# REGULAMENTO (CE) N.º 627/2006 DA COMISSÃO

## de 21 de Abril de 2006

## que dá execução ao Regulamento (CE) n.º 2065/2003 do Parlamento Europeu e do Conselho no que diz respeito aos critérios de qualidade aplicáveis aos métodos analíticos validados para a amostragem, identificação e caracterização de produtos de fumo primários

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Europeia,

Tendo em conta o Regulamento (CE) n.º 2065/2003 do Parlamento Europeu e do Conselho, de 10 de Novembro de 2003, relativo aos aromatizantes de fumo utilizados ou destinados a serem utilizados nos ou sobre os géneros alimentícios [1], nomeadamente o n.º 3 do artigo 17.º,

Considerando o seguinte:

(1) O Regulamento (CE) n.º 2065/2003 estabelece disposições relativas à elaboração de uma lista de produtos primários autorizados para utilização, enquanto tal, nos ou sobre os géneros alimentícios e para a produção de aromatizantes de fumo para utilização nos ou sobre os géneros alimentícios na Comunidade. Esta lista, entre outros elementos, deverá conter, de forma clara, a descrição e a caracterização de cada produto primário.

(2) Para a avaliação científica, são necessárias informações pormenorizadas sobre a composição química qualitativa e quantitativa do produto primário. As porções não identificadas, ou seja, a quantidade de substâncias cuja estrutura química é desconhecida, devem ser tão reduzidas quanto possível.

(3) Por conseguinte, é necessário estabelecer os critérios mínimos de desempenho, neste contexto referidos como critérios de qualidade, que o método de análise deve respeitar de modo a garantir que os laboratórios utilizem métodos com o nível de desempenho necessário.

(4) Os géneros alimentícios fumados, de um modo geral, suscitam preocupação a nível da saúde, nomeadamente no que se refere à eventual presença de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (HAP).

(5) Quem pretenda colocar produtos primários no mercado deve apresentar todas as informações necessárias para a avaliação de segurança. Estas informações devem incluir uma proposta de método validado para a amostragem, identificação e caracterização do produto primário.

(6) O Regulamento (CE) n.º 882/2004 do Parlamento Europeu e do Conselho, de 29 de Abril de 2004, relativo aos controlos oficiais realizados para assegurar a verificação do cumprimento da legislação relativa aos alimentos para animais e aos géneros alimentícios e das normas relativas à saúde e ao bem-estar dos animais [2], estabelece os requisitos gerais aplicáveis aos métodos de amostragem e análise.

(7) Num parecer sobre os riscos para a saúde humana dos HAP nos alimentos, emitido em 4 de Dezembro de 2002 [3], o Comité Científico da Alimentação Humana (CCAH) nomeou 15 HAP como potencialmente genotóxicos e cancerígenos para o ser humano. Estes representam um grupo prioritário na avaliação do risco dos efeitos adversos para a saúde a longo prazo após a ingestão por via alimentar de HAP. Por conseguinte, a sua presença nos produtos primários deve ser analisada.

(8) O Instituto de Materiais e Medições de Referência (IRMM), do Centro Comum de Investigação da Comissão, realizou estudos colectivos para analisar a composição química dos produtos primários e para quantificar a concentração dos 15 HAP nos referidos produtos. Os resultados desses ensaios estão publicados em parte no *Report on the Collaborative Trial for Validation of two Methods for the Quantification of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Primary Smoke Condensates* [4] (relatório sobre o ensaio colectivo para a validação de dois métodos para a quantificação de hidrocarbonetos aromáticos policíclicos em condensados de fumo primários).

(9) Para descrever a precisão do método, é necessário estabelecer o desvio-padrão da repetibilidade, como definido na norma ISO 5725-1 [5]. Este deve ser estimado utilizando dados de um exercício de validação por um único laboratório tendo por resultado o valor $S_i$, como descrito nas directrizes harmonizadas relativas à validação de métodos de análise para um único laboratório [6], ou de um ensaio colectivo tendo por resultado os valores $S_r$ e $S_R$, em conformidade com o protocolo para a concepção, realização e interpretação de estudos de desempenho de métodos [7].

[1] JO L 309 de 26.11.2003, p. 1.

[2] JO L 191 de 28.5.2004, p. 1.

[3] SCF/CS/CNTM/PAH/29 Final, 4 de Dezembro de 2002.

[4] EU-Report LA-NA-21679-EN-C, ISBN 92-894-9629-0.

