Este texto constitui um instrumento de documentação e não tem qualquer efeito jurídico. As Instituições da União não assumem qualquer responsabilidade pelo respetivo conteúdo. As versões dos atos relevantes que fazem fé, incluindo os respetivos preâmbulos, são as publicadas no Jornal Oficial da União Europeia e encontram-se disponíveis no EUR-Lex. É possível aceder diretamente a esses textos oficiais através das ligações incluídas no presente documento

►B

REGULAMENTO (CE) N.º 401/2006 DA COMISSÃO

de 23 de Fevereiro de 2006

que estabelece os métodos de amostragem e de análise para o controlo oficial dos teores de micotoxinas nos géneros alimentícios

(Texto relevante para efeitos do EEE)

(JO L 70 de 9.3.2006, p. 12)

Alterado por:

		Jornal Oficial		
		n.°	página	data
►M1	Regulamento (UE) n.º 178/2010 da Comissão de 2 de Março de 2010	L 52	32	3.3.2010
►M2	Regulamento (UE) n.º 519/2014 da Comissão de 16 de maio de 2014	L 147	29	17.5.2014

Retificado por:

►C1 Retificação, JO L 337 de 13.12.2016, p. 24 (519/2014)

▼B

REGULAMENTO (CE) N.º 401/2006 DA COMISSÃO

de 23 de Fevereiro de 2006

que estabelece os métodos de amostragem e de análise para o controlo oficial dos teores de micotoxinas nos géneros alimentícios

(Texto relevante para efeitos do EEE)

Artigo 1.º

A amostragem destinada ao controlo oficial dos teores de micotoxinas nos géneros alimentícios deve realizar-se em conformidade com os métodos indicados no anexo I.

Artigo 2.º

A preparação das amostras e os métodos de análise usados no controlo oficial dos teores de micotoxinas nos géneros alimentícios devem cumprir os critérios estabelecidos no anexo II.

Artigo 3.º

São revogadas as Directivas 98/53/CE, 2002/26/CE, 2003/78/CE e 2005/38/CE.

As referências feitas às directivas revogadas serão 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 Julho de 2006.

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

▼B

ANEXO I ([1])

MÉTODOS DE AMOSTRAGEM PARA O CONTROLO OFICIAL DOS TEORES DE MICOTOXINAS NOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS

A. DISPOSIÇÕES GERAIS

Os controlos oficiais devem realizar-se em conformidade com o disposto no Regulamento (CE) n.º 882/2004. As disposições gerais enunciadas a seguir aplicar-se-ão sem prejuízo das disposições do referido regulamento.

A.1. **Objectivo e âmbito de aplicação**

As amostras destinadas ao controlo oficial dos teores de micotoxinas nos géneros alimentícios devem ser colhidas em conformidade com os métodos indicados no presente anexo. As amostras globais assim obtidas serão consideradas representativas dos lotes. A observância dos limites máximos fixados no Regulamento (CE) n.º 466/2001 é estabelecida em função dos teores determinados nas amostras para laboratório.

A.2. **Definições**

Para efeitos do presente anexo, entende-se por:

A.2.1. Lote: quantidade identificável de género alimentício, 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;

A.2.2. Sublote: parte designada de um grande lote para efeitos da aplicação do método de amostragem a essa parte designada; cada sublote deve estar fisicamente separado e ser identificável;

A.2.3. Amostra elementar: quantidade de material recolhida num só ponto do lote ou sublote;

A.2.4. Amostra global: a totalidade das amostras elementares colhidas no lote ou sublote;

A.2.5. Amostra para laboratório: amostra destinada ao laboratório.

A.3. **Disposições gerais**

A.3.1. *Pessoal*

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

A.3.2. *Material a amostrar*

Todos os lotes a analisar devem ser amostrados separadamente. Em conformidade com as disposições específicas relativas à amostragem das diferentes micotoxinas, os grandes lotes devem ser subdivididos em sublotes, os quais devem ser amostrados separadamente.

A.3.3. *Precauções a tomar*

Durante a amostragem e a preparação das amostras, devem tomar-se precauções por forma a evitar alterações que possam afectar:

— o teor em micotoxinas, prejudicando a determinação analítica ou a representatividade da amostra global,

— a segurança, em termos alimentares, dos lotes a amostrar.

([1]) Está disponível um documento de orientação destinado às autoridades competentes para o controlo do cumprimento da legislação da UE em matéria de aflatoxinas no seguinte endereço: http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/aflatoxin_guidance_en.pdf. O documento de orientação fornece informações práticas adicionais mas as informações nele contidas estão sujeitas às disposições do presente regulamento.

▼B

Devem igualmente tomar-se todas as medidas necessárias para garantir a segurança das pessoas que fazem a colheita das amostras.

A.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 A.3.8.

A.3.5. *Preparação da amostra global*

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

A.3.6. *Amostras idênticas*

As amostras idênticas, destinadas à eventual tomada de medidas de carácter executório, comercial (incluindo acções judiciais) ou procedimentos 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.3.7. *Acondicionamento e envio das amostras*

Cada amostra deve ser colocada num recipiente limpo, de material inerte, que a proteja adequadamente de qualquer contaminação ou 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.

A.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 do Estado-Membro.

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.

A.4. **Tipos de lotes**

Os produtos alimentares podem ser comercializados a granel, em contentores ou em embalagens individuais, tais como sacas, sacos ou embalagens para venda a retalho. O método de amostragem pode ser aplicado a todas as formas sob as quais os produtos são colocados no mercado.

Sem prejuízo das disposições específicas previstas noutras partes do presente anexo, a fórmula seguinte pode ser utilizada como guia para a amostragem dos lotes comercializados em embalagens individuais, tais como sacas, sacos ou embalagens para venda a retalho.

$$\text{Frequ ência de amostragem (SF) } n = \frac{\text{Peso do lote} \times \text{Peso da amostra elementar}}{\text{Peso da amostra global} \times \text{Peso de uma embalagem individual}}$$

— peso: expresso em kg,

— frequência de amostragem (SF): número de embalagens individuais que separa a colheita de duas amostras elementares; a colheita é realizada em cada enésima embalagem individual (os números decimais devem ser arredondados para o número inteiro mais próximo).

B. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA CEREAIS E PRODUTOS DERIVADOS DE CEREAIS

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a aflatoxina B1, o total de aflatoxinas, a ocratoxina A e as toxinas *Fusarium* nos cereais e nos produtos derivados de cereais.

▼B

B.1. **Peso da amostra elementar**

O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas, salvo definição em contrário na presente parte.

No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

No caso das embalagens para venda a retalho de peso superior a 100 gramas, as amostras globais daí resultantes serão superiores a 10 kg. Se o peso de cada embalagem para venda a retalho for muito superior a 100 gramas, então a amostra elementar será de 100 g, retirados de cada embalagem individual. Esta operação pode ser feita aquando da colheita da amostra ou no laboratório. Todavia, quando este método de amostragem tiver consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.) pode aplicar-se um método de amostragem alternativo. Por exemplo, quando um produto de elevado valor económico for comercializado em embalagens para venda a retalho de 500 gramas ou de 1 kg, a amostra global pode obter-se a partir da junção de um número de amostras elementares inferior ao indicado nos quadros 1 e 2, desde que o peso da amostra global corresponda ao exigido, referido nos mesmos quadros.

Caso a embalagem para venda a retalho tenha menos de 100 gramas e a diferença não seja muito grande, deve considerar-se uma embalagem como uma amostra elementar, o que resultará numa amostra global de peso inferior a 10 kg. Se o peso da referida embalagem for muito inferior a 100 gramas, cada amostra elementar será constituída por duas ou mais embalagens, por forma a perfazer os 100 gramas do modo mais aproximado possível.

B.2. **Resumo geral do método de amostragem para cereais e produtos derivados de cereais**

▼M2

Quadro 1

Subdivisão dos lotes em sublotes em função do produto e do peso do lote

Produto	Peso do lote (toneladas)	Peso ou número de sublotes	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
Cereais e produtos à base de cereais	> 300 e < 1 500	3 sublotes	100	10
	≥ 50 e ≤ 300	100 toneladas	100	10
	< 50	—	3-100 (*)	1-10

(*) Consoante o peso do lote — ver quadro 2.

▼B

B.3. **Método de amostragem para cereais e produtos derivados de cereais para lotes ≥ 50 toneladas**

— Se os sublotes puderem ser fisicamente separados, cada lote deve ser subdividido em sublotes de acordo com o quadro 1. 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 %. Se o lote não estiver ou não puder ser fisicamente separado em sublotes, deve colher-se do lote um mínimo de 100 amostras elementares. ►M2 Para os lotes > 500 toneladas, o número de amostras elementares é o previsto no anexo I, parte L.2. ◄

— Cada sublote deve ser objecto de uma amostragem separada.

▼B

— Número de amostras elementares: 100. Peso da amostra global = 10 kg.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem descrito neste ponto dadas as consequências económicas inaceitáveis resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.) pode ser aplicado um método alternativo de amostragem, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado. Pode igualmente aplicar-se um método de amostragem alternativo sempre que seja impossível, na prática, aplicar o método atrás referido. É este o caso, por exemplo, quando grandes lotes de cereais se encontram guardados em armazéns ou quando os cereais estão dentro de silos ►M2 [1] ◄.

B.4. **Método de amostragem para cereais e produtos derivados de cereais para lotes < 50 toneladas**

Para os lotes de cereais e de produtos derivados de cereais com menos de 50 toneladas, o plano de amostragem deve ser aplicado com a colheita de 10 a 100 amostras elementares, em função do peso do lote, resultando numa amostra global entre 1 e 10 kg. Para lotes muito pequenos (≤ 0,5 toneladas) pode colher-se um número inferior de amostras elementares, mas a amostra global que reúne todas as amostras elementares deve pesar também, nesse caso, pelo menos 1 kg.

Para definir o número de amostras elementares necessárias, podem ser utilizados os valores do quadro 2.

Quadro 2

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote de cereais e produtos derivados de cereais

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05-≤ 0,5	5	1
> 0,5-≤ 1	10	1
> 1-≤ 3	20	2
> 3-≤ 10	40	4
> 10-≤ 20	60	6
> 20-≤ 50	100	10

B.5. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

[1] A amostragem de lotes deste tipo deve ser efetuada em conformidade com as normas previstas na parte L. As orientações para a amostragem de grandes lotes devem constar de um documento de orientação, disponível no seguinte sítio *web*: http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf
A aplicação de normas de amostragem em conformidade com a norma EN ISO 24333:2009 ou com as normas de amostragem 124 da GAFTA, aplicadas pelos operadores das empresas do setor alimentar para garantir o cumprimento das disposições constantes da legislação, é equivalente à das normas de amostragem definidas na parte L. Para a amostragem dos lotes relativamente às toxinas *Fusarium*, a aplicação de normas de amostragem em conformidade com a norma EN ISO 24333:2009 ou com as normas de amostragem 124 da GAFTA, aplicadas pelos operadores das empresas do setor alimentar para garantir o cumprimento das disposições constantes da legislação, é equivalente à das normas de amostragem estabelecidas na parte B.

