Este documento constitui um instrumento de documentação e não vincula as instituições

►**B**

DIRECTIVA 2001/22/CE DA COMISSÃO

de 8 de Março de 2001

que estabelece os métodos de colheita de amostras e de análise para o controlo oficial dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio e 3-MCPD presentes nos géneros alimentícios

(Texto relevante para efeitos do EEE)

(JO L 77 de 16.3.2001, p. 14)

Alterada por:

		Jornal Oficial		
		n.º	página	data
►**M1**	Decisão 2001/873/CE da Comissão de 4 de Dezembro de 2001	L 325	34	8.12.2001

▼B

DIRECTIVA 2001/22/CE DA COMISSÃO

de 8 de Março de 2001

que estabelece os métodos de colheita de amostras e de análise para o controlo oficial dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio e 3--MCPD presentes nos géneros alimentícios

(Texto relevante para efeitos do EEE)

A COMISSÃO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Europeia,

Tendo em conta a Directiva 85/591/CEE do Conselho, de 20 de Dezembro de 1985, relativa à introdução de modos de colheita de amostras e de métodos de análise comunitários para o controlo dos géneros destinados à alimentação humana [1], e, nomeadamente, o seu artigo 1.º,

Considerando o seguinte:

(1) O Regulamento (CEE) n.º 315/93 do Conselho, de 8 de Fevereiro de 1993, que estabelece procedimentos comunitários para os contaminantes presentes nos géneros alimentícios [2], prevê que, a fim de proteger a saúde pública, devem ser fixados teores máximos para certos contaminantes presentes nos géneros alimentícios.

(2) O Regulamento (CE) n.º 466/2001 da Comissão, de 8 de Março de 2001, que fixa os teores máximos de certos contaminantes presentes nos géneros alimentícios [3], estabelece teores máximos, nomeadamente para o chumbo, o cádmio, o mercúrio e o 3--monocloropropano-1,2-diol (3-MCPD), nos géneros alimentícios e faz referência às medidas que estabelecem os métodos de colheita de amostras e de análise a utilizar.

(3) A Directiva 89/397/CEE do Conselho, de 14 de Junho de 1989, relativa ao controlo oficial dos géneros alimentícios [4], estabelece os princípios gerais para o exercício do controlo dos géneros alimentícios. A Directiva 93/99/CEE do Conselho, de 29 de Outubro de 1993, relativa a medidas adicionais respeitantes ao controlo oficial dos géneros alimentícios [5], introduziu um sistema de normas de qualidade para os laboratórios encarregues pelos Estados-Membros do controlo oficial dos géneros alimentícios.

(4) A colheita de amostras desempenha um papel muito importante na obtenção de resultados representativos para a determinação dos teores de contaminantes, que se podem apresentar distribuídos de forma muito heterogénea nos lotes.

(5) A Directiva 85/591/CEE estabeleceu os critérios gerais para os métodos de colheita de amostras e análise mas, em certos casos, tornam-se necessários critérios mais específicos a fim de assegurar que os laboratórios encarregues dos controlos utilizem métodos de análise com um nível de eficácia comparável.

(6) As disposições relativas aos métodos de colheita de amostras e de análise são estabelecidas com base nos conhecimentos actuais e poderão ser adaptadas à evolução dos conhecimentos científicos e técnicos.

(7) As medidas previstas na presente directiva estão em conformidade com o parecer do Comité Permanente dos Géneros Alimentícios,

---

[1] JO L 372 de 31.12.1985, p. 50.
[2] JO L 37 de 13.2.1993, p. 1.
[3] Ver página 1 do presente Jornal Oficial.
[4] JO L 186 de 30.6.1989, p. 23.
[5] JO L 290 de 24.11.1993, p. 14.

▼B

ADOPTOU A PRESENTE DIRECTIVA:

Artigo 1.º

Os Estados-Membros tomarão todas as medidas necessárias para assegurar que as colheitas de amostras para o controlo oficial dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio e 3-MCPD nos géneros alimentícios sejam efectuadas em conformidade com os métodos descritos no anexo I da presente directiva.

Artigo 2.º

Os Estados-Membros tomarão todas as medidas necessárias para assegurar que a preparação da amostra e os métodos de análise utilizados para o controlo oficial dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio e 3-MCPD nos géneros alimentícios satisfaçam os critérios descritos no anexo II da presente directiva.

Artigo 3.º

Os Estados-Membros porão em vigor as disposições legislativas, regulamentares e administrativas necessárias para dar cumprimento à presente directiva, o mais tardar, em ►**M1** 5 de Abril de 2002 ◄. Do facto informarão imediatamente a Comissão.

