

# AMOSTRAGEM E PREPARO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE MICOTOXINAS

*Eliene Alves dos Santos*

Laboratório de Controle de Qualidade e Segurança Alimentar (LACQSA/LANAGRO-MG)

**REUNIÃO INTERNACIONAL SOBRE CONTAMINANTES E ANÁLISES DE RISCO**

11 a 15 de Dezembro, 2017

LANAGRO – Pedro Leopoldo/MG

# TÓPICOS

- ✓ **Introdução: Micotoxinas**
- ✓ **Efeitos das micotoxinas em animais**
- ✓ **Limites de micotoxinas para consumo animal**
- ✓ **Representatividade estatística**
- ✓ **Plano de amostragem: ISO 6497 X EU401/2006**
- ✓ **Coleta de amostras nas diferentes etapas de produção**
- ✓ **Preparo de amostras para análise de micotoxinas**

# MICOTOXINAS

- Substâncias químicas produzidas **naturalmente** por fungos.
- Ocorrem em alimentos de origem vegetal sob certas condições de umidade e temperatura.
- Podem ocorrer no campo, durante o transporte e armazenamento.
- Causam sérios problemas a saúde humana e de animais.
- Presentes em produtos de origem animal - **ingestão de alimentos contaminados pelos animais.**

# MICOTOXINAS

- Mais de 300 micotoxinas identificadas.
- Consideradas maior risco à saúde humana e animal (FAO, 2003): aflatoxinas, desoxinivalenol, ocratoxina A, zearalenona e fumonisinas
- Toxinas mais regulamentadas: **aflatoxinas**, desoxinivalenol, zearalenona, fumonisinas, ocratoxina A, Toxina T-2 e patulina
- 25% da produção agrícola contaminada (FAO)

INVISÍVEIS  
SEM SABOR  
SEM CHEIRO



# MICOTOXINAS

## ❑ Metabólitos secundários produzidas por fungos toxigênicos

- **Aflatoxinas B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> e G<sub>2</sub> (AFT):** *Aspergillus flavus*, *A. parasiticus*, *A. nomius*, outros.
- **Ocratoxina A (OTA):** *Penicillium verrucosum*, *A. westerdijkiae*, *A. steynii*, *A. carbonarius*, *A. Niger*
- **Desoxinivalenol (DON):** *Fusarium Graminearum* (*Giberella zeae*), *F. culmorum*
- **Zearalenona (ZEA ou ZON):** *F. graminearum* (*G. zeae*), *F. culmorum*, *F. cerealis*, *F. equiseti*, *F. semitectum* e *crookwellense*
- **Fumonisinias B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>:** *F. verticillioides*, *F. proliferatum*
- **Toxina T-2:** *Fusarium sporotrichioides*
- **Patulina:** *Penicillium (expansum)*, *Aspergillus* e *Byssochlamys*

## ❑ Efeitos adversos à saúde humana e animal (JECFA 2008)

- **Aflatoxinas B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> e G<sub>2</sub>**: hepatocarcinogênica

- sensibilidade aos efeitos tóxicos varia entre espécies:

**avicultura:** patos > perus > gansos > faisões > frangos

**mesma espécie:** raça, sexo, idade e composição da dieta

macho mais susceptível

jovens mais que adultos

- **Ocratoxina A:** Nefrotóxica

suínos: nefropatia micotóxica suína

alta letalidade para frangos

(DL50= 2,1 mg OTA x 6,8 mg AFB1 /peso corpóreo)

## ❑ Efeitos adversos à saúde humana e animal (JECFA 2008)

- **Desoxynivalenol:** Náuseas, vômitos, distúrbios gastrointestinais e diarreias

Animais monogástricos tem grande sensibilidade a DON

Ocorre normalmente com a zearalenona.

- **Zearalenona:** Estrogênica

Sintomas característicos: inflamação do útero, mamas e vulva em fêmeas púberes

Atrofia testicular e inflamação das mamas em machos jovens

Infertilidades em animais adultos

- **Fumonisin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>:** leucoencefalomalácia em cavalos, edema pulmonar em suínos, câncer de esôfago em humanos

# Regulamentação Micotoxinas



Resolução da ANVISA: RDC Nº 7, publicada em 9 de março de 2011

Limites máximos tolerados em alimentos prontos para o consumo e para processamento ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

- Aflatoxinas BG: 1 a 20
- Aflatoxina M<sub>1</sub>: 0,5 a 5
- Ocratoxina A: 2 a 20
- Desoxinivalenol: 750 a 3000
- Fumonisinias B<sub>1</sub>+B<sub>2</sub>: 1000 a 5000
- Zearalenona: 100 a 1000
- Patulina: 50