▼B

Quando tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado. Em qualquer caso, a amostra global deve ter, pelo menos, 1 kg ([1]).

B.6. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

C. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA FRUTOS SECOS, INCLUINDO UVAS SECAS E PRODUTOS DERIVADOS MAS EXCLUINDO FIGOS SECOS

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para:

— aflatoxina B1 e total de aflatoxinas em frutos secos, à excepção de figos secos, e

— ocratoxina A em uvas secas (uvas de Corinto, uvas passas e sultanas).

C.1. **Peso da amostra elementar**

O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas, salvo definição em contrário na presente parte.

No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

No caso das embalagens para venda a retalho de peso superior a 100 gramas, as amostras globais daí resultantes serão superiores a 10 kg. Se o peso de cada embalagem para venda a retalho for muito superior a 100 gramas, então a amostra elementar será de 100 g, retirados de cada embalagem individual. Esta operação pode ser feita aquando da colheita da amostra ou no laboratório. Todavia, quando este método de amostragem tiver consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.) pode aplicar-se um método de amostragem alternativo. Por exemplo, quando um produto de elevado valor económico for comercializado em embalagens para venda a retalho de 500 gramas ou de 1 kg, a amostra global pode obter-se a partir da junção de um número de amostras elementares inferior ao indicado nos quadros 1 e 2, desde que o peso da amostra global corresponda ao exigido, referido nos mesmos quadros.

Caso a embalagem para venda a retalho tenha menos de 100 gramas e a diferença não seja muito grande, deve considerar-se uma embalagem como uma amostra elementar, o que resultará numa amostra global de peso inferior a 10 kg. Se o peso da referida embalagem for muito inferior a 100 gramas, cada amostra elementar será constituída por duas ou mais embalagens, por forma a perfazer os 100 gramas do modo mais aproximado possível.

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼B

C.2. **Resumo geral do método de amostragem para frutos secos, à excepção de figos secos**

Quadro 1

Subdivisão dos lotes em sublotes em função do produto e do peso do lote

Produto	Peso do lote (em toneladas)	Peso dos sublotes ou número de sublotes	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
Frutos secos	≥ 15	15-30 toneladas	100	10
	< 15	—	10-100 (*)	1-10

(*) Consoante o peso do lote — ver quadro 2 da presente parte.

C.3. **Método de amostragem para frutos secos (lotes ≥ 15 toneladas) à excepção de figos secos**

— Se os sublotes puderem ser fisicamente separados, cada lote deve ser subdividido em sublotes de acordo com o quadro 1. 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 %.

— Cada sublote deve ser objecto de uma amostragem separada.

— Número de amostras elementares: 100. Peso da amostra global = 10 kg.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem acima descrito dadas as consequências económicas resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.) pode aplicar-se um método de amostragem alternativo, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado.

C.4. **Método de amostragem para frutos secos (lotes < 15 toneladas) à excepção de figos secos**

Para os lotes de frutos secos, à excepção dos figos secos, com menos de 15 toneladas, o plano de amostragem deve ser aplicado com a colheita de 10 a 100 amostras elementares, em função do peso do lote, resultando numa amostra global entre 1 e 10 kg.

Para determinar o número de amostras elementares necessárias, podem ser utilizados os valores do quadro que se segue.

Quadro 2

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote de frutos secos

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1-≤ 0,2	15	1,5
> 0,2-≤ 0,5	20	2
> 0,5-≤ 1,0	30	3
> 1,0-≤ 2,0	40	4
> 2,0-≤ 5,0	60	6
> 5,0-≤ 10,0	80	8
> 10,0-≤ 15,0	100	10

▼B

C.5. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

Quando tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado. Em qualquer caso, a amostra global deve ter, pelo menos, 1 kg ([1]).

C.6. **Disposições específicas aplicáveis à amostragem de frutos secos, à excepção de figos secos, comercializados em embalagens em vácuo**

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 15 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 25 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 10 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 15 toneladas, terão de colher-se 25 % do número de amostras elementares referido no quadro 2, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 2).

C.7. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

D. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA FIGOS SECOS, AMENDOINS E FRUTOS DE CASCA RIJA

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a aflatoxina B1 e o total de aflatoxinas em figos secos, amendoins e frutos de casca rija.

▼M1

D.1. **Método de amostragem para figos secos**

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a aflatoxina B1 e o total de aflatoxinas em figos secos.

D.1.1. *Peso da amostra elementar*

O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 300 gramas, salvo definição em contrário na presente parte D.1.

No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

No caso das embalagens para venda a retalho de peso superior a 300 gramas, as amostras globais daí resultantes serão superiores a 30 kg. Se o peso de cada embalagem para venda a retalho for muito superior a 300 gramas, então a amostra elementar será de 300 g, retirados de cada embalagem individual. Esta operação pode ser feita aquando da colheita da amostra ou no laboratório. Todavia, quando este método de amostragem tiver consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.), pode aplicar-se um método de amostragem alternativo. Por exemplo, quando um produto de elevado valor económico for comercializado em

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼M1

embalagens para venda a retalho de 500 gramas ou de 1 kg, a amostra global pode obter-se a partir da junção de um número de amostras elementares inferior ao indicado nos quadros 1, 2 e 3, desde que o peso da amostra global corresponda ao exigido, referido nos mesmos quadros.

Caso a embalagem para venda a retalho tenha menos de 300 gramas e a diferença não seja muito grande, deve considerar-se uma embalagem como uma amostra elementar, o que resultará numa amostra global de peso inferior a 30 kg. Se o peso da referida embalagem for muito inferior a 300 gramas, cada amostra elementar será constituída por duas ou mais embalagens, por forma a perfazer os 300 gramas do modo mais aproximado possível.

D.1.2. *Resumo geral do método de amostragem para figos secos*

Quadro 1

Subdivisão dos lotes em sublotes em função do produto e do peso do lote

Produto	Peso do lote (toneladas)	Peso dos sublotes ou número de sublotes	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
Figos secos	≥ 15	15-30 toneladas	100	30
	< 15	—	10-100 (*)	≤ 30

(*) Consoante p peso do lote – ver quadro 2 da presente parte D.1.

D.1.3. *Método de amostragem para figos secos (lotes ≥ 15 toneladas)*

— Se os sublotes puderem ser fisicamente separados, cada lote deve ser subdividido em sublotes de acordo com o quadro 1. 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 %.

— Cada sublote deve ser objecto de uma amostragem separada.

— Número de amostras elementares: 100.

— Peso da amostra global = 30 kg, deve ser misturada e dividida em três amostras para laboratório iguais de 10 kg antes de triturar (esta divisão em três amostras para laboratório não é necessária no caso dos figos secos destinados a ser submetidos a um tratamento de triagem ou a outros tratamentos físicos bem como no caso de se dispor de equipamento que permita homogeneizar uma amostra de 30 kg).

— Cada amostra para laboratório de 10 kg deve ser, em separado, finamente triturada e cuidadosamente misturada a fim de garantir uma homogeneização completa, em conformidade com as disposições do anexo II.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem acima descrito dadas as consequências económicas inaceitáveis resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.), pode aplicar-se um método de amostragem alternativo, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado.

D.1.4. *Método de amostragem para figos secos (lotes < 15 toneladas)*

O número de amostras elementares a colher depende do peso do lote, sendo de 10, no mínimo, e de 100, no máximo.

▼M1

Os valores do quadro 2 seguinte podem ser utilizados para determinar o número de amostras elementares a colher bem como a subsequente divisão da amostra global.

Quadro 2

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote e número de subdivisões da amostra global

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg) (no caso das embalagens para venda a retalho, o peso da amostra global pode ser diferente – ver ponto D.1.1)	Número de amostras para laboratório retiradas da amostra global
≤ 0,1	10	3	1 (sem divisão)
> 0,1 - ≤ 0,2	15	4,5	1 (sem divisão)
> 0,2 - ≤ 0,5	20	6	1 (sem divisão)
> 0,5 - ≤ 1,0	30	9 (- < 12 kg)	1 (sem divisão)
> 1,0 - ≤ 2,0	40	12	2
> 2,0 - ≤ 5,0	60	18 (- < 24 kg)	2
> 5,0 - ≤ 10,0	80	24	3
> 10,0 - ≤ 15,0	100	30	3

— Peso da amostra global ≤ 30 kg, deve ser misturada e dividida em duas ou três amostras para laboratório iguais de peso ≤ 10 kg antes de triturar (esta divisão em duas ou três amostras para laboratório não é necessária no caso dos figos secos destinados a ser submetidos a um tratamento de triagem ou a outros tratamentos físicos bem como no caso de se dispor de equipamento que permita homogeneizar uma amostra de 30 kg).

Caso a amostra global tenha menos de 30 kg, deve ser dividida em amostras para laboratório de acordo com as seguintes indicações:

— < 12 kg: não se divide em amostras para laboratório,

— ≥ 12 - < 24 kg: divide-se em duas amostras para laboratório,

— ≥ 24 kg: divide-se em três amostras para laboratório.

— Cada amostra para laboratório deve ser, em separado, finamente triturada e cuidadosamente misturada a fim de garantir uma homogeneização completa, em conformidade com as disposições do anexo II.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem acima descrito dadas as consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.), pode aplicar-se um método de amostragem alternativo, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado.

D.1.5. *Método de amostragem de produtos derivados e de géneros alimentícios compostos de diversos ingredientes*

D.1.5.1. Produtos derivados que apresentem partículas muito finas (distribuição homogénea da contaminação pelas aflatoxinas)

— Número de amostras elementares: 100; para lotes com menos de 50 toneladas, o número de amostras elementares deve situar-se entre 10 e 100, dependendo do peso do lote (ver quadro 3).

▼M1

Quadro 3

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	2
> 3 - ≤ 10	40	4
> 10 - ≤ 20	60	6
> 20 - ≤ 50	100	10

— O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas. No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

— Peso da amostra global = 1 - 10 kg suficientemente misturados.

D.1.5.2. Outros produtos derivados que apresentem partículas relativamente grosseiras (distribuição heterogénea da contaminação pelas aflatoxinas)

Aplica-se o mesmo método de amostragem e aceitação que para os figos secos (pontos D.1.3 e D.1.4).

D.1.6. *Amostragem na fase de venda a retalho*

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

Quando tal não for possível, podem aplicar-se outros métodos de amostragem eficazes na fase de venda a retalho, desde que garantam que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e os métodos estejam integralmente descritos e documentados. Em qualquer caso, a amostra global deve ter, pelo menos, 1 kg ([1]).

D.1.7. *Método específico para a amostragem de figos secos e produtos derivados comercializados em embalagens em vácuo*

D.1.7.1. Figos secos

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 15 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 50 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 30 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 15 toneladas, terão de colher-se 50 % do número de amostras elementares referido no quadro 2, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 2).

D.1.7.2. Produtos derivados de figos secos que apresentem partículas de pequenas dimensões

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 50 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 25 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 10 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 50 toneladas, terão de colher-se 25 % do número de amostras elementares referido no quadro 3, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 3).