Sempre que os Estados-Membros adoptarem tais disposições, estas deverão incluir uma referência à presente directiva ou ser acompanhadas dessa referência aquando da sua publicação oficial. As modalidades dessa referência serão adoptadas pelos Estados-Membros.

Artigo 4.º

A presente directiva entra em vigor no vigésimo dia seguinte ao da sua publicação no *Jornal Oficial das Comunidades Europeias*.

Os Estados-Membros são os destinatários da presente directiva.

▼B

ANEXO I

MÉTODOS DE COLHEITA DE AMOSTRAS PARA O CONTROLO OFICIAL DOS TEORES DE CHUMBO, CÁDMIO, MERCÚRIO E 3--MCPD EM DETERMINADOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS

1. OBJECTIVO E ÂMBITO DE APLICAÇÃO

As amostras destinadas ao controlo oficial dos teores de chumbo, cádmio, mercúrio e 3-MCPD em géneros alimentícios devem ser colhidas em conformidade com os métodos a seguir indicados. As amostras globais assim obtidas devem ser consideradas representativas dos lotes ou dos sublotes de onde provêm. A observância dos teores máximos estabelecidos no Regulamento (CE) n.º 466/2001 será fixada com base nos teores determinados nas amostras para laboratório.

2. DEFINIÇÕES

Lote:	uma quantidade identificável dum 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. No caso do peixe, o respectivo tamanho deve ser também comparável.
Sublote:	parte designada de um grande lote para efeitos da aplicação do método de colheita de amostras a essa parte designada. Cada sublote deve ser fisicamente separado e identificável.
Amostra elementar:	quantidade de material colhido num só ponto do lote ou do sublote.
Amostra global:	a totalidade das amostras elementares colhidas no lote ou no sublote.
Amostra para laboratório:	amostra destinada ao laboratório.

3. DISPOSIÇÕES GERAIS

3.1. **Pessoal**

A colheita de amostras deve ser efectuada por uma pessoa autorizada e qualificada para esse efeito, tal como especificado pelo Estado-Membro.

3.2. **Produto a amostrar**

Todos os lotes a analisar devem ser amostrados separadamente.

3.3. **Precauções a tomar**

Durante a colheita de amostras e a preparação das amostras para laboratório, devem ser tomadas precauções para evitar qualquer alteração que possa fazer variar o teor de chumbo, cádmio, mercúrio e 3-MCPD, ou afectar as análises ou a representatividade da amostra global.

3.4. **Amostras elementares**

Na medida do possível, as amostras elementares devem ser colhidas em diversos pontos do lote ou do sublote. Todas as derrogações dessa regra devem ser assinaladas no registo previsto no ponto 3.8.

3.5. **Preparação da amostra global**

A amostra global é obtida através da mistura das amostras elementares. Deve ter uma massa mínima de 1 kg, a menos que isso não seja viável, por exemplo quando a amostra consiste numa única embalagem.

▼B

3.6. **Subdivisão da amostra global em amostras para laboratório para efeitos de aplicação de medidas executórias de acções em matéria comercial e de processos de arbitragem**

As amostras para laboratório destinadas a aplicação de medidas executórias de acções em matéria comercial e de processos de arbitragem são colhidas das amostras globais homogeneizadas, desde que esse processo esteja em conformidade com as disposições legais em vigor no Estado-Membro. A dimensão das amostras de laboratório para efeitos de medidas executórias deve ser suficiente para, no mínimo, permitir análises em duplicado.

3.7. **Acondicionamento e envio das amostras globais para laboratório**

Colocar cada amostra global e laboratorial num recipiente limpo, de material inerte, protegendo-a adequadamente de qualquer possível contaminação, da perda de material para análise por adsorção na parede interna do recipiente ou de danos durante o transporte. Tomar igualmente todas as precauções necessárias para evitar qualquer modificação da composição da amostra global e laboratorial susceptível de ocorrer durante o transporte ou a armazenagem.

3.8. **Selagem e rotulagem das amostras globais para laboratório**

Cada amostra oficial será selada no local de colheita e identificada segundo as prescrições em vigor nos Estados-Membros. Para cada colheita de amostra, elaborar um registo que permita identificar sem ambiguidade o lote amostrado e indicar a data e o local da colheita, bem como qualquer informação suplementar que possa ser útil ao analista.

