU DO SUBLOTE COM A ESPECIFICAÇÃO

O lote é aceite se o resultado analítico de uma única análise não for superior ao respectivo teor máximo de dioxinas e a soma de dioxinas e PCB sob a forma de dioxina, tal como estabelecido no Regulamento (CE) n.º 1881/2006, tomando em consideração a incerteza de medição.

O lote não é conforme com o teor máximo estabelecido no Regulamento (CE) n.º 1881/2006 se o resultado analítico do limite máximo ⁽²⁾, confirmado pela análise em duplicado ⁽³⁾, for superior ao teor máximo, com um grau de certeza elevado, tendo em conta a incerteza de medição.

A incerteza de medição pode ser tomada em consideração por meio de uma das seguintes abordagens:

- calculando a incerteza expandida, utilizando um factor de expansão de 2, que permite obter um nível de confiança de cerca de 95 %. Um lote ou sublote não é conforme se o valor medido menos U for superior ao teor permitido definido. No caso de uma determinação separada das dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina, a soma da incerteza expandida estimada dos resultados analíticos separados das dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina tem de ser utilizada para a soma de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina,
- estabelecendo o limite de decisão (CCa), em conformidade com o disposto na Decisão 2002/657/CE da Comissão, de 12 de Agosto de 2002, que dá execução ao disposto na Directiva 96/23/CE do Conselho relativamente ao desempenho dos métodos analíticos e à interpretação dos resultados ⁽⁴⁾ (ponto 3.1.2.5 do anexo — em caso de substâncias com um limite permitido definido). Um lote ou sublote não é conforme se o valor medido for igual ou superior ao CCa.

As presentes regras de interpretação são aplicáveis ao resultado analítico obtido na amostra para o controlo oficial. Nos casos em que se efectuem análises para efeitos de acções judiciais ou procedimentos de arbitragem, são aplicáveis as normas nacionais.

⁽¹⁾ http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

⁽²⁾ O conceito de «limites máximos» exige a utilização do limite de quantificação para o contributo de cada congénere não quantificado para os equivalentes tóxicos (TEQ).

O conceito de «limites mínimos» exige a utilização de zero para o contributo de cada congénere não quantificado para o TEQ. O conceito de «limites médios» exige a utilização de metade do limite de quantificação, calculando o contributo de cada congénere não quantificado para o TEQ.

⁽³⁾ A análise em duplicado é necessária para se excluir a possibilidade de contaminação cruzada interna ou de uma troca acidental de amostras. A primeira análise, que tem em conta a incerteza de medição, é utilizada para verificar a conformidade.

No caso de a análise ser realizada no contexto de um incidente de contaminação por dioxinas, a confirmação através de uma análise em duplicado poderá ser omitida, se as amostras seleccionadas para análise estiverem associadas, através da rastreabilidade, a esse incidente de contaminação por dioxinas.

⁽⁴⁾ JO L 221 de 17.8.2002, p. 8. Decisão alterada pela Decisão 2004/25/CE (JO L 6 de 10.1.2004, p. 38).

ANEXO II

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E REQUISITOS RESPEITANTES AOS MÉTODOS DE ANÁLISE UTILIZADOS NO CONTROLO OFICIAL DOS TEORES DE DIOXINAS (PCDD/PCDF) E DE PCB SOB A FORMA DE DIOXINA EM DETERMINADOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS**1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO**

Os requisitos expostos no presente anexo devem ser aplicados quando se analisam géneros alimentícios, tendo em vista o controlo oficial dos níveis de dioxinas [dibenzo-p-dioxinas policloradas (PCDD) e dibenzofuranos policlorados (PCDF)] e de PCB sob a forma de dioxina.

A monitorização da presença de dioxinas nos géneros alimentícios pode ser realizada mediante uma estratégia que englobe um método de pré-selecção, a fim de escolher as amostras com teores de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina que sejam menos de 25 % inferiores ao nível máximo ou o ultrapassem. É necessário que a concentração de dioxinas e a soma de dioxinas, assim como de PCB sob a forma de dioxina nas amostras com teores significativos seja determinada/confirmada por um método de confirmação.