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼M1

D.1.8. *Aceitação do lote ou sublote*

Para os figos secos destinados a serem submetidos a um tratamento de triagem ou a outros tratamentos físicos:

— aceitação se a amostra global ou a média das amostras para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— rejeição se a amostra global ou a média das amostras para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

Para os figos secos destinados ao consumo humano directo:

— aceitação se nenhuma das amostras para laboratório exceder o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— rejeição se uma ou várias amostras para laboratório excederem o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

Nos casos em que o peso da amostra global é de 12 kg ou inferior:

— aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

D.2. **Método de amostragem para amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija**

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a aflatoxina B1 e o total de aflatoxinas em amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija. ►M2 Este método de amostragem é igualmente aplicável ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a ocratoxina A, a aflatoxina B1 e as aflatoxinas totais nas especiarias com partículas de dimensões relativamente grandes (partículas de dimensões comparáveis a amendoins ou ainda maiores, por exemplo, a noz-moscada). ◄

D.2.1. *Peso da amostra elementar*

O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 200 gramas, salvo definição em contrário na presente parte D.2.

No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

No caso das embalagens para venda a retalho de peso superior a 200 gramas, as amostras globais daí resultantes serão superiores a 20 kg. Se o peso de cada embalagem para venda a retalho for muito superior a 200 gramas, então a amostra elementar será de 200 g, retirados de cada embalagem individual. Esta operação pode ser feita aquando da colheita da amostra ou no laboratório. Todavia, quando este método de amostragem tiver consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.), pode aplicar-se um método de amostragem alternativo. Por exemplo, quando

▼M1

um produto de elevado valor económico for comercializado em embalagens para venda a retalho de 500 gramas ou de 1 kg, a amostra global pode obter-se a partir da junção de um número de amostras elementares inferior ao indicado nos quadros 1, 2 e 3, desde que o peso da amostra global corresponda ao exigido, referido nos mesmos quadros.

Caso a embalagem para venda a retalho tenha menos de 200 gramas e a diferença não seja muito grande, deve considerar-se uma embalagem como uma amostra elementar, o que resultará numa amostra global de peso inferior a 20 kg. Se o peso da referida embalagem for muito inferior a 200 gramas, cada amostra elementar será constituída por duas ou mais embalagens, por forma a perfazer os 200 gramas do modo mais aproximado possível.

D.2.2. *Resumo geral do método de amostragem para amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija*

Quadro 1

Subdivisão dos lotes em sublotes em função do produto e do peso do lote

Produto	Peso do lote (toneladas)	Peso dos sublotes ou número de sublotes	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
Amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija	≥ 500	100 toneladas	100	20
	> 125 e < 500	5 sublotes	100	20
	≥ 15 e ≤ 125	25 toneladas	100	20
	< 15	—	10-100 (*)	≤ 20

(*) Consoante p peso do lote – ver quadro 2 da presente parte D.2.

D.2.3. *Método de amostragem para amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija (lotes ≥ 15 toneladas)*

— Se os sublotes puderem ser fisicamente separados, cada lote deve ser subdividido em sublotes de acordo com o quadro 1. 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 %.

— Cada sublote deve ser objecto de uma amostragem separada.

— Número de amostras elementares: 100.

— Peso da amostra global = 20 kg, deve ser misturada e dividida em duas amostras para laboratório iguais de 10 kg antes de triturar (esta divisão em duas amostras para laboratório não é necessária no caso dos amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija destinados a ser submetidos a um tratamento de triagem ou a outros tratamentos físicos bem como no caso de se dispor de equipamento que permita homogeneizar uma amostra de 20 kg).

— Cada amostra para laboratório de 10 kg deve ser, em separado, finamente triturada e cuidadosamente misturada a fim de garantir uma homogeneização completa, em conformidade com as disposições do anexo II.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem acima descrito dadas as consequências económicas resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.) pode aplicar-se um método de amostragem alternativo, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado.

▼M1

D.2.4. *Método de amostragem para amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija (lotes < 15 toneladas)*

O número de amostras elementares a colher depende do peso do lote, sendo de 10, no mínimo, e de 100, no máximo.

Os valores do quadro 2 seguinte podem ser utilizados para determinar o número de amostras elementares a colher bem como a subsequente divisão da amostra global.

Quadro 2

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote e número de subdivisões da amostra global

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg) (no caso das embalagens para venda a retalho, o peso da amostra global pode ser diferente – ver ponto D.2.1)	Número de amostras para laboratório retiradas da amostra global
≤ 0,1	10	2	1 (sem divisão)
> 0,1 - ≤ 0,2	15	3	1 (sem divisão)
> 0,2 - ≤ 0,5	20	4	1 (sem divisão)
> 0,5 - ≤ 1,0	30	6	1 (sem divisão)
> 1,0 - ≤ 2,0	40	8 (- < 12 kg)	1 (sem divisão)
> 2,0 - ≤ 5,0	60	12	2
> 5,0 - ≤ 10,0	80	16	2
> 10,0 - ≤ 15,0	100	20	2

— Peso da amostra global ≤ 20 kg, deve ser misturada e, se necessário, dividida em duas amostras para laboratório iguais de peso ≤ 10 kg antes de triturar (esta divisão em duas amostras para laboratório não é necessária no caso dos amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija destinados a ser submetidos a um tratamento de triagem ou a outros tratamentos físicos bem como no caso de se dispor de equipamento que permita homogeneizar uma amostra de 20 kg).

Caso a amostra global tenha menos de 20 kg, deve ser dividida em amostras para laboratório de acordo com as seguintes indicações:

— < 12 kg: não se divide em amostras para laboratório,

— ≥ 12 kg: divide-se em duas amostras para laboratório.

— Cada amostra para laboratório deve ser, em separado, finamente triturada e cuidadosamente misturada a fim de garantir uma homogeneização completa, em conformidade com as disposições do anexo II.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem acima descrito dadas as consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.), pode aplicar-se um método de amostragem alternativo, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado.

▼M1

D.2.5. *Método de amostragem de produtos derivados, com excepção dos óleos vegetais, e de géneros alimentícios compostos de diversos ingredientes*

D.2.5.1. Produtos derivados (com excepção dos óleos vegetais) que apresentem partículas de pequenas dimensões, tais como farinha ou pasta de amendoins (distribuição homogénea da contaminação pelas aflatoxinas)

— Número de amostras elementares: 100; para lotes com menos de 50 toneladas, o número de amostras elementares deve situar-se entre 10 e 100, dependendo do peso do lote (ver quadro 3).

Quadro 3

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	2
> 3 - ≤ 10	40	4
> 10 - ≤ 20	60	6
> 20 - ≤ 50	100	10

— O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas. No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

— Peso da amostra global = 1 - 10 kg suficientemente misturados.

D.2.5.2. Produtos derivados com partículas relativamente grosseiras (distribuição heterogénea da contaminação pelas aflatoxinas)

Aplica-se o mesmo método de amostragem e aceitação que para os amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija (pontos D.2.3 e D.2.4).

D.2.6. *Amostragem na fase de venda a retalho*

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

Quando tal não for possível, podem aplicar-se outros métodos de amostragem eficazes na fase de venda a retalho, desde que garantam que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e os métodos estejam integralmente descritos e documentados. Em qualquer caso, a amostra global deve ter, pelo menos, 1 kg ([1]).

D.2.7. *Método específico para a amostragem de amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce, frutos de casca rija e produtos derivados comercializados em embalagens em vácuo*

D.2.7.1. Pistácios, amendoins e castanhas-do-brasil

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 15 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 50 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 20 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 15

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼M1

toneladas, terão de colher-se 50 % do número de amostras elementares referido no quadro 2, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 2).

D.2.7.2. Caroços de alperce, frutos de casca rija, com excepção de pistácios e castanhas-do-brasil, e outras sementes de oleaginosas

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 15 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 25 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 20 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 15 toneladas, terão de colher-se 25 % do número de amostras elementares referido no quadro 2, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 2).

D.2.7.3. Produtos derivados de frutos de casca rija, caroços de alperce e amendoins que apresentem partículas de pequenas dimensões

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 50 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 25 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 10 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 50 toneladas, terão de colher-se 25 % do número de amostras elementares referido no quadro 3, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 3).

D.2.8. *Aceitação do lote ou sublote*

Para amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija destinados a serem submetidos a um tratamento de triagem ou a outros tratamentos físicos:

— aceitação se a amostra global ou a média das amostras para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— rejeição se a amostra global ou a média das amostras para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

Para amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija destinados ao consumo humano directo:

— aceitação se nenhuma das amostras para laboratório exceder o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— rejeição se uma ou ambas as amostras para laboratório excederem o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

Nos casos em que o peso da amostra global é de 12 kg ou inferior:

— aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

▼B

E. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA ESPECIARIAS

▼M2

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a ocratoxina A, a aflatoxina B1 e as aflatoxinas totais em especiarias, exceto nos casos das especiarias com partículas de dimensões relativamente grandes (distribuição heterogénea da contaminação com micotoxinas).

▼B

E.1. **Peso da amostra elementar**

O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas, salvo definição em contrário na presente parte.

No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

No caso das embalagens para venda a retalho de peso superior a 100 gramas, as amostras globais daí resultantes serão superiores a 10 kg. Se o peso de cada embalagem para venda a retalho for muito superior a 100 gramas, então a amostra elementar será de 100 g, retiradas de cada embalagem individual. Esta operação pode ser feita aquando da colheita da amostra ou no laboratório. Todavia, quando este método de amostragem tiver consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.) pode aplicar-se um método de amostragem alternativo. Por exemplo, quando um produto de elevado valor económico for comercializado em embalagens para venda a retalho de 500 gramas ou de 1 kg, a amostra global pode obter-se a partir da junção de um número de amostras elementares inferior ao indicado nos quadros 1 e 2, desde que o peso da amostra global corresponda ao exigido, referido nos mesmos quadros.

Caso a embalagem para venda a retalho tenha menos de 100 gramas e a diferença não seja muito grande, deve considerar-se uma embalagem como uma amostra elementar, o que resultará numa amostra global de peso inferior a 10 kg. Se o peso da referida embalagem for muito inferior a 100 gramas, cada amostra elementar será constituída por duas ou mais embalagens, por forma a perfazer os 100 gramas do modo mais aproximado possível.

E.2. **Resumo geral do método de amostragem para especiarias**

Quadro 1

Subdivisão dos lotes em sublotes em função do produto e do peso do lote

Produto	Peso do lote (em toneladas)	Peso dos sublotes ou número de sublotes	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
Especiarias	≥ 15	25 toneladas	100	10
	< 15	—	5-100 (*)	0,5-10

(*) Consoante o peso do lote — ver quadro 2 da presente parte.

E.3. **Método de amostragem para especiarias (lotes ≥ 15 toneladas)**

— Se os sublotes puderem ser fisicamente separados, cada lote deve ser subdividido em sublotes de acordo com o quadro 1. 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 %.

— Cada sublote deve ser objecto de uma amostragem separada.

