

**DIRECTIVA 2005/10/CE DA COMISSÃO****de 4 de Fevereiro de 2005****que estabelece os métodos de amostragem e de análise para o controlo oficial do teor de benzo(a)pireno nos 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 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<sup>(1)</sup>, nomeadamente o 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<sup>(2)</sup>, estabelece quais os teores máximos de benzo(a)pireno 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<sup>(3)</sup>, introduz 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. Estas normas de interpretação destinam-se a ser aplicadas aos resultados analíticos obtidos com a amostra para efeitos de controlo oficial. Nos casos em que se efectuam análises para efeitos de direito de recurso ou de arbitragem, aplicam-se as normas nacionais.
- (4) 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 que as colheitas de amostras para o controlo oficial do teor máximo de benzo(a)pireno nos géneros alimentícios sejam efectuadas em conformidade com os métodos descritos no anexo I da presente directiva.

*Artigo 2.º*

Os Estados-Membros tomarão todas as medidas necessárias para que a preparação da amostra e o método de análise utilizado para o controlo oficial dos teores de benzo(a)pireno 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 à presente directiva no prazo de doze meses após a sua publicação. Os Estados-Membros comunicarão imediatamente à Comissão o texto das referidas disposições bem como um quadro de correspondência entre essas disposições e a presente directiva.

Sempre que os Estados-Membros adoptarem tais disposições, estas devem incluir uma referência à presente directiva ou ser acompanhadas dessa referência aquando da sua publicação oficial. Os Estados-Membros deverão adoptar as modalidades dessa referência.

*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 4 de Fevereiro de 2005.

*Pela Comissão*

Markos KYPRIANOU

*Membro da Comissão*

<sup>(1)</sup> JO L 372 de 31.12.1985, p. 50. Directiva alterada pelo Regulamento (CE) n.º 1882/2003 do Parlamento Europeu e do Conselho (JO L 284 de 31.10.2003, p. 1).

<sup>(2)</sup> JO L 77 de 16.3.2001, p. 1. Regulamento com a última redacção que lhe foi dada pelo Regulamento (CE) n.º 208/2005 (Ver página 3 do presente Jornal Oficial).

<sup>(3)</sup> JO L 290 de 24.11.1993, p. 14. Directiva alterada pelo Regulamento (CE) n.º 1882/2003.

## ANEXO I

**MÉTODOS DE COLHEITA DE AMOSTRAS PARA CONTROLO OFICIAL DO TEOR DE BENZO(A)PIRENO NOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS****1. Finalidade e Âmbito**

As amostras destinadas aos controlos oficiais do teor de benzo(a)pireno nos géneros alimentícios são colhidas em conformidade com os métodos a seguir indicados. As amostras globais assim obtidas são consideradas representativas dos lotes. A observância dos teores máximos estabelecidos no Regulamento (CE) n.º 466/2001 será fixada com base nos teores determinados nas amostras para 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 colhido num só ponto do lote ou do 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 deve ser efectuada por uma pessoa mandatada para esse efeito, segundo as prescrições em vigor 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 benzo(a)pireno 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 sublote. Todas as derrogações a essa regra devem ser assinaladas no registo.

**3.5. Preparação da amostra global**

A amostra global é obtida através da mistura das amostras elementares. A homogeneização desta amostra global far-se-á no laboratório, a não ser que tal pressuponha incompatibilidade com a aplicação do ponto 3.6.

**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**

Colocar cada amostra 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 oficial será selada no local de colheita e identificada segundo as prescrições em vigor no Estado-Membro.

Para cada colheita de amostra, elaborar um registo que permita identificar sem ambiguidade o lote amostrado e indicar 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

No caso dos óleos, para os quais pode pressupor-se a existência de uma distribuição homogénea de benzo(a)pireno num determinado lote, é suficiente colher três amostras elementares por lote, a fim de constituir uma amostra global. Deve ser feita uma referência ao número do lote. No atinente aos azeites e aos óleos de bagaço de azeitona, do Regulamento (CE) n.º 1989/2003 da Comissão<sup>(1)</sup>, constam mais informações relativas à amostragem.

Para outros produtos, o número mínimo de amostras elementares a colher do lote é o indicado no quadro 1. As amostras elementares devem ter um peso semelhante e não inferior a 100 g cada, dando origem a uma amostra global de, pelo menos, 300 g (cf. ponto 3.5).