[5] ISO5725-1: *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions* [Exactidão (Rigor e Precisão) dos Métodos e Resultados da Medição — Parte 1: Princípios gerais e definições]. 1994: Genève.

[6] Thompson, M., S.L.R. Ellison, and R. Wood, *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis. Pure and Applied Chemistry*, 2002. **74**(5): p. 835-855.

[7] Horwitz, W., *Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies. Pure and Applied Chemistry*, 1995. **67**(2): p. 331-343.

(10) A completa validação dos métodos de análise da composição dos produtos primários, com a identificação de um máximo de compostos, não é exequível. O elevado número de substâncias a analisar representa uma quantidade incalculável de trabalho, sendo por isso impraticável. No entanto, se se utilizar a espectrometria de massa para a detecção de compostos, os espectros de massa resultantes podem ser comparados como os dados publicados [1] ou com as bibliotecas de espectros de massa, podendo ser realizada uma tentativa de identificação dos compostos.

(11) Com base nos resultados obtidos a partir do estudo de validação interlaboratorial sobre os HAP e na sequência da Decisão 2002/657/CE da Comissão [2], foram propostos critérios mínimos de qualidade para cada método analítico adequado para a determinação dos HAP em todos os produtos primários.

(12) Em conformidade com a recomendação contida nas *International Harmonized Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement* (directrizes internacionais harmonizadas para a utilização da informação relativa à recuperação em medições analíticas), elaboradas pela ISO, pela IUPAC e pela AOAC, os resultados analíticos devem ser corrigidos em função da recuperação.

(13) A Autoridade Europeia para a Segurança dos Alimentos prestou assistência científica e técnica para a elaboração de critérios de qualidade aplicáveis aos métodos validados para a identificação e caracterização de produtos de fumo primários, definidos no presente regulamento.

(14) Os critérios de qualidade podem ser adaptados, a fim de ter em conta os progressos científicos e técnicos.

(15) As medidas previstas no presente regulamento estão em conformidade com o parecer do Comité Permanente da Cadeia Alimentar e da Saúde Animal,

ADOPTOU O PRESENTE REGULAMENTO:

*Artigo 1.º*

Os critérios de qualidade aplicáveis aos métodos analíticos validados para a amostragem, identificação e caracterização de produtos de fumo primários, como se refere no ponto 4 do anexo II do Regulamento (CE) n.º 2065/2003, são os estabelecidos no anexo do presente regulamento.

*Artigo 2.º*

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

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

Feito em Bruxelas, em 21 de Abril de 2006.

*Pela Comissão*
Markos KYPRIANOU
*Membro da Comissão*

[1] http://www.irmm.jrc.be/html/activities/intense_sweeteners_and_smoke_flavourings/liquid_smoke_components.xls
Faix, O., *et al.*, Holz als Roh- & Werkstoff, 1991. **49**: p. 213-219.
Faix, O., *et al.*, Holz als Roh- & Werkstoff, 1991. **49**: p. 299-304.
Faix, O., D. Meier, and I. Fortmann, Holz als Roh- & Werkstoff, 1990. **48**: p. 281-285.
Faix, O., D. Meier, and I. Fortmann, Holz als Roh- & Werkstoff, 1990. **48**: p. 351-354.

[2] JO L 221 de 17.8.2002, p. 8. Decisão com a última redacção que lhe foi dada pela Decisão 2004/25/CE (JO L 6 de 10.1.2004, p. 38).

*ANEXO*

**Critérios de qualidade aplicáveis aos métodos analíticos validados para a amostragem, identificação e caracterização de produtos de fumo primários**

1. **Amostragem**

A exigência de base é a obtenção de uma amostra para laboratório representativa e homogénea.

O analista deve garantir que as amostras não sejam contaminadas aquando da sua preparação. Os recipientes têm de ser lavados com acetona ou hexano de elevado grau de pureza (P.A., grau HLPC ou equivalente) antes da sua utilização, por forma a limitar ao mínimo os riscos de contaminação. Sempre que possível, o equipamento que entra em contacto com as amostras deve ser de material inerte, por exemplo, vidro ou aço inoxidável polido. Os plásticos do tipo polipropileno devem evitar-se, uma vez que a substância em análise pode ser adsorvida por estes materiais.

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

Existem diversos procedimentos específicos satisfatórios que podem ser utilizados na preparação das amostras.