— Número de amostras elementares: 100. Peso da amostra global = 10 kg.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem acima descrito dadas as consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios

▼B

de transporte, etc.) pode aplicar-se um método de amostragem alternativo, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado.

E.4. **Método de amostragem para especiarias (lotes < 15 toneladas)**

Para os lotes de especiarias com menos de 15 toneladas, o plano de amostragem deve ser aplicado com a colheita de 5 a 100 amostras elementares, em função do peso do lote, resultando numa amostra global entre 0,5 e 10 kg.

Para determinar o número de amostras elementares necessárias, podem ser utilizados os valores do quadro que se segue.

Quadro 2

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote de especiarias

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
≤ 0,01	5	0,5
> 0,01-≤ 0,1	10	1
> 0,1-≤ 0,2	15	1,5
> 0,2-≤ 0,5	20	2
> 0,5-≤ 1,0	30	3
> 1,0-≤ 2,0	40	4
> 2,0-≤ 5,0	60	6
> 5,0-≤ 10,0	80	8
> 10,0-≤ 15,0	100	10

E.5. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

Sempre que tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado. Em qualquer caso, a amostra global deve ter, pelo menos, 0,5 kg ([1]).

E.6. **Método específico para a amostragem de especiarias comercializadas em embalagens em vácuo**

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 15 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 25 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 10 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 15 toneladas, terão de colher-se 25 % do número de amostras elementares referido no quadro 2, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 2).

E.7. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 0,5 kg, esta pode ter peso inferior a 0,5 kg.

▼B

F. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA LEITE E PRODUTOS LÁCTEOS, FÓRMULAS PARA LACTENTES E FÓRMULAS DE TRANSIÇÃO, INCLUINDO LEITE PARA BEBÉS E LEITE DE TRANSIÇÃO

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a aflatoxina M1 em leite e produtos lácteos, fórmulas para lactentes e fórmulas de transição, incluindo leite para bebés e leite de transição, assim como alimentos dietéticos (leite e produtos lácteos) destinados a fins medicinais específicos especificamente destinados a bebés.

F.1. **Método de amostragem para leite e produtos lácteos, fórmulas para lactentes e fórmulas de transição, incluindo leite para bebés e leite de transição**

A amostra global será de, no mínimo, 1 kg ou 1 litro, a menos que tal não seja possível, por exemplo, quando se proceder à amostragem de uma única garrafa.

O número mínimo de amostras elementares a colher do lote é o indicado no quadro 1. O número de amostras elementares depende da forma como os produtos em questão são habitualmente comercializados. No caso de produtos líquidos comercializados a granel, o lote 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. Nestas condições, pressupõe-se que a distribuição de aflatoxina M1 num determinado lote é homogénea. É, por conseguinte, suficiente colher três amostras elementares de um lote a fim de constituir uma amostra global.

As amostras elementares, que podem frequentemente apresentar-se sob forma de garrafa ou embalagem, deverão ser de peso semelhante. Uma amostra elementar deve pesar, no mínimo, 100 gramas, dando origem a uma amostra global de, pelo menos, cerca de 1 kg ou 1 litro. Qualquer inobservância deste método deve ser assinalada no registo previsto no ponto A.3.8.

Quadro 1

Número mínimo de amostras elementares a colher do lote

Forma de comercialização	Volume ou peso do lote (em litros ou kg)	Número mínimo de amostras elementares a colher	Volume ou peso mínimo da amostra global (em litros ou kg)
A granel	—	3-5	1
Garrafas/embalagens	≤ 50	3	1
Garrafas/embalagens	50 a 500	5	1
Garrafas/embalagens	> 500	10	1

F.2. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

▼B

Quando tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado ([1]).

F.3. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição (ou o limite de decisão — ver ponto 4.4 do anexo II),

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição (ou o limite de decisão — ver ponto 4.4 do anexo II).

▼M1

G. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA CAFÉ, PRODUTOS DERIVADOS DE CAFÉ, RAIZ DE ALCAÇUZ E EXTRACTOS DE ALCAÇUZ

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a ocratoxina A em café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz e extractos de alcaçuz.

G.1. **Peso da amostra elementar**

O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas, salvo definição em contrário na presente parte.

No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho.

No caso das embalagens para venda a retalho de peso superior a 100 gramas, as amostras globais daí resultantes serão superiores a 10 kg. Se o peso de cada embalagem para venda a retalho for muito superior a 100 gramas, então a amostra elementar será de 100 g, retirados de cada embalagem individual. Esta operação pode ser feita aquando da colheita da amostra ou no laboratório. Todavia, quando este método de amostragem tiver consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.), pode aplicar-se um método de amostragem alternativo. Por exemplo, quando um produto de elevado valor económico for comercializado em embalagens para venda a retalho de 500 gramas ou de 1 kg, a amostra global pode obter-se a partir da junção de um número de amostras elementares inferior ao indicado nos quadros 1 e 2, desde que o peso da amostra global corresponda ao exigido, referido nos mesmos quadros.

Caso a embalagem para venda a retalho tenha menos de 100 gramas e a diferença não seja muito grande, deve considerar-se uma embalagem como uma amostra elementar, o que resultará numa amostra global de peso inferior a 10 kg. Se o peso da referida embalagem for muito inferior a 100 gramas, cada amostra elementar será constituída por duas ou mais embalagens, por forma a perfazer os 100 gramas do modo mais aproximado possível.

G.2. **Resumo geral do método de amostragem para café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz e extractos de alcaçuz**

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼M1

Quadro 1

Subdivisão dos lotes em sublotes em função do produto e do peso do lote

Produto	Peso do lote (toneladas)	Peso dos sublotes ou número de sublotes	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
Café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz e extractos de alcaçuz	≥ 15	15-30 toneladas	100	10
	< 15	—	10-100 (*)	1-10

(*) Casoante o peso do lote — ver quadro 2 da presente parte.

G.3. **Método de amostragem para café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz e extractos de alcaçuz (lotes ≥ 15 toneladas)**

— Se os sublotes puderem ser fisicamente separados, cada lote deve ser subdividido em sublotes de acordo com o quadro 1. Dado que o peso do lote nem sempre é um múltiplo exacto do peso dos sublotes, o peso dos sublotes pode variar em relação ao peso indicado até um máximo de 20 %.

— Cada sublote deve ser objecto de uma amostragem separada.

— Número de amostras elementares: 100.

— Peso da amostra global = 10 kg.

— Nos casos em que não seja possível aplicar o método de amostragem acima descrito dadas as consequências económicas inaceitáveis, resultantes da danificação do lote (devido às formas de embalagem, meios de transporte, etc.), pode aplicar-se um método de amostragem alternativo, desde que a amostragem seja tão representativa quanto possível e que o método aplicado esteja integralmente descrito e documentado.

G.4. **Método de amostragem para café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz e extractos de alcaçuz (lotes < 15 toneladas)**

Para os lotes de café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz e extractos de alcaçuz com menos de 15 toneladas, o plano de amostragem deve ser aplicado com a colheita de 10 a 100 amostras elementares, em função do peso do lote, resultando numa amostra global entre 1 e 10 kg.

Para determinar o número de amostras elementares necessárias, podem ser utilizados os valores do quadro que se segue.

Quadro 2

Número de amostras elementares a colher em função do peso do lote de café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz ou extractos de alcaçuz

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1 - ≤ 0,2	15	1,5
> 0,2 - ≤ 0,5	20	2
> 0,5 - ≤ 1,0	30	3
> 1,0 - ≤ 2,0	40	4
> 2,0 - ≤ 5,0	60	6

▼M1

Peso do lote (toneladas)	Número de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
> 5,0 - ≤ 10,0	80	8
> 10,0 - ≤ 15,0	100	10

G.5. **Método de amostragem para café torrado, moído ou em grão, café solúvel, raiz de alcaçuz e extractos de alcaçuz comercializados em embalagens em vácuo**

No que respeita aos lotes de peso igual ou superior a 15 toneladas, terão de ser colhidas, pelo menos, 25 amostras elementares, dando origem a uma amostra global de 10 kg, enquanto que, para os lotes de peso inferior a 15 toneladas, terão de colher-se 25 % do número de amostras elementares referido no quadro 2, resultando numa amostra global cujo peso corresponde ao peso do lote amostrado (ver quadro 2).

G.6. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

Sempre que tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado. Em qualquer caso, a amostra global deve ter, pelo menos, 1 kg ([1]).

G.7. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

▼B

H. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA SUMOS DE FRUTA, INCLUINDO SUMO DE UVA, MOSTO DE UVA, SIDRA E VINHO

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para:

— ocratoxina A em vinho, sumo de uva e mosto de uva, e

— patulina em sumos de fruta, néctares de fruta, bebidas espirituosas, sidra e outras bebidas fermentadas derivadas de maçãs ou que contenham sumo de maçã.

H.1. **Método de amostragem**

A amostra global será de, no mínimo, 1 litro, a menos que tal não seja possível, por exemplo, quando se proceder à amostragem de uma única garrafa.

O número mínimo de amostras elementares a colher do lote é o indicado no quadro 1. O número de amostras elementares depende da forma como os produtos em questão são habitualmente comercializados. No caso de produtos líquidos comercializados a granel, o lote deve, na medida do possível, ser cuidadosamente misturado e de forma a não afectar a qualidade do produto, quer manual quer mecanicamente, imediatamente antes

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼B

da colheita da amostra. Nestas condições, pode pressupor-se que a distribuição de ocratoxina A ou de patulina num determinado lote é homogénea. É, por conseguinte, suficiente colher três amostras elementares de um lote a fim de constituir uma amostra global.

As amostras elementares, que podem frequentemente apresentar-se sob forma de garrafa ou embalagem, deverão ser de peso semelhante. Uma amostra elementar deve pesar, no mínimo, 100 gramas, dando origem a uma amostra global de, pelo menos, cerca de 1 litro. Qualquer inobservância deste método deve ser assinalada no registo previsto no ponto A.3.8.

Quadro 1

Número mínimo de amostras elementares a colher do lote

Forma de comercialização	Volume do lote (em litros)	Número mínimo de amostras elementares a colher	Volume mínimo da amostra global (em litros)
Granel (sumo de fruta, bebidas espirituosas, sidra, vinho)	—	3	1
Garrafas/embalagens (sumo de fruta, bebidas espirituosas, sidra)	≤ 50	3	1
Garrafas/embalagens (sumo de fruta, bebidas espirituosas, sidra)	50 a 500	5	1
Garrafas/embalagens (sumo de fruta, bebidas espirituosas, sidra)	> 500	10	1
Garrafas/embalagens de vinho	≤ 50	1	1
Garrafas/embalagens de vinho	50 a 500	2	1
Garrafas/embalagens de vinho	> 500	3	1

H.2. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte ([1]).

Sempre que tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado.

H.3. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

▼M2

I. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA PRODUTOS SÓLIDOS À BASE DE MAÇÃ

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para a patulina em produtos sólidos à base de maçã destinados a lactentes e a crianças jovens.