QUADRO 1

##### Número mínimo de amostras elementares a colher do lote

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

Caso o lote seja constituído por embalagens individuais, o número de embalagens a colher para formar a amostra global é o que consta do quadro 2.

QUADRO 2

##### Número de embalagens (amostras elementares) a colher para formar a amostra global caso o lote consista em embalagens individuais

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

##### 4.2. Amostragem na fase de retalho

A colheita de amostras dos géneros alimentícios na fase da venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições aplicáveis à colheita de amostras acima descritas. Quando isto não for possível, poderão usar-se outros métodos eficazes utilizados nessa fase, sempre que assegurem uma representatividade suficiente para o lote amostrado.

#### 5. Conformidade do lote ou do sublote com as especificações

O laboratório de controlo deve analisar a amostra de laboratório, para efeitos de medidas executórias, através de dupla análise, nos casos em que o resultado obtido na primeira análise for inferior a 20 % abaixo ou acima do teor máximo, calculando-se, nestes casos, a média dos resultados.

O lote é aceite se o resultado da primeira análise ou, caso seja necessária segunda análise, 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 o resultado da primeira análise ou, caso seja necessária dupla análise, 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.

<sup>(1)</sup> JO L 295 de 13.11.2003, p. 57.

## ANEXO II

**PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E CRITÉRIOS GERAIS A QUE DEVEM OBEDECER OS MÉTODOS DE ANÁLISE PARA O CONTROLO OFICIAL DO TEOR DE BENZO(A)PIRENO NOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS****1. Precauções e considerações gerais aplicáveis ao benzo(a)pireno nas amostras de géneros alimentícios**

A exigência de base é a obtenção de uma amostra para 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. Os recipientes devem ser lavados com acetona ou hexano de elevado grau de pureza (p.A., grau HPLC ou equivalente) antes da sua utilização, por forma a limitar ao mínimo os riscos de contaminação. Sempre que possível, o equipamento que entra em contacto com as amostras deve ser fabricado de material inerte, por exemplo, alumínio, vidro, ou aço inoxidável polido. Os plásticos do tipo polipropileno ou PTFE, etc., devem evitar-se, uma vez que a substância em análise pode ser absorvida por estes materiais.

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.

**2. Tratamento da amostra recebida pelo 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 direito de recurso**

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 frequentemente utilizadas aplicáveis aos laboratórios:

$r$  = 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  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ .

$R$  = 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  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ , fórmula na qual  $\bar{x}$  representa a média dos resultados de todos os laboratórios e amostras.

$HORRAT_r$  = O valor observado de  $RSD_r$  dividido pelo valor de  $RSD_r$  estimado a partir da equação de Horwitz (1) assumindo que  $r = 0,66R$ .

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

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

4.2. *Prescrições 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.

4.3. *Requisitos específicos*

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

## QUADRO

**Critérios de desempenho para os métodos de análise do benzo(a)pireno**

Parâmetro	Valor/Comentário
Aplicabilidade	Alimentos especificados no Regulamento (CE) n.º.../2003
Limite de detecção	Teor não superior a 0,3 µg/kg
Limite de quantificação	Teor não superior a 0,9 µg/kg
Precisão	Valores HORRAT <sub>T</sub> ou HORRAT <sub>R</sub> inferiores a 1,5 no ensaio colectivo de validação
Recuperação	50 % - 120 %
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais, verificação de detecção positiva

4.3.1. *Critérios 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:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0.2C)^2]}$$

em que:

- $U_f$  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.

4.4. *Cálculo da recuperação e registo dos resultados*

O resultado analítico é registado, corrigido, ou não, para o valor da taxa de 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 o «European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation» (Relatório da Comissão Europeia sobre a relação entre os resultados analíticos, a medida da incerteza, os factores de recuperação e as disposições da legislação alimentar da EU) (2).

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 cumprir o disposto na Directiva 93/99/CE.

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 (3)], desenvolvidos sob os auspícios da IUPAC/ISO/AOAC.

**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, (4)] constituem exemplos desses procedimentos.

## REFERÊNCIAS

1. W Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A - 76A.
  2. European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation, 2004. ([http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index\\_en.htm](http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm)).
  3. 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 - 2144 (Igualmente publicado em *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
  4. 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 - 666.
-