Os métodos de pré-selecção são métodos utilizados para a detecção da presença de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina no teor requerido. Esses métodos têm a capacidade de processar um elevado número de amostras e são utilizados para seleccionar de um grande número de amostras os resultados potencialmente positivos. São concedidos especificamente para evitar a obtenção de falsos negativos.

Os métodos de confirmação são métodos que fornecem informação completa ou complementar que permite a identificação e a quantificação inequívocas ao teor requerido de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina.

2. ANTECEDENTES

As concentrações de cada substância numa determinada amostra são multiplicadas pelos respectivos Factores de equivalência de toxicidade (FET), definidos pela Organização Mundial de Saúde e enumerados no apêndice do presente anexo, sendo subsequentemente somadas para darem a concentração total de compostos sob a forma de dioxina expressos em equivalentes tóxicos (TEQ).

Para efeitos do presente regulamento, o limite específico aceite de quantificação de um congénere individual é a concentração de um analito no extracto de uma amostra que produza uma resposta instrumental a dois iões diferentes, a qual será controlada com um rácio sinal/ruído (SR) de 3:1 para o sinal menos sensível e o cumprimento de requisitos básicos, tais como, por exemplo, o tempo de retenção e o rácio isotópico, de acordo com o procedimento de determinação descrito no método EPA 1613, revisão B.

3. REQUISITOS DE GARANTIA DA QUALIDADE A CUMPRIR NA PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

- Devem ser tomadas medidas para evitar a contaminação cruzada em cada etapa do procedimento de amostragem e de análise.
- As amostras devem ser conservadas e transportadas em contentores de vidro, alumínio, polipropileno ou polietileno. Devem ser removidos do recipiente da amostra os vestígios de poeiras de papel. O material de vidro deve ser enxaguado com solventes certificados como isentos de dioxinas ou previamente submetidos a um controlo destinado a detectar a presença de dioxinas.
- O armazenamento e o transporte das amostras têm de ser realizados de modo a manter a integridade da amostra de alimentos.
- Desde que relevante, triturar finamente e misturar completamente cada amostra de laboratório, mediante um processo relativamente ao qual se tenha demonstrado que possibilita uma homogeneização completa (por exemplo, trituração que permita passar por um crivo de 1 mm); as amostras devem ser exsiccadas antes da trituração, caso o teor em humidade seja demasiado elevado.
- Efectuar uma análise em branco através da realização de todo o procedimento analítico, omitindo apenas a amostra.
- O peso da amostra utilizado para extracção deve ser suficiente para respeitar os requisitos no tocante à sensibilidade.
- Os procedimentos de preparação de amostras específicos utilizados para os produtos em causa são validados de acordo com orientações aceites internacionalmente.

- No caso de peixes, a pele tem de ser removida, dado que o teor máximo é aplicável à parte comestível sem pele. Contudo, é necessário que todos os restos da parte comestível e do tecido adiposo do lado interno da pele sejam cuidadosamente raspados e completamente separados da pele e que estes restos da parte comestível e do tecido adiposo sejam adicionados à amostra a analisar.

4. REQUISITOS APLICÁVEIS AOS LABORATÓRIOS

- Os laboratórios devem demonstrar o desempenho de um método na gama do teor requerido (por exemplo, 0,5 vezes, 1 vez e 2 vezes o teor requerido), com um coeficiente de variação aceitável para análises repetidas. No que se refere aos critérios de aceitação, ver o ponto 5.
- O limite de quantificação de um método de confirmação deve situar-se na gama de cerca de um quinto do teor requerido.
- Os controlos regulares com ensaios em branco, com amostras enriquecidas ou análises de amostras de controlo (de preferência, se disponível, material de referência certificado) devem ser realizados como medidas internas de controlo da qualidade.
- A competência de um laboratório é comprovada pelo êxito da sua participação contínua em estudos interlaboratoriais para a determinação de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina nas matrizes relevantes de alimentos para animais/alimentos para o ser humano.
- Em conformidade com o disposto no Regulamento (CE) n.º 882/2004, os laboratórios devem ser acreditados por um organismo reconhecido que opere em conformidade com o Guia ISO 58, a fim de assegurar que aplicam a garantia de qualidade analítica. Os laboratórios devem ser acreditados através da norma EN ISO/IEC/17025.