▼B

I.1. **Método de amostragem**

A amostra global será de, no mínimo, 1 kg, a menos que tal não seja possível, por exemplo, quando se proceder à amostragem de uma única embalagem.

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 litro, esta pode ter volume inferior a 1 litro.

▼B

O número mínimo de amostras elementares a colher do lote é o indicado no quadro 1. ►M2 ——————— ◄

As amostras elementares deverão ter peso semelhante. Uma amostra elementar deve pesar, no mínimo, 100 gramas, dando origem a uma amostra global de, pelo menos, 1 kg. Qualquer inobservância deste método deve ser assinalada no registo previsto no ponto A.3.8.

Quadro 1

Número mínimo de amostras elementares a colher do lote

Peso do lote (em kg)	Número mínimo de amostras elementares a colher	Peso da amostra global (kg)
< 50	3	1
50 a 500	5	1
> 500	10	1

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

Quadro 2

Número de embalagens (amostras elementares) necessárias para formar a amostra global caso o lote seja constituído por embalagens individuais

Número de embalagens ou unidades no lote	Número de embalagens ou unidades	Peso da amostra global (kg)
1 a 25	1 embalagem ou unidade	1
26 a 100	cerca de 5 %, com um mínimo de 2 embalagens ou unidades	1
> 100	cerca 5 %, com um máximo de 10 embalagens ou unidades	1

I.2. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições aplicáveis à amostragem constantes da presente parte.

Quando tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado ([1]).

I.3. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼B

J. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA ALIMENTOS PARA BEBÉS E ALIMENTOS TRANSFORMADOS À BASE DE CEREAIS DESTINADOS A LACTENTES E CRIANÇAS JOVENS

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para:

— aflatoxinas, ocratoxina A e toxinas *Fusarium* em alimentos para bebés e alimentos transformados à base de cereais destinados a lactentes e crianças jovens,

— aflatoxinas e ocratoxina A em alimentos dietéticos destinados a fins medicinais específicos (com excepção do leite e dos produtos lácteos) especificamente destinados a lactentes, e

— patulina em alimentos para bebés com excepção dos alimentos transformados à base de cereais destinados a lactentes e crianças jovens. No respeitante ao controlo dos teores máximos fixados para a patulina em sumo de maçã e em produtos sólidos à base de maçã destinados a lactentes e crianças jovens, aplica-se o método de amostragem descrito na parte I.

J.1. **Método de amostragem**

— O método de amostragem para os cereais e produtos derivados de cereais, como indicado no ponto B.4, aplica-se aos alimentos destinados a lactentes e crianças jovens. Por conseguinte, o número de amostras elementares a colher depende do peso do lote, sendo de 10, no mínimo, e de 100, no máximo, em conformidade com o quadro 2 do ponto B.4. Para lotes muito pequenos (≤ 0,5 tonelada) pode colher-se um número inferior de amostras elementares, mas a amostra global que reúne todas as amostras elementares deve pesar também, nesse caso, pelo menos 1 kg.

— O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas. No caso dos lotes em embalagens para venda a retalho, o peso da amostra elementar depende do peso da embalagem para venda a retalho e, no caso dos lotes muito pequenos (≤ 0,5 toneladas), as amostras elementares devem ter um peso tal que a junção das amostras elementares resulte numa amostra global de, pelo menos, 1 kg. Qualquer inobservância deste método deve ser assinalada no registo previsto no ponto A.3.8.

— Peso da amostra global = 1-10 kg suficientemente misturados.

J.2. **Amostragem na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

Quando tal não for possível, pode aplicar-se um método de amostragem alternativo na fase de venda a retalho, desde que garanta que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e o método esteja integralmente descrito e documentado ([1]).

J.3. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

▼M1

K. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA ÓLEOS VEGETAIS

Este método de amostragem aplica-se ao controlo oficial dos teores máximos fixados para as micotoxinas, em especial a aflatoxina B1, o total de aflatoxinas e a zearalenona em óleos vegetais.

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼M1

K.1. **Método de amostragem para óleos vegetais**

— O peso da amostra elementar deve ser aproximadamente 100 gramas (ml) (em função da natureza da remessa, por exemplo, óleo vegetal a granel, devem colher-se pelo menos três amostras elementares de cerca de 350 ml) dando origem a uma amostra global de, pelo menos, 1 kg (litro).

— O número mínimo de amostras elementares a colher do lote é o indicado no quadro 1. O lote deve ser cuidadosamente misturado, na medida do possível, quer manual quer mecanicamente, imediatamente antes da amostragem. Neste caso, pode pressupor-se a existência de uma distribuição homogénea de aflatoxina num determinado lote, pelo que é suficiente colher três amostras elementares de um lote a fim de constituir uma amostra global.

Quadro 1

Número mínimo de amostras elementares a colher do lote

Forma de comercialização	Peso do lote (em kg) Volume do lote (em litros)	Número mínimo de amostras elementares a colher
A granel (*)	—	3
Embalagens	≤ 50	3
Embalagens	> 50 a 500	5
Embalagens	> 500	10

(*) Se os sublotes puderem ser fisicamente separados, os lotes ou remessas de grandes dimensões de óleo vegetal a granel devem ser subdivididos em sublotes de acordo com o quadro 2.

Quadro 2

Subdivisão dos lotes em sublotes em função do peso do lote

Produto	Peso do lote (toneladas)	Peso dos sublotes ou número de sublotes	Número mínimo de amostras elementares	Peso mínimo da amostra global (kg)
Óleos vegetais	≥ 1 500	500 toneladas	3	1
	> 300 e < 1 500	3 sublotes	3	1
	≥ 50 e ≤ 300	100 toneladas	3	1
	< 50	—	3	1

K.2. **Método de amostragem para óleos vegetais na fase de venda a retalho**

A amostragem dos géneros alimentícios na fase de venda a retalho deverá fazer-se, sempre que possível, em conformidade com as disposições constantes da presente parte.

Quando tal não for possível, podem aplicar-se outros métodos de amostragem eficazes na fase de venda a retalho, desde que garantam que a amostra global é suficientemente representativa do lote amostrado e os métodos estejam integralmente descritos e documentados. Em qualquer caso, a amostra global deve ter, pelo menos, 1 kg ([1]).

([1]) Caso a porção a amostrar seja tão pequena que se torne impossível obter uma amostra global de 1 kg, esta pode ter peso inferior a 1 kg.

▼M1

K.3. **Aceitação do lote ou sublote**

— Aceitação se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição,

— Rejeição se a amostra para laboratório exceder o limite máximo, com um grau de confiança elevado, tendo em conta a correcção em função da recuperação e a incerteza de medição.

▼M2

L. MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA LOTES MUITO GRANDES OU LOTES ARMAZENADOS OU TRANSPORTADOS DE TAL FORMA QUE A AMOSTRAGEM DO LOTE NÃO SEJA EXEQUÍVEL

L.1. **Princípios gerais**

Sempre que o tipo de transporte ou armazenagem de um lote não permita colher amostras elementares em todo o lote, a amostragem deve ser, de preferência, efetuada enquanto o lote estiver em movimento (amostragem dinâmica).

No caso de grandes armazéns destinados a alimentos para animais, os operadores devem ser incentivados a instalar equipamentos nos armazéns que permitam uma amostragem (automática) em todo o lote armazenado.

Quando os procedimentos de amostragem previstos na presente parte L são aplicados, o operador da empresa do setor alimentar ou o seu representante devem ser informados sobre o procedimento de amostragem. Se os referidos procedimentos de amostragem forem questionados pelo operador de uma empresa do setor alimentar ou pelo seu representante, o operador de uma empresa do setor alimentar ou o seu representante devem permitir que a autoridade competente proceda à amostragem em todo o lote a suas expensas.

A amostragem de uma parte do lote é autorizada, na condição de que a quantidade da parte incluída na amostra seja, pelo menos, de 10 % do lote a amostrar. Se uma parte de um lote de alimentos da mesma categoria ou descrição tiver sido sujeita a amostragem e identificada como não cumprindo os requisitos da União, presume-se que a totalidade do lote é também afetada, a menos que, na sequência de uma avaliação rigorosa, não sejam detetados indícios de que o resto do lote não cumpre os requisitos da UE.

As disposições pertinentes, tais como o peso da amostra elementar, previstas noutras partes do presente anexo, são aplicáveis para a amostragem de lotes muito grandes ou de lotes armazenados ou transportados de tal forma que a amostragem do lote não seja exequível.

L.2. **Número de amostras elementares a colher no caso de grandes lotes**

No caso dos grandes porções incluídas na amostra (porções incluídas na amostra > 500 toneladas), o número de amostras elementares a colher = 100 amostras elementares + $\sqrt{}$ toneladas. Contudo, se o lote tiver menos de 1 500 toneladas e puder ser subdividido em sublotes em conformidade com o quadro 1 da parte B, e sob condição de que os sublotes possam ser fisicamente separados, deve ser colhido o número de amostras elementares previsto na parte B.

L.3. **Lotes grandes transportados por navio**

L.3.1. *Amostragem dinâmica de lotes grandes transportados por navio*

A amostragem de lotes grandes nos navios deve ser preferencialmente realizada enquanto o produto está em movimento (amostragem dinâmica).

A amostragem é feita por porão, podendo os porões estar fisicamente separados. Todavia, os porões são esvaziados parcialmente, um após o outro, deixando essa separação física inicial de existir após a transferência para as instalações de armazenamento. A amostragem pode, portanto, ser efetuada em função da separação física inicial ou da separação existente após transferência para as instalações de armazenamento.

▼M2

A descarga de um navio pode durar vários dias. Normalmente, as amostras têm de ser colhidas a intervalos regulares durante todo o período de descarga. Contudo, nem sempre é possível ou apropriado para um inspetor oficial estar presente para a amostragem durante toda a operação de descarga. Portanto, está autorizada a amostragem de uma parte do lote (porção amostrada). O número de amostras elementares é determinado em função da dimensão da porção amostrada.

Mesmo quando a amostragem oficial é efetuada de forma automática, é necessária a presença de um inspetor. No entanto, se a amostragem automática utilizar parâmetros preestabelecidos que não possam ser alterados durante a amostragem e se as amostras elementares forem colhidas num recipiente selado, impedindo qualquer possível fraude, a presença de um inspetor só é exigida no início da amostragem, de cada vez que tenha de ser mudado o recipiente das amostras e no final da amostragem.

L.3.2. *Amostragem estática de lotes transportados por navio*

No caso de a amostragem ser realizada de forma estática, têm de ser aplicados os procedimentos previstos para as instalações de armazenagem (silos) acessíveis pelo topo (ver ponto L.5.1).

A amostragem tem de ser efetuada através da parte acessível (do topo) do lote/porão. O número de amostras elementares é determinado em função da dimensão da porção amostrada.

L.4. **Amostragem de lotes grandes armazenados em armazéns**

A amostragem tem de ser efetuada através da parte acessível do lote. O número de amostras elementares é determinado em função da dimensão da porção amostrada.