4. PLANOS DE COLHEITA DE AMOSTRAS

Idealmente, a colheita de amostras deve ocorrer no ponto em que a mercadoria entra na cadeia alimentar e em que um lote distinto se torna identificável. O método de colheita de amostras aplicado deve assegurar que a amostra global seja representativa do lote a controlar.

4.1. **Número de amostras elementares**

No caso de produtos líquidos para os quais se possa assumir uma distribuição homogénea do contaminante em causa num determinado lote, é suficiente a colheita de uma única amostra elementar por lote, constituindo a amostra global. Deve ser feita uma referência ao número do lote. Os produtos líquidos que contenham proteínas vegetais hidrolisadas (PVH) ou molho de soja líquido devem ser bem agitados ou homogeneizados por outros meios adequados antes de se proceder à colheita da amostra elementar.

Para outros produtos, o número mínimo de amostras elementares a colher do lote é o indicado no quadro 1. As amostras elementares devem ter peso semelhante. Todas as derrogações dessa regra devem ser assinaladas no registo previsto no ponto 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
< 50	3
50 a 500	5
> 500	10

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

Quadro 2: Número de embalagens (amostras elementares) a colher para formar a amostra global caso o lote consista em embalagens individuais

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

▼B

Número de embalagens ou unidades no lote	Número de embalagens ou unidades a colher
> 100	cerca de 5 %, no máximo 10 embalagens ou unidades

5. CONFORMIDADE DO LOTE OU DO SUBLOTE COM AS ESPECIFICAÇÕES

O laboratório de controlo deve analisar a amostra de laboratório para efeitos de medidas executórias através de, pelo menos, duas análises independentes, calculando a média dos resultados. O lote é aceite se a média estiver em conformidade com o respectivo nível máximo tal como estabelecido no Regulamento (CE) n.º 466/2001. Rejeita-se o lote caso a média exceda o respectivo nível máximo.

▼B

ANEXO II

PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS E CRITÉRIOS PARA OS MÉTODOS DE ANÁLISE UTILIZADOS NO CONTROLO OFICIAL DOS TEORES DE CHUMBO, CÁDMIO, MERCÚRIO E 3-MCPD EM DETERMINADOS GÉNEROS ALIMENTÍCIOS

1. INTRODUÇÃO

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

2. PROCEDIMENTOS ESPECÍFICOS DE PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA AS DETERMINAÇÕES DE CHUMBO, CÁDMIO E MERCÚRIO

Existem muitos procedimentos específicos satisfatórios para a preparação das amostras que podem ser utilizados para os produtos em causa. Consideram-se satisfatórios os que se encontram descritos no projecto de norma CEN «Géneros alimentícios — Determinação de elementos vestigiais — Critérios de desempenho e considerações gerais» ([a]) sem prejuízo de outros poderem ser igualmente válidos.

Qualquer que seja o procedimento utilizado, devem ter-se em conta os seguintes pontos:

— moluscos bivalves, crustáceos e pequenos peixes: quando estes são normalmente comidos inteiros, as vísceras devem ser incluídas no material a analisar,

— produtos hortícolas: só se deve analisar a parte comestível, tendo em conta as exigências do Regulamento (CE) n.º 466/2001.

3. MÉTODO DE ANÁLISE A UTILIZAR PELO LABORATÓRIO E REQUISITOS DE CONTROLO DO LABORATÓRIO

3.1. **Definições**

Algumas das definições mais frequentemente utilizadas que os laboratórios deverão utilizar são as seguintes:

r =	repetibilidade, valor abaixo do qual se pode esperar que a diferença absoluta entre os resultados de dois testes determinados obtidos em condições de repetibilidade (isto é, mesma amostra, mesmo operador, mesmo equipamento, mesmo laboratório e num curto intervalo de tempo) se situe dentro dos limites da probabilidade específica (em princípio 95 %), sendo $r = 2{,}8 \times s_r$.
s_r =	desvio padrão calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade.
RSD_r =	desvio padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade $[(sr/\bar{x}) \times 100]$, fórmula na qual $\bar{x}$ representa a média dos resultados de todos os laboratórios e amostras.
R =	reprodutibilidade, valor abaixo do qual se pode esperar que a diferença absoluta entre os resultados de testes individuais obtidos em condições de reprodutibilidade (isto é, com um material idêntico obtido pelos operadores de diferentes laboratórios utilizando o método de ensaio normalizado) se situe dentro de um certo limite de probabilidade (em princípio 95 %); $R = 2{,}8 \times s_R$.
s_R =	desvio padrão calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade.
RSD_R =	desvio padrão relativo calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade $[(sR/\bar{x}) \times 100]$.
$HORRAT_r$ =	o valor observado de RSD_r dividido pelo valor de RSD_r estimado a partir da equação de Horwitz assumindo que $r = 0{,}66R$.