5. REQUISITOS A CUMPRIR PELO PROCEDIMENTO ANALÍTICO PARA DETERMINAÇÃO DE DIOXINAS E DE PCB SOB A FORMA DE DIOXINA

Requisitos básicos de aceitação dos procedimentos analíticos:

- *Sensibilidade elevada e limites de detecção baixos.* Para os PCDD e PCDF, as quantidades detectáveis devem situar-se na gama dos picogramas TEQ (10^{-12} g) devido à extrema toxicidade de alguns destes compostos. Sabe-se que os PCB ocorrem a níveis mais elevados do que os PCDD e PCDF. Para bastantes congéneres de PCB, a sensibilidade na gama dos nanogramas (10^{-9} g) já é suficiente. No entanto, para a medição dos congéneres de PCB sob a forma de dioxina mais tóxicos (designadamente, congéneres não-orto substituídos), deve ser conseguida a mesma sensibilidade que para os PCDD e PCDF.
- *Selectividade elevada (especificidade).* É necessário estabelecer uma distinção entre PCDD, PCDF e PCB sob a forma de dioxina e inúmeros compostos co-extraídos e eventualmente interferentes, que estão presentes em concentrações que podem atingir várias ordens de grandeza superiores às dos analitos em causa. Relativamente aos métodos de cromatografia gasosa/espectrometria de massa (CG-EM), é necessária uma diferenciação entre vários congéneres, tal como entre congéneres tóxicos (por exemplo os 17 PCDD e PCDF substituídos nas posições 2,3,7 e 8 e os PCB sob a forma de dioxina) e outros congéneres. Os bioensaios devem ser capazes de determinar valores TEQ de forma selectiva, como a soma de PCDD, PCDF e PCB sob a forma de dioxina.
- *Exactidão elevada (rigor e precisão).* A determinação deve fornecer uma estimativa válida da verdadeira concentração numa amostra. É necessária uma exactidão elevada (exactidão da medição: a proximidade de concordância entre o resultado de uma medição e o valor verídico da grandeza medida) por forma a evitar a rejeição do resultado da análise de uma amostra com base na reduzida fiabilidade da estimativa de TEQ. A exactidão é expressa como rigor (diferença entre o valor médio medido para um analito num material certificado e o respectivo valor certificado, expresso em percentagem deste valor) e precisão (RSD_R é o desvio-padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade).

Os métodos de pré-selecção podem incluir os bioensaios e os métodos CG/EM; os métodos de confirmação são métodos de cromatografia gasosa de elevada resolução/de espectrometria de massa de elevada resolução (CGER/EMER). Têm de ser cumpridos os seguintes critérios no valor TEQ total:

	Métodos de pré-selecção	Métodos de confirmação
Taxa de falsos negativos	< 1 %	
Rigor		– 20 % to + 20 %
Precisão (RSD_R)	< 30 %	< 15 %

6. REQUISITOS ESPECÍFICOS DOS MÉTODOS CG/EM A CUMPRIR PARA FINS DE PRÉ-SELECÇÃO OU DE CONFIRMAÇÃO

— Logo no início do método analítico, por exemplo antes da extracção, deve proceder-se à adição de padrões internos de PCDD/F marcados com ^{13}C e substituídos com cloro nas posições 2,3,7 e 8 e de padrões internos de PCB sob a forma de dioxina marcados com ^{13}C , por forma a validar o procedimento analítico. Deve ser adicionado, pelo menos, um congénere para cada grupo homólogo de PCDD/F tetra a octo-clorados e, pelo menos, um congénere para cada grupo homólogo de PCB sob a forma de dioxina (alternativamente, deve ser utilizado para o controlo de PCDD/F e de PCB sob a forma de dioxina, pelo menos, um congénere para cada função de registo de iões seleccionados pela espectrometria de massa). Verifica-se uma nítida preferência, no caso dos métodos de confirmação, pela utilização dos padrões internos dos 17 PCDD/F substituídos nas posições 2,3,7 e 8 e marcados com ^{13}C e dos padrões internos dos 12 PCB sob a forma de dioxina marcados com ^{13}C .