L.5. **Amostragem de instalações de armazenagem (silos)**

L.5.1. *Amostragem de silos (facilmente) acessíveis pelo topo*

A amostragem tem de ser efetuada através da parte acessível do lote. O número de amostras elementares é determinado em função da dimensão da porção amostrada.

L.5.2. *Amostragem de silos não acessíveis pelo topo (silos fechados)*

L.5.2.1. Silos não acessíveis pelo topo (silos fechados) com uma dimensão > 100 toneladas

Os alimentos armazenados neste tipo de silos não podem ser amostrados de forma estática. Por conseguinte, sempre que os alimentos no silo tenham de ser amostrados e não exista possibilidade de mover a remessa, é estabelecido um acordo com o operador no sentido de informar o inspetor sobre o momento em que o silo será descarregado, parcial ou completamente, para que possa ser realizada uma amostragem dinâmica dos alimentos.

L.5.2.2. Silos não acessíveis pelo topo (silos fechados) com uma dimensão < 100 toneladas

Ao contrário do disposto no ponto L.1 (parte incluída na amostra, pelo menos, 10 %), o procedimento de amostragem consiste na introdução num recipiente de uma quantidade de 50 a 100 kg e a colheita da amostra do mesmo. A dimensão da amostra global corresponde ao conjunto do lote e o número de amostras elementares é determinado em função da quantidade de alimentos libertada do silo para o recipiente de amostragem.

L.6. **Amostragem de alimentos a granel em contentores grandes fechados**

Muitas vezes, estes lotes só podem ser amostrados quando descarregados. Em determinados casos, não é possível proceder à descarga no ponto de importação ou de controlo, devendo a amostragem ter lugar quando os contentores são descarregados. O operador tem de informar o inspetor sobre o local e a hora de descarga dos recipientes.

▼**M2**

M. MÉTODO DE AMOSTRAGEM DE SUPLEMENTOS ALIMENTARES À BASE DE ARROZ FERMENTADO COM LEVEDURA VERMELHA *MONASCUS PURPUREUS*

Este método de amostragem é aplicável ao controlo oficial do teor máximo estabelecido para a citrinina em suplementos alimentares à base de arroz fermentado com levedura vermelha *Monascus purpureus*.

Procedimento de colheita de amostras e dimensão da amostra

O processo de amostragem assenta no pressuposto de que os suplementos alimentares à base de arroz fermentado com levedura vermelha *Monascus purpureus* são comercializados em embalagens para venda a retalho que contêm geralmente 30 a 120 cápsulas por embalagem para venda a retalho.

Dimensão do lote (número de embalagens para venda a retalho)	Número de embalagens para venda a retalho a colher para a amostra	Dimensão da amostra
1-50	1	Todas as cápsulas
51-250	2	Todas as cápsulas
251-1 000	4	De cada embalagem para venda a retalho colhida para amostra, metade das cápsulas
> 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 para venda a retalho: por cada embalagem para venda a retalho, metade das cápsulas > 10 embalagens para venda a retalho: por cada embalagem para venda a retalho, é colhido um número igual de cápsulas por forma dar origem a uma amostra contendo o equivalente a cinco embalagens para venda a retalho

▼B

ANEXO II

CRITÉRIOS APLICÁVEIS À PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E AOS MÉTODOS DE ANÁLISE PARA O CONTROLO OFICIAL DOS TEORES DE MICOTOXINAS NOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS

1. INTRODUÇÃO

1.1. **Precauções**

Dado que a distribuição das micotoxinas é, regra geral, heterogénea, as amostras devem ser preparadas, e sobretudo homogeneizadas, com o máximo cuidado.

A amostra completa, tal como é recebida pelo laboratório, deve ser homogeneizada, caso compita ao laboratório efectuar essa homogeneização.

Para a análise das aflatoxinas, convém, na medida do possível, evitar a luz do dia durante a operação, pois a aflatoxina decompõe-se progressivamente sob a influência da luz ultravioleta.

1.2. **Cálculo da proporção de casca/miolo nos frutos de casca rija inteiros**

Os limites fixados para as aflatoxinas pelo Regulamento (CE) n.º 466/2001 aplicam-se à parte comestível. O teor de aflatoxinas da parte comestível pode ser determinado do seguinte modo:

— os frutos de casca rija inteiros constituintes das amostras podem ser descascados e o teor de aflatoxinas analisado na parte comestível,

— o método de preparação da amostra pode aplicar-se ao fruto de casca rija inteiro com a sua casca. O método de amostragem e de análise deve nesse caso incluir a estimativa do peso do miolo do fruto na amostra global. Este valor é estimado mediante a aplicação de um factor adequado que represente a proporção de casca relativamente ao miolo nos frutos inteiros. Essa proporção permite determinar a quantidade de miolo na amostra global utilizada para a preparação e a análise da amostra.

Para esse efeito, retira-se aleatoriamente do lote ou da amostra global uma centena de frutos de casca rija inteiros. Em cada amostra para laboratório, a proporção pode ser obtida pesando aproximadamente 100 frutos inteiros, retirando-lhes a casca e voltando a pesar as porções de casca e de miolo.

Todavia, a proporção de casca relativamente ao miolo determinada pelo laboratório, para um determinado número de amostras, pode ser tida em conta nos trabalhos de análise efectuados em seguida. No entanto, sempre que uma amostra para laboratório não respeitar um limite fixado, a proporção deve ser determinada, relativamente a essa amostra, pelo processo acima descrito usando os 100 frutos previamente separados.

2. TRATAMENTO DA AMOSTRA RECEBIDA PELO LABORATÓRIO

Cada amostra para laboratório deve ser finamente triturada e cuidadosamente misturada, utilizando-se um método que comprovadamente garanta uma homogeneização completa.

No caso de o nível máximo se aplicar à matéria seca, o teor de matéria seca do produto será determinado numa parte da amostra homogeneizada, mediante um processo que comprovadamente determine com exactidão o teor de matéria seca.

3. AMOSTRAS IDÊNTICAS

As amostras idênticas, destinadas à eventual tomada de medidas de carácter executório, comercial (incluindo acções judiciais) ou procedimentos de arbitragem, devem ser obtidas a partir do material homogeneizado, desde que esse procedimento não infrinja as regras dos Estados-Membros no que respeita aos direitos dos operadores de empresas do sector alimentar.

▼B

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, que os laboratórios devem utilizar:

r = repetibilidade, valor abaixo do qual se pode esperar que o valor absoluto da diferença entre os resultados de dois testes determinados, obtidos em condições de repetibilidade, nomeadamente a mesma amostra, o mesmo operador, os mesmos aparelhos, o mesmo laboratório e um intervalo curto, se situe, dentro de limites específicos de probabilidade (normalmente 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 o valor absoluto da diferença entre os resultados de dois testes determinados, obtidos em condições de reprodutibilidade, nomeadamente com um material idêntico, realizado por operadores de laboratórios diferentes, utilizando o método de ensaio normalizado, se situe, dentro de um certo limite de probabilidade (normalmente 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 $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.

▼M2

4.2. **Requisitos gerais**

Os métodos de análise utilizados para o controlo dos géneros alimentícios devem cumprir as disposições do anexo III, pontos 1 e 2, do Regulamento (CE) n.º 882/2004.

4.3. **Requisitos específicos**

4.3.1. *Requisitos específicos para métodos de confirmação*

4.3.1.1. Critérios de desempenho

Recomenda-se que sejam utilizados, quando adequado e estejam disponíveis, métodos de confirmação plenamente validados (ou seja, métodos validados por ensaio coletivo para a matriz respetiva). Podem igualmente ser utilizados outros métodos de confirmação validados e adequados (por exemplo, métodos validados internamente em matrizes relevantes pertencentes ao grupo de mercadorias pertinente), desde que estes respeitem os critérios de desempenho indicados nos quadros seguintes.

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

▼M2

a) Critérios de desempenho para as aflatoxinas

▼C1

Critério	Gama da concentações	Valor recomendado	Valor máximo autorizado
Em branco	Todas	Negligenciável	—
Recuperação — Aflatoxina M_1	0,01-0,05 µg/kg	60 a 120 %	
	> 0,05 µg/kg	70 a 110 %	
Recuperação — Aflatoxinas B_1, B_2, G_1, G_2	< 1,0 µg/kg	50 a 120 %	
	1-10 µg/kg	70 a 110 %	
	> 10 µg/kg	80 a 110 %	
Reprodutibilidade RSD_R	Todas	Derivada da equação de Horwitz (*)(**)	2 × o valor derivado da equação de Horwitz (*)(**)
A precisão RSD_r pode ser calculada como 0,66 vezes a reprodutibilidade RSD_R na concentração em causa.			

▼M2

Nota:

— Valores a aplicar tanto a B_1 como à soma de $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$
— Se a soma das aflatoxinas individuais $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$ tiver de ser comunicada, a resposta de cada uma delas ao sistema analítico deve ser conhecida ou equivalente.

b) Critérios de desempenho para a ocratoxina A

Teor µg/kg	Ocratoxina A		
	RSD_r %	RSD_R %	Recuperação %
< 1	≤ 40	≤ 60	50 a 120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	70 a 110

c) Critérios de desempenho para a patulina

Teor µg/kg	Patulina		
	RSD_r %	RSD_R %	Recuperação %
< 20	≤ 30	≤ 40	50 a 120
20-50	≤ 20	≤ 30	70 a 105
> 50	≤ 15	≤ 25	75 a 105

d) Critérios de desempenho para o desoxinivalenol

Teor µg/kg	Desoxinivalenol		
	RSD_r %	RSD_R %	Recuperação %
≥ 100-≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 a 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 a 120

▼M2

e) Critérios de desempenho para a zearalenona

Teor µg/kg	Zearalenona		
	RSD_r %	RSD_R %	Recuperação %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 a 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 a 120

f) Critérios de desempenho para as fumonisinas B_1 e B_2 separadamente

Teor µg/kg	Fumonisinas B_1 e B_2, separadamente		
	RSD_r %	RSD_R %	Recuperação %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 a 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 a 110

g) Critérios de desempenho para as toxinas T-2 e HT-2 separadamente

Teor µg/kg	Toxinas T-2 e HT-2, separadamente		
	RSD_r %	RSD_R %	Recuperação %
15-250	≤ 30	≤ 50	60 a 130
> 250	≤ 25	≤ 40	60 a 130

h) Critérios de desempenho para a citrinina

Teor µg/kg	Citrinina			
	RSD_r %	RSD_R % recomendado	RSD_R% máximo permitido	Recuperação %
Todas	0,66 × RSD_R	Derivada da equação de Horwitz (*)(**)	2 × o valor derivado da equação de Horwitz (*)(**)	70 a 120

i) Notas relativas aos critérios de desempenho para as micotoxinas:

— Os limites de deteção dos métodos utilizados não são indicados, visto que os valores relativos à precisão são dados para as concentrações pertinentes.

— Os valores relativos à precisão são calculados com base na equação de Horwitz, em especial, a equação de Horwitz original (equação de Horwitz para concentrações $1{,}2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0{,}138$) (*) e a equação de Horwitz modificada para concentrações $C < 1{,}2 \times 10^{-7}$) (**).