2. **Identificação e caracterização**

2.1. *Definições*

Para efeitos do disposto no presente anexo, entende-se por:

Massa sem solvente: A massa do material depois de feita abstracção do solvente, que é normalmente água.

Fracção volátil: A parte da massa sem solvente, que é volátil e analisável por cromatografia em fase gasosa.

Identificação do produto primário: Os resultados de uma análise descritiva, que identifica as substâncias presentes no produto primário.

Caracterização do produto primário: A identificação das principais fracções físico-químicas, bem como quantificação e identificação dos constituintes químicos.

LOQ: Limite de quantificação.

LOD: Limite de detecção.

$S_i$: O desvio-padrão para um único laboratório, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade definidas na norma ISO 5725-1 ([1]) [= desvio-padrão da repetibilidade estimado a partir de um método de laboratório único em conformidade com as directrizes harmonizadas relativas à validação de métodos de análise para um único laboratório ([2])].

$S_r$: O desvio-padrão médio intralaboratorial, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade definidas na norma ISO 5725-1 ([1]) num ensaio colectivo com, pelo menos, oito laboratórios, realizado em conformidade com o protocolo para a concepção, realização e interpretação de estudos de desempenho de métodos ([3]).

$S_R$: O desvio-padrão interlaboratorial, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade definidas na norma ISO 5725-1 ([1]) e de acordo com o protocolo para a concepção, realização e interpretação de estudos de desempenho de métodos ([3]).

$RSD_i$: O desvio-padrão relativo da repetibilidade para um único laboratório ($S_i$ expresso em percentagem do valor medido).

$RSD_r$: O desvio-padrão relativo médio da repetibilidade ($S_r$ expresso em percentagem do valor medido).

$RSD_R$: O desvio-padrão relativo da repetibilidade ($S_R$ expresso em percentagem do valor medido).

([1]) ISO 5725-1: *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*. Genève, 1994.
([2]) Thompson, M., S.L.R. Ellison, and R. Wood, *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis*. Pure and Applied Chemistry, 2002. **74**(5): p. 835-855.
([3]) Horwitz, W., *Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies*. Pure and Applied Chemistry, 1995. **67**(2): p. 331-343.

2.2. *Requisitos*

Sem prejuízo do artigo 11.º do Regulamento (CE) n.º 882/2004, o método validado para a identificação e caracterização a escolher pelo laboratório deve respeitar os critérios de qualidade indicados nos quadros 1 e 2.

*Quadro 1:*

**critérios de qualidade para os métodos de identificação e quantificação dos constituintes químicos na massa sem solvente e na fracção volátil dos produtos primários**

| Parâmetro | Valor/Comentário |
|---|---|
| Massa sem solvente | Identificar e quantificar, pelo menos, 50 % em massa |
| Fracção volátil | Identificar e quantificar, pelo menos, 80 % em massa |

*Quadro 2:*

**critérios de qualidade mínimos para o método de análise dos hidrocarbonetos aromáticos policíclicos (HAP)**

| HAP a analisar | $RSD_i$ (*) | $RSD_r$ (*) | $RSD_R$ (*) | LOD (***) | LOQ (***) | Gama analítica (***) | Recuperação (*) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | % | % | % | µg/kg | µg/kg | µg/kg | % |
| benzo[*a*]pireno | 20 | 20 | 40 | 1,5 | 5,0 | 5,0-15 | 75-110 |
| benzo[*a*]antraceno | 20 | 20 | 40 | 3,0 | 10 | 10-30 | 75-110 |
| ciclopenta[*cd*]pireno (**)<br>dibenzo[*a,e*]pireno (**)<br>dibenzo[*a,i*]pireno (**)<br>dibenzo[*a,h*]pireno (**) | 35 | 35 | 70 | 5,0 | 15 | 15-45 | 50-110 |
| criseno<br>5-metilcriseno<br>benzo[*b*]fluoranteno<br>benzo[*j*]fluoranteno<br>benzo[*k*]fluoranteno<br>indeno[123-*cd*]pireno<br>dibenzo[*a,h*]antraceno<br>benzo[*ghi*]perileno<br>dibenzo[*a,l*]pireno | 25 | 25 | 50 | 5,0 | 15 | 10-30 | 60-110 |

(*) Em toda a gama analítica.
(**) Os valores $RSD_i$, $RSD_r$ e $RSD_R$ são relativamente elevados devido à baixa estabilidade das substâncias a analisar no condensado de fumo primário.
(***) Corrigido em função da recuperação.