Também devem ser determinados factores de resposta relativos para os congéneres aos quais não se adiciona um composto análogo marcado com ^{13}C , através da utilização de soluções de calibração adequadas.

— Em relação aos géneros alimentícios de origem vegetal e aos géneros alimentícios de origem animal que contenham menos de 10 % de gorduras, a adição de padrões internos é obrigatória antes da extracção. Em relação aos géneros alimentícios de origem animal que contenham mais de 10 % de gorduras, os padrões internos podem ser adicionados antes ou após a extracção de gorduras. Deve ser efectuada uma validação adequada da eficácia da extracção, dependendo da fase em que são introduzidos os padrões internos e de os resultados serem notificados com base no produto ou na gordura.

— Antes da análise por CG/EM, devem ser adicionados 1 ou 2 padrões de recuperação (substituto).

— É necessário um controlo de recuperação. Para os métodos de confirmação, as recuperações de cada padrão interno devem situar-se na gama de 60 a 120 %. São aceitáveis recuperações inferiores ou superiores para congéneres individuais, nomeadamente para algumas dibenzodioxinas e dibenzofuranos hepta- e octo-clorados, desde que a sua contribuição para o valor TEQ não exceda 10 % do valor total de TEQ (com base na soma de PCDD/F e PCB sob a forma de dioxina). Para os métodos de pré-selecção, as recuperações devem situar-se na gama de 30 a 140 %.

— Deve proceder-se à separação entre dioxinas e compostos clorados interferentes, tais como PCB não sob a forma de dioxina e éteres difenílicos clorados através de técnicas de cromatografia adequadas (de preferência, com uma coluna de florisil, alumina e/ou carbono).

— Deve ser suficiente a separação de isómeros por cromatografia gasosa (< 25 % de pico a pico entre 1,2,3,4,7,8-HxCDF e 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

— A determinação deve ser realizada de acordo com o método EPA 1613 revisão B: Dioxinas e furanos tetra- a octo-clorados por diluição de isótopos com CGER/EMER ou outro método com critérios de desempenho equivalentes.

— A diferença entre o nível superior e o nível inferior não deve exceder 20 % no caso de géneros alimentícios com uma contaminação por dioxinas de cerca de 1 pg TEQ-OMS/g de gordura (com base na soma de PCDD/PCDF e PCB sob a forma de dioxina). No tocante a géneros alimentícios com baixo teor em gordura, têm de ser aplicados os mesmos requisitos respeitantes a níveis de contaminação de cerca de 1 pg TEQ-OMS/g de produto. Para níveis inferiores de contaminação, por exemplo, 0,50 pg TEQ-OMS/g de produto, a diferença entre o limite superior e o limite inferior pode situar-se na gama de 25-40 %.

7. MÉTODOS DE ANÁLISE DE PRÉ-SELECÇÃO

7.1. Introdução

No método de pré-selecção pode utilizar-se diferentes abordagens analíticas: uma abordagem puramente de pré-selecção e uma abordagem quantitativa.

Abordagem de pré-selecção

A resposta das amostras é comparada com a de uma amostra de referência no teor requerido. As amostras com uma resposta inferior à da referência são declaradas negativas, as amostras com uma resposta superior são positivas suspeitas. Requisitos:

— Em cada série de testes tem de se incluir uma amostra em branco e uma de referência, que são extraídas e testadas ao mesmo tempo e em condições idênticas. A amostra de referência deve apresentar uma resposta claramente elevada em comparação com a amostra em branco.

— Devem incluir-se outras amostras de referência com 0,5 vezes e 2 vezes o teor requerido, para demonstrar o desempenho correcto do teste na gama requerida para o controlo do teor requerido.

- Quando se testam outras matrizes, tem de se demonstrar a adequação das amostras de referência, preferencialmente incluindo amostras cuja CGER/EMER revelou conterem um teor TEQ próximo do da amostra de referência ou então uma amostra em branco enriquecida para este teor.
- Uma vez que não se pode utilizar padrões internos nos bioensaios, devem ser realizados os testes de repetibilidade para se obter informações sobre o desvio-padrão numa série de testes. O coeficiente de variação deve ser inferior a 30 %.
- Para os bioensaios, devem ser definidos os compostos-alvo, as possíveis interferências e os níveis em branco máximos toleráveis.