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

$RSD_R = 2^{(1-0.5\log C)}$

(ref.[a]: *W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,1980, 63, 1344*)

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

$RSD_R = 22$ %

(ref.[a]: *M. Thompson, Analyst, 2000, 125, p. 385-386*)

em que:

— RSD_R é o desvio-padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade [(sR/) × 100]

— C é a taxa de concentração (ou seja, 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Trata-se de uma equação geral relativa à precisão, que se considerou ser independente da substância analisada e da matriz, mas dependente apenas da concentração para a maior parte dos métodos de análise de rotina.

▼M2

4.3.1.2. Abordagem «adequação à finalidade»

No que se refere aos métodos validados internamente, pode utilizar-se, como alternativa, uma abordagem «de adequação à finalidade» ([1]) 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 de medição (u) seja inferior à incerteza-padrão de medição máxima, calculada por meio da fórmula seguinte:

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

em que:

— *Uf* representa a incerteza-padrão de medição máxima (μg/kg)

— LOD representa o limite de deteção do método (μg/kg)

— α é um fator numérico constante a utilizar dependendo do valor de C. Os valores a utilizar constam do quadro *infra.*

— C corresponde à concentração pertinente (μg/kg)

Se um método analítico produzir resultados cuja incerteza de medição seja inferior à incerteza-padrão máxima, esse método será considerado tão adequado quanto um método que respeite os critérios de desempenho indicados no ponto 4.3.1.1.

Quadro

Valores numéricos a utilizar para α como constante na fórmula acima indicada, em função da concentração pertinente

C (μg/kg)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
> 10 000	0,1

4.3.2. *Requisitos específicos para métodos de rastreio semiquantitativos*

4.3.2.1. Âmbito de aplicação

O âmbito de aplicação abrange os métodos bioanalíticos baseados em imuno-reconhecimento ou em ligações aos recetores (tais como o teste ELISA, indicadores de nível, dispositivos de fluxo lateral, imunossensores) e métodos físico-químicos baseados em cromatografia ou em deteção direta por espetrometria de massa (por exemplo, espetrometria de massa — MS ambiente). Não estão excluídos outros métodos (por exemplo, cromatografia em camada fina), desde que os sinais emitidos estejam diretamente relacionados com as micotoxinas em causa e permitam que o princípio descrito mais adiante possa ser aplicado.

Os requisitos específicos aplicam-se a métodos cujo resultado de medição é um valor numérico, por exemplo uma resposta (relativa) de um leitor de indicador de nível, um sinal de LC-MS, etc., e a que as estatísticas normais sejam aplicáveis.

Os requisitos não se aplicam a métodos que não tenham como resultado valores numéricos (por exemplo, apenas uma linha que está presente ou ausente), que exigem diferentes abordagens de validação. São apresentados requisitos específicos para estes métodos no ponto 4.3.3.

([1]) Ref.*M. Thompson and R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, 10, p. 471-478.*

▼M2

O presente documento descreve os procedimentos para a validação dos métodos de rastreio através de uma validação interlaboratorial, a verificação do desempenho de um método validado através de um exercício interlaboratorial e a validação de um método de rastreio por um único laboratório.

4.3.2.2. Terminologia

Concentração de rastreio visada (STC): a concentração pertinente para a deteção de micotoxinas numa amostra. Quando o objetivo é o de testar o cumprimento dos valores-limite regulamentares, a STC é igual ao limite máximo aplicável. Para outros fins, ou se não tiver sido estabelecido um limite máximo, a STC é predefinida pelo laboratório.

Método de rastreio: o método utilizado para a seleção das amostras com teores de micotoxinas que excedem a concentração de rastreio visada (STC), com um determinado nível de confiança. Para efeitos de rastreio das micotoxinas, um nível de confiança de 95 % é considerado adequado à finalidade em causa. O resultado da análise de rastreio é «negativo» ou «suspeito». Os métodos de rastreio devem permitir uma boa relação custo-eficácia, aumentando assim a possibilidade de descobrir novos incidentes com elevada exposição e riscos para a saúde dos consumidores. Estes métodos devem ser baseados em métodos bioanalíticos, LC--MS ou HPLC. Os resultados de amostras que excederam o valor-limite devem ser verificados através de uma reanálise completa da amostra original com recurso a um método de confirmação.

«Amostra negativa»: o teor de micotoxinas na amostra é < STC, com um nível de confiança de 95 % (ou seja, existem 5 % de probabilidades de que as amostras sejam incorretamente registadas como negativas).

«Amostra falsa negativa»: o teor de micotoxinas na amostra é > STC, mas foi identificado como negativo.

«Amostra suspeita» (rastreio positivo): a amostra excede o valor-limite (ver *infra*) e o seu teor de micotoxina pode situar-se a um nível superior à STC. Qualquer resultado suspeito desencadeia uma análise de confirmação para uma identificação inequívoca e quantificação da micotoxina.

«Amostra falsa suspeita»: uma amostra negativa que foi identificada como suspeita.

«Métodos de confirmação»: métodos que fornecem indicações completas ou complementares que permitem a identificação e a quantificação inequívoca da micotoxina ao nível pertinente.

Valor-limite: a resposta, a indicação ou concentração, obtida através do método de rastreio, acima da qual a amostra é classificada como «suspeita». O valor-limite é determinado durante a validação e tem em conta a variabilidade da medição.

Amostra de controlo negativo (matriz em branco): uma amostra conhecida como estando isenta ([1]) da micotoxina objeto de rastreio, por exemplo, devido a uma determinação anterior em que se utilizou um método de confirmação com sensibilidade suficiente. Se não podem ser obtidas amostras em branco, pode ser utilizado material com o menor nível alcançável, desde que o nível permita concluir que o método de rastreio é adequado à sua finalidade.

Amostra de controlo positiva: amostra que contém a micotoxina à concentração de rastreio visada (por exemplo, um material de referência certificado, um material com um teor conhecido, um material de testes de aptidão) ou suficientemente caracterizada através de um método de confirmação. Na ausência de qualquer dos métodos *supra,* pode ser utilizada uma mistura de amostras com níveis de contaminação diferentes ou uma amostra enriquecida, elaborada no laboratório e suficientemente caracterizada, desde que se possa provar que o nível de contaminação foi verificado.

([1]) As amostras são consideradas indemnes da substância a analisar se a quantidade presente na amostra não exceder mais de 1/5 da STC. Se o nível puder ser quantificado com um método de confirmação, esse nível deve ser tomado em consideração para a avaliação da validação.

▼M2

4.3.2.3. Processo de validação

O objetivo da validação é demonstrar a adequação do método de rastreio à sua finalidade. Tal é feito por meio da determinação do valor-limite e pela determinação da taxa de falsos negativos e falsos suspeitos. Nestes dois parâmetros, estão incluídas características de desempenho, tais como a sensibilidade, a seletividade e a precisão.

Os métodos de rastreio podem ser validados pela validação interlaboratorial ou por um único laboratório. Se já estiverem disponíveis dados de validação interlaboratorial para uma certa combinação micotoxina/ /matriz/STC, é suficiente a verificação de desempenho do método num laboratório que aplique o método.

4.3.2.3.1. Validação inicial por validação por um único laboratório

Micotoxinas:

A validação deve ser realizada para cada micotoxina separadamente dentro do âmbito de aplicação. No caso dos métodos bioanalíticos que dão uma resposta combinada para um determinado grupo de micotoxinas (por exemplo, as aflotoxinas B_1, B_2, G_1 & G_2 e as fumonisinas B_1 & B_2), a aplicabilidade deve ser demonstrada e as limitações do teste indicadas no âmbito de aplicação do método. Não se considera que a reatividade cruzada indesejável (e.g. DON-3-glicósido, 3- ou 15-acetil-DON para métodos baseados na imunologia para DON) aumente a percentagem de falsos negativos das micotoxinas-alvo, mas pode aumentar a percentagem de falsos suspeitos. Este aumento não desejado será atenuado por análises de confirmação para identificar e quantificar as micotoxinas de forma inequívoca.

Matrizes:

Uma validação inicial deve ser executada para cada mercadoria, ou, quando o método for reconhecidamente aplicável a várias mercadorias, para cada grupo de mercadorias. Neste último caso, é selecionada uma mercadoria representativa e relevante nesse grupo (ver quadro A).

Conjunto de amostras:

O número mínimo de diferentes amostras necessárias para fins de validação são 20 amostras de controlo negativo homogéneas e 20 amostras de controlo positivas homogéneas que contenham a micotoxina na STC, analisadas em condições de precisão intermédia (RSD_{Ri}), ao longo de cinco dias diferentes. Em alternativa, conjuntos suplementares de 20 amostras que contenham micotoxinas a outros níveis podem ser adicionadas ao conjunto de validação para compreender até que ponto o método permite distinguir entre diferentes concentrações de micotoxinas.

Concentração:

Para cada STC a utilizar na aplicação de rotina, tem de ser efetuada uma validação.

4.3.2.3.2. Validação inicial através de testes interlaboratoriais

A validação através de ensaios interlaboratoriais deve ser feita em conformidade com um protocolo internacional reconhecido relativo a testes interlaboratoriais (por exemplo, a norma ISO 5725:1994 ou o Protocolo Internacional Harmonizado da IUPAC), que requer a inclusão de dados válidos de oito diferentes laboratórios, no mínimo. Além disso, a única diferença em comparação com as validações por um único laboratório é que as amostras $\geq$ 20 por produto/nível podem ser equitativamente repartidas entre os laboratórios participantes, com um mínimo de duas amostras por laboratório.

▼M2

4.3.2.4. Determinação do valor-limite e da percentagem de resultados falsos suspeitos das amostras em branco

As respostas (relativas) para as amostras de controlo negativas e positivas são tomadas como base para o cálculo dos parâmetros requeridos.

Métodos de rastreio com uma resposta proporcional à concentração de micotoxinas

Para métodos de rastreio com uma resposta proporcional à concentração de micotoxinas, aplica-se o seguinte:

$$Valor\text{-}limite = R_{STC} - valor\ t_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = resposta média das amostras de controlo positivas (à STC)

valor t: um valor t para uma percentagem de resultados falsos negativos de 5 % (ver quadro B)

SD_{STC} = desvio-padrão

Métodos de rastreio com uma resposta inversamente proporcional à concentração de micotoxinas

De modo similar, para métodos de rastreio com uma resposta inversamente proporcional à concentração de micotoxinas, o valor-limite é determinado da seguinte forma:

$$Valor\text{-}limite = R_{STC} + valor\ t_{0,05} * SD_{STC}$$

Utilizando este valor t específico para estabelecer o valor-limite, a percentagem de resultados falsos negativos é, por defeito, fixada em 5 %.

Avaliação da adequação ao objetivo

Os resultados das amostras de controlo negativas são utilizados para estimar a percentagem correspondente de resultados falsos suspeitos. O valor t é calculado de forma correspondente ao caso em que um resultado de uma amostra de controlo negativo é superior ao valor-limite, sendo, portanto, erradamente classificado como suspeito.