▼B

$HORRAT_R$ = o valor observado de RSD_R dividido pelo valor de RSD_R calculado a partir da equação de Horwitz ([b]).

3.2. **Requisitos gerais**

Os métodos de análise utilizados para o controlo dos géneros alimentícios devem cumprir, na medida do possível, as disposições dos pontos 1 e 2 do anexo da Directiva 85/591/CEE.

No que respeita à análise do chumbo no vinho, o método encontra-se descrito no capítulo 35 do anexo do Regulamento (CEE) n.º 2676/90 da Comissão ([1]), que determina os métodos de análise comunitários aplicáveis no sector do vinho.

3.3. **Requisitos específicos**

3.3.1. *Análises de chumbo, de cádmio e de mercúrio*

Não se prescrevem métodos específicos para a determinação dos teores de chumbo, cádmio e mercúrio. Os laboratórios devem utilizar um método validado que preencha os critérios de desempenho indicados no quadro 3. Sempre que possível, a validação deve incluir um material de referência certificado nos materiais de teste dos ensaios colectivos.

Quadro 3: Critérios de desempenho para os métodos de análise de chumbo, de cádmio e de mercúrio

Parâmetro	Valor/Comentário
Aplicabilidade	Alimentos especificados no Regulamento (CE) n.º 466/2001
Limite de detecção	Não superior a um décimo do valor da especificação referida no Regulamento (CE) n.º 466/2001, excepto se o valor da especificação para o chumbo for inferior a 0,1 mg/kg. Para este último, não superior a um quinto do valor da especificação
Limite de quantificação	Não superior a um quinto do valor da especificação referida no Regulamento (CE) n.º 466/2001, excepto se o valor da especificação para o chumbo for inferior a 0,1 mg/kg. Para este último, não superior a dois quintos do valor da especificação
Precisão	Valores $HORRAT_r$ ou $HORRAT_R$ inferiores a 1,5 no ensaio colectivo de validação
Recuperação	80 % - 120 % (tal como indicado no ensaio colaborativo)
Especificidade	Sem interferências matriciais ou espectrais

3.3.2. *Análise do 3-MCPD*

Não se prescrevem métodos específicos para a determinação dos teores de 3-MCPD. Os laboratórios devem usar um método validado que preencha os critérios de desempenho indicados no quadro 4. Sempre que possível, a validação deve incluir um material de referência certificado nos materiais de teste dos ensaios colectivos. Um método específico foi validado através dum ensaio colectivo e revelou cumprir os requisitos do quadro 4 ([c]).

Quadro 4: Critérios de desempenho para os métodos de análise do 3-MCPD

Critério	Valor recomendado	Concentração
Amostra «em branco»	Inferior ao limite de detecção	—
Recuperação	75 - 110 %	Todas
Limite de quantificação	10 μg/kg (ou inferior) em relação à matéria seca	—

([1]) JO L 272 de 3.10.1990, p. 1.

▼B

Critério	Valor recomendado	Concentração
Desvio padrão do sinal da amostra «em branco»	Inferior a 4 µg/kg	—
Estimativas de precisão interna — desvio padrão de ensaios repetidos com diferentes concentrações	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

3.4. **Estimativa do rigor analítico e cálculo da taxa de recuperação**

Sempre que possível, o rigor das análises deve ser estimado mediante inclusão no processo analítico de materiais de referência certificados adequados.

As «*Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement*» (Directrizes harmonizadas para a utilização da informação relativa à taxa de recuperação em medições analíticas) ([d]), desenvolvidas sob os auspícios da IUPAC/ISO/AOAC devem ser tidas em conta.

O resultado analítico é registado, corrigido ou não. O modo de registo e a taxa de recuperação devem ser indicados.

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

Os laboratórios devem cumprir o disposto na Directiva 93/99/CE.

3.6. **Expressão dos resultados**

Os resultados devem ser expressos nas mesmas unidades que os teores máximos estabelecidos no Regulamento (CE) n.º 466/2001.

REFERÊNCIAS

([a]) Projecto de norma prEN 13804, «Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelas.

([b]) W Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», Anal. Chem., 1982, n.º 54, 67A-76A

([c]) *Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection*, apresentado ao CEN TC 275 e à AOAC International (também disponível como «*Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods*»).

([d]) ISO/AOAC/IUPAC *Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Ed.* Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, n.º 71, 337-348.