Abordagem quantitativa

A abordagem quantitativa exige várias séries de diluições do padrão, purificação e medições em duplicado ou triplicado, bem como controlos em branco e de recuperação. O resultado poderá ser expresso em TEQ, partindo-se assim do princípio de que os compostos responsáveis pelo sinal correspondem ao princípio de TEQ. Para o obter, pode usar-se TCDD (ou uma mistura-padrão de dioxina/furano/ PCB sob a forma de dioxina) para produzir uma curva de calibração a fim de calcular o teor de TEQ no extracto e, conseqüentemente, na amostra. Posteriormente, este resultado é corrigido com o teor de TEQ calculado para uma amostra em branco (para ter em conta impurezas provenientes de solventes e produtos químicos utilizados) e para uma recuperação (calculada a partir do teor de TEQ numa amostra de controlo de qualidade próximo do teor requerido). É essencial referir que parte da perda de recuperação aparente pode dever-se a efeitos de matriz e/ou a diferenças entre os valores de TEF nos bioensaios e os valores oficiais de TEF fixados pela OMS.

7.2. Requisitos destinados a métodos de análise utilizados para a pré-selecção

- Na pré-selecção, podem usar-se os métodos de análise e de bioensaio CG/EM. Para os métodos CG/EM, devem ser utilizados os requisitos descritos no ponto 6. Para os bioensaios com células, estão fixados os requisitos específicos no ponto 7.3 e, para os bioensaios com kits, no ponto 7.4 do presente anexo.
- É necessária informação sobre o número de falsos positivos e falsos negativos de um conjunto grande de amostras abaixo e acima do teor máximo ou do nível de acção, em comparação com o teor de TEQ conforme determinado por um método de análise de confirmação. As taxas efectivas de falsos negativos devem ser inferiores a 1 %. A taxa de amostras com falsos positivos deve ser suficientemente baixa para se poder recorrer vantajosamente ao instrumento de pré-selecção.
- Os resultados positivos têm sempre de ser confirmados por um método de análise de confirmação (CGER/EMER). Além disso, devem confirmar-se por CGER/EMER as amostras de uma ampla gama de TEQ (aproximadamente, 2-10 % das amostras negativas). Deve ser disponibilizada informação sobre a correspondência entre os resultados do bioensaio e os de CGER/EMER.

7.3. Requisitos específicos destinados a bioensaios com células

- Quando se procede a um bioensaio, cada teste exige uma série de concentrações de referência de TCDD ou uma mistura de dioxina/furano/PCB sob a forma de dioxina (curva de dose-resposta completa com um $R^2 > 0,95$). No entanto, para efeitos de pré-selecção, pode usar-se uma curva expandida de baixo nível para analisar as amostras de baixo nível.
- Para o resultado do bioensaio durante um período de tempo constante, deve usar-se uma concentração de referência de TCDD (cerca de três vezes o limite de quantificação) numa ficha de controlo de qualidade. Em alternativa, pode utilizar-se a resposta relativa de uma amostra de referência por comparação com a recta de calibração de TCDD, uma vez que a resposta das células pode depender de muitos factores.
- Devem registar-se e verificar-se os gráficos de controlo de qualidade (CQ) para cada tipo de material de referência, a fim de garantir que o resultado está conforme com as directrizes definidas.
- Em especial para os cálculos quantitativos, a indução da diluição da amostra utilizada deve encontrar-se dentro da porção linear da curva de resposta. As amostras que se encontrem acima da porção linear da curva de resposta devem ser diluídas e testadas de novo. Assim, recomenda-se a realização simultânea de testes com, pelo menos, três ou mais diluições.
- O desvio-padrão percentual não deve ser superior a 15 % numa determinação em triplicado para cada diluição da amostra e não superior a 30 % entre três experiências independentes.
- O limite de detecção pode ser fixado multiplicando por três o desvio-padrão da solução em branco de solvente ou da resposta de base. Outra abordagem consiste em aplicar uma resposta que seja superior à base (factor de indução cinco vezes superior ao da solução em branco de solvente) calculada a partir da curva de calibração do dia. O limite de quantificação pode ser fixado multiplicando por cinco ou seis vezes o desvio-padrão da solução em branco de solvente ou da resposta de base ou aplicar uma resposta que seja superior à base (factor de indução 10 vezes superior ao da solução em branco de solvente) calculada a partir da curva de calibração do dia.