Valor t = (valor-limite — $média_{branco}$)/SD_{branco}Para métodos de rastreio com uma resposta proporcional à concentração de micotoxinas

ou

Valor t = ($média_{branco}$ — valor-limite)/SD_{branco}Para métodos de rastreio com uma resposta inversamente proporcional à concentração de micotoxinas

A partir do valor t obtido, e com base nos graus de liberdade calculados com base no número de experiências, a probabilidade de amostras falsas suspeitas para uma distribuição unicaudal pode ser calculada (por exemplo, função da folha de cálculo «TDIST») ou retirada de um quadro de distribuição-t.

O valor correspondente da distribuição-t unicaudal especifica a percentagem de resultados falsos suspeitos.

Este conceito é descrito em pormenor, com um exemplo, em *Analytical and Bioanalytical Chemistry*: DOI 10.1007/s00216 -013-6922-1.

4.3.2.5. Alargamento do âmbito de aplicação do método

4.3.2.5.1. Alargamento do âmbito de aplicação a outras micotoxinas:

Quando as novas micotoxinas são adicionadas ao âmbito de um dos métodos de rastreio existentes, é necessária uma validação completa para demonstrar a adequação do método.

▼M2

4.3.2.5.2. Extensão a outras mercadorias:

Se o método de rastreio for conhecido ou se preveja que venha a ser aplicável a outras mercadorias, a validade destas outras mercadorias deve ser verificada. Desde que a nova mercadoria pertença a um grupo de mercadorias (ver quadro A) para as quais já foi realizada uma validação inicial, uma validação adicional limitada é suficiente. Para tal, um mínimo de 10 amostras homogéneas de controlo negativas e 10 amostras homogéneas de controlo positivas (à STC) devem ser analisadas em condições de precisão intermédia. As amostras de controlo positivas devem ser superiores ao valor-limite. No caso de este critério não ser preenchido, é exigida uma validação completa.

4.3.2.6. Verificação dos métodos já validados através de testes interlaboratoriais

Para os métodos de rastreio que já tenham sido adequadamente validados por um teste interlaboratorial, deve ser verificado o desempenho do método. Deve ser analisado um mínimo de 6 amostras de controlo negativas e de 6 amostras de controlo positivas (à STC). As amostras de controlo positivas devem ser superiores ao valor-limite. No caso de este critério não estar preenchido, o laboratório tem de efetuar uma análise das causas profundas, a fim de identificar a razão por que não pôde cumprir as especificações obtidas no ensaio interlaboratorial. Só depois de tomar medidas corretivas se deve reexaminar o desempenho do método no respetivo laboratório. Caso o laboratório não seja capaz de verificar os resultados do ensaio interlaboratorial, terá de estabelecer o seu valor-limite numa validação completa por um único laboratório.

4.3.2.7. Método de verificação contínuo/método de validação em curso

Após a validação inicial, os dados de validação adicionais são obtidos incluindo, pelo menos, duas amostras de controlo positivas para cada lote de amostras objeto de rastreio. Uma amostra de controlo positiva é uma amostra conhecida (por exemplo, utilizada durante a validação inicial), a outra é um produto diferente do mesmo grupo de mercadorias (no caso de ser analisada apenas uma mercadoria, é utilizada uma amostra diferente dessa mercadoria em seu lugar). A inclusão de uma amostra de controlo negativa é facultativa. Os resultados obtidos para as duas amostras de controlo positivas são acrescentados ao conjunto de validação existente.

Pelo menos uma vez por ano, o valor-limite e a validade do método são reapreciados. O método verificação contínua serve diversos objetivos:

— Controlo de qualidade para o lote de amostras rastreado

— Fornecimento de informações sobre a solidez do método nas condições do laboratório que aplica o método

— Justificação da aplicabilidade do método a diferentes mercadorias

— Possibilidade de ajustar os valores-limite em caso de dispersão gradual ao longo do tempo.

4.3.2.8. Relatório de validação

O relatório de validação deve conter:

— Uma declaração sobre a STC

— Uma declaração sobre o valor-limite obtido.

▼M2

Nota: O valor-limite deve ter o mesmo número de algarismos significativos que a STC. Os valores numéricos a utilizar para calcular o valor-limite precisam, pelo menos, de mais um algarismo significativo do que a STC.

— Uma declaração sobre a percentagem calculada de falsos suspeitos

— Uma declaração sobre a forma como foi gerada a percentagem de falsos suspeitos.

Nota: A declaração sobre o cálculo da percentagem de falsos suspeitos indica se o método é adequado à sua finalidade, tal como indica o número de amostras em branco (ou com reduzida contaminação) que serão sujeitas a verificação.

Quadro A

Grupos de mercadorias para a validação de métodos de rastreio

Grupos de mercadorias	Categorias de mercadorias	Mercadorias típicas representativas incluídas na categoria
Elevado teor de água	Sumos de fruta	Sumo de maçã, sumo de uva
	Bebidas alcoólicas	Vinho, cerveja, sidra
	Raízes e tubérculos	Gengibre fresco
	Cereais ou purés à base de fruta	Purés destinados a lactentes ou crianças jovens
Elevado teor de óleo	Frutos de casca rija	Avelãs, nozes comuns, castanhas
	Sementes oleaginosas e seus produtos	Colza, girassol, algodão, soja, amendoim, sésamo, etc.
	Frutos e produtos oleaginosos	Óleos e pastas (por ex., manteiga de amendoim, *tahina*)
Elevado teor de amido e/ou de proteínas e baixo teor de água e de matéria gorda	Sementes ou frutos oleaginosos e seus produtos	Trigo, centeio, cevada, arroz, milho, arroz, pão integral, pão branco, bolachas salgadas (*crackers*), cereais de pequeno-almoço, massas
	Produtos dietéticos	Produtos em pó secos para a preparação de alimentos para lactentes e crianças jovens
Elevado teor de ácidos e elevado teor de água (*)	Produtos de citrinos	
«Mercadorias difíceis ou únicas» (**)		Cacau em grão e seus produtos, copra e seus produtos Café, chá Especiarias, alcaçuz
Elevado teor de açúcar, baixo teor de água	Frutos secos	Figos, uvas, passas, sultanas
Leite e produtos lácteos	Leite	Leite de vaca, ovelha ou búfala
	Queijo	Leite de vaca ou de ovelha
	Produtos lácteos (por exemplo, leite em pó)	Iogurte, natas

(*) Se for utilizado um tampão para estabilizar as alterações do pH durante a fase da extração, este grupo de mercadorias pode ser fundido num só grupo de mercadorias com «Elevado teor de água».

(**) As «mercadorias difíceis ou únicas» só devem ser plenamente validadas se forem frequentemente analisadas. Se forem analisadas apenas ocasionalmente, a validação pode ser reduzida a um mero controlo dos níveis declarados utilizando extratos em branco enriquecidos.

▼M2

Quadro B

Valor t unicaudal para uma percentagem de 5 % de falsos negativos

Graus de liberdade	Número de repetições	Valor t (5 %)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782
13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

4.3.3. *Requisitos para métodos de rastreio qualitativos (métodos de que não resultam valores numéricos)*

O desenvolvimento de orientações de validação para métodos de testes binários é atualmente objeto de vários organismos de normalização (por exemplo, AOAC, ISO). Muito recentemente a AOAC elaborou uma diretriz sobre esta matéria. O presente documento pode ser considerado como o estado atual da técnica neste domínio. Por conseguinte, os métodos que dão resultados binários (p. ex., inspeção visual de testes de nível) devem ser validados de acordo com a presente orientação:

http://www.aoac.org/imis15_prod/AOAC_Docs/ISPAM/Qual_Chem_Guideline_Final_Approved_031412.pdf

4.4. **Estimativa da incerteza de medição, cálculo da recuperação e registo dos resultados** ([1])

([1]) Informações mais detalhadas sobre os procedimentos destinados a estimar a incerteza de medição e a avaliar a recuperação podem ser consultados no «*Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation*» — http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

▼M2

4.4.1. *Métodos de confirmação*

O resultado analítico deve ser registado do seguinte modo:

a) Corrigido em função da recuperação, indicando-se o nível de recuperação. Se a percentagem de recuperação se situar entre 90 % e 110 % não é necessário efetuar a correção;

b) Como «x +/– U», em que «x» é o resultado analítico e «U» é a incerteza da medição expandida, utilizando um fator de expansão de 2, que permite obter um nível de confiança de cerca de 95 %.

Para os alimentos de origem animal, a incerteza de medição pode também ser levada em linha de conta através do estabelecimento do limite de decisão (CCα), em conformidade com a Decisão 2002/657/CE da Comissão ([1]) (ponto 3.1.2.5 do anexo I — o caso das substâncias relativamente às quais não se encontre definido um limite permitido).

Todavia, se o resultado da análise for significativamente inferior (> 50 %) ao nível máximo ou muito superior ao nível máximo (por exemplo, mais de cinco vezes o nível máximo) e na condição de terem sido aplicados os procedimentos de qualidade adequados e de que a análise sirva apenas o propósito de verificar o cumprimento das disposições, o resultado analítico pode ser notificado sem correção de recuperação, podendo omitir-se, nestes casos, o registo da percentagem de recuperação e da incerteza de medição.

As presentes regras de interpretação do resultado analítico, tendo em vista a aceitação ou rejeição do lote, aplicam-se ao resultado analítico obtido com a amostra para controlo oficial. Nos casos em que se efetuem análises para efeitos de defesa ou procedimentos de arbitragem, aplicam-se as normas nacionais.

4.4.2. *Métodos de rastreio*

O resultado do rastreio deve ser expresso como conforme ou como suspeito de não conformidade.

«Suspeito de não conformidade»: a amostra excede o valor-limite e o seu teor da micotoxina pode ser superior à STC. Qualquer resultado suspeito desencadeia uma análise de confirmação para uma identificação inequívoca e quantificação da micotoxina.

«*Conforme*»: o teor de micotoxina na amostra é < STC, com um nível de confiança de 95 % (ou seja, existem 5 % de probabilidades de que as amostras sejam incorretamente registadas como negativas). O resultado analítico é indicado como «< nível de STC» com o nível de STC especificado.

▼B

4.5. **Normas de qualidade aplicáveis aos laboratórios**

Os laboratórios devem cumprir o disposto no artigo 12.º do Regulamento (CE) n.º 882/2004 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 ([2]).

([1]) Decisão 2002/657/CE da Comissão, de 14 de agosto de 2002, que dá execução à Diretiva 96/23/CE do Conselho relativamente ao desempenho de métodos analíticos e à interpretação de resultados (JO L 221 de 17.8.2002, p. 8).

([2]) Ver igualmente as medidas transitórias previstas no artigo 18.º do Regulamento (CE) n.º 2076/2005 da Comissão, de 5 de Dezembro de 2005, que estabelece disposições transitórias de execução dos Regulamentos (CE) n.º 853/2004, (CE) n.º 854/2004 e (CE) n.º 882/2004 do Parlamento Europeu e do Conselho e que altera os Regulamentos (CE) n.º 853/2004 e (CE) n.º 854/2004 (JO L 338 de 22.12.2005, p. 83).