7.4. Requisitos específicos destinados a bioensaio com kits

- Deve garantir-se que os bioensaios com kits são suficientemente sensíveis e fidedignos para serem aplicados aos alimentos.
- Devem ser respeitadas as instruções do fabricante no que se refere à preparação da amostra e às análises.
- Os kits de ensaio não devem ser utilizados depois do prazo de validade.
- Não devem ser utilizados materiais ou componentes concebidos para serem usados com outros kits.
- Os kits de ensaio devem ser mantidos a uma temperatura de armazenamento dentro dos limites especificados e utilizados à temperatura de funcionamento especificada.
- O limite de detecção para os imunoenaios é determinado multiplicando por três o desvio-padrão, calculado com base em 10 repetições da análise em branco, dividindo o resultado pelo valor do declive da equação de regressão linear.
- Devem ser utilizados padrões de referência para testes de laboratório a fim de se garantir que a capacidade de resposta ao padrão se encontra numa gama aceitável.

8. NOTIFICAÇÃO DO RESULTADO

Na medida em que o procedimento analítico utilizado o permita, os resultados analíticos devem conter os níveis de PCDD/F individual e de congéneres PCB e serem indicados como limites mínimos, limites máximos e limites médios, a fim de incluir o máximo de informações possível na notificação dos resultados e, deste modo, permitir a interpretação dos resultados de acordo com requisitos específicos.

O relatório deve também incluir o teor de lípidos da amostra, bem como o método utilizado para a respectiva extração.

As recuperações de cada padrão interno devem ser disponibilizadas no caso de as recuperações estarem fora da gama mencionada no ponto 6, no caso de o limite máximo ser excedido e noutros casos mediante pedido.

Como a incerteza de medição deve ser tida em conta ao decidir sobre a conformidade de uma amostra, este parâmetro deve igualmente ser disponibilizado. O resultado analítico tem de ser registado enquanto $x \pm U$, sendo que x é o resultado analítico e U é a incerteza de medição expandida, utilizando um factor de cobertura de 2, que permite obter um nível de confiança de cerca de 95 %. No caso de uma determinação em separado de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina, a soma da incerteza expandida estimada dos resultados analíticos separados de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina tem de ser utilizada para a soma de dioxinas e de PCB sob a forma de dioxina.

Se a incerteza de medição for tida em conta mediante a aplicação de CCa (tal como descrito no anexo I, ponto 5), este parâmetro é mencionado.

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

Apêndice ao anexo II

Quadro: «WHO TEFs for human risk assesement based on the conclusions of the World Health Organisation meeting in Stockolm» (Factores de equivalência de toxicidade da OMS para avaliação do risco para o ser humano nas conclusões da reunião da Organização Mundial de Saúde realizada em Estocolmo), Suécia, 15 a 18 de Junho de 1997 (Van den Berg et al.,(1998). «Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs,PCDFs for Human and Wildlife» [Factores de equivalência de toxicidade (FET) para PCB, PCDD e PCDF para seres humanos e fauna selvagem]. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775

Congénere	Valor de FET	Congénere	Valor de FET
Dibenzo-p-dioxinas (PCDD)		PCB «sob a forma de dioxina»: PCB não-orto + PCB mono-orto	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB não-orto	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001		
Dibenzofuranos (PCDF)		PCB mono-orto	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Abreviaturas utilizadas: «T» = tetra; «Pe» = penta; «Hx» = hexa; «Hp» = hepta; «O» = octo; «CDD» = dibenzo-p-dioxinas cloradas; «CDF» = clorodibenzofurano; «CB» = clorobifenilo.