# ***Regulamentação de micotoxinas em RAÇÃO***



# Regulamentação de micotoxinas em RAÇÃO

Figure 17: Worldwide limits for aflatoxin B<sub>1</sub> in feed for dairy cattle

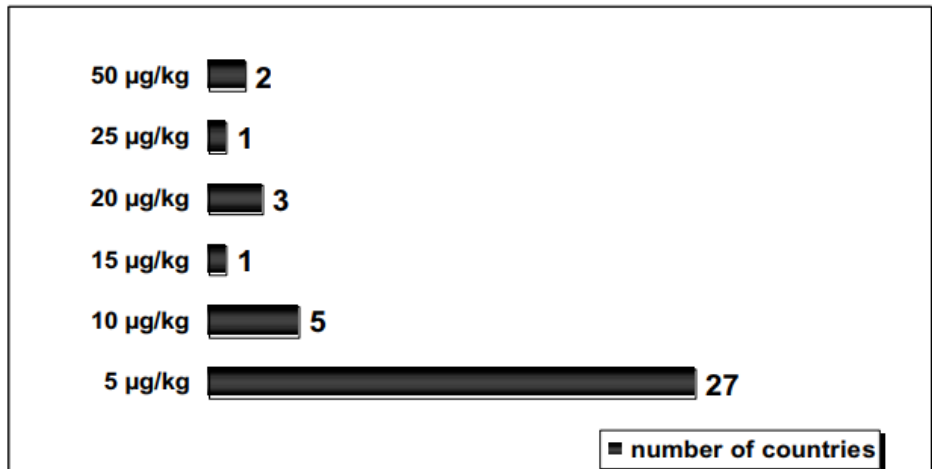
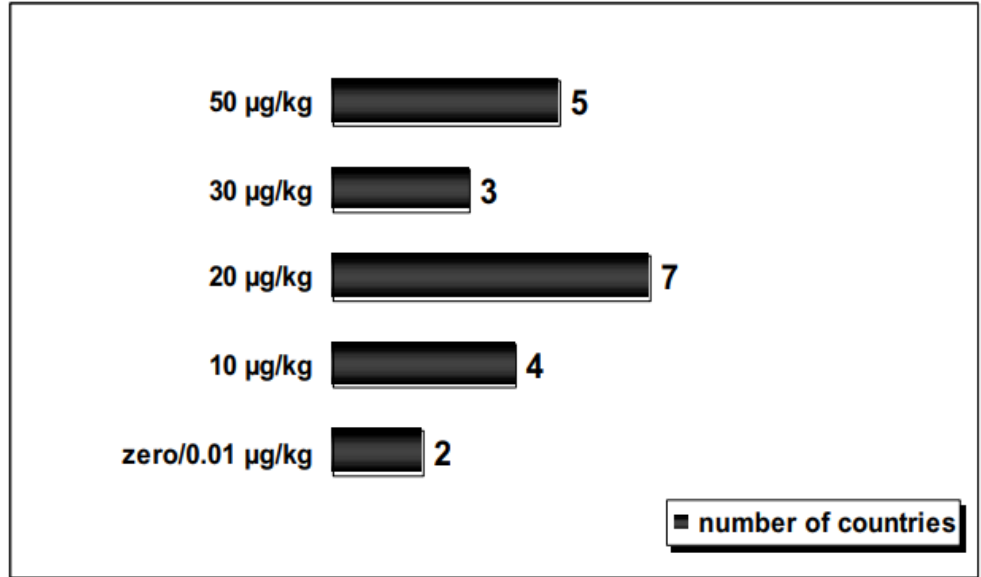


Figure 18: Worldwide limits for total aflatoxins in feed for dairy cattle



# ***Regulamentação de micotoxinas em INGREDIENTES DE RAÇÃO (União Europeia)***

<b>Micotoxinas</b>	<b>Ingredientes</b>	<b>Espécie</b>	<b>Nível (µg/kg)</b>
<b>AFLA B<sub>1</sub></b>	Matéria prima para alimentação animal	Todas	20
<b>DON</b>	Cereais e subprodutos (exceto subprodutos do milho)	Todas	8.000
	Subprodutos do milho	Todas	12.000
<b>ZEA</b>	Cereais e subprodutos (exceto subprodutos do milho)	Todas	2.000
	Subprodutos do milho	Todas	3.000
<b>OTA</b>	Cereais e subprodutos	Todas	250
<b>FUMONISINAS</b>	Milho e produtos a base de milho	Todas	60.000

# Regulamentação de micotoxinas em ração (EU)

Micotoxinas	Espécie	Fase	Nível (µg/kg)
<b>AFLATOXINA B<sub>1</sub></b>	Aves e suína	Adultos	20
	Bovina	Jovens	10
		Leiteiros	5
	Outros	-	10
	Bovina, suína e caprinas	Adultos	20
<b>DON</b>	Todos	-	5.000
	Bezerros (< 4 meses)	JOVENS	2.000
	Suína		900
	Cordeiros, cães e gatos		2.000
<b>FUMONISINAS</b>	Eqüina, coelho, suína e animais de estimação		5.000
	Peixe		10.000
	Ruminantes	Jovens (<4 meses)	20.000
	Ruminantes	Adultos	50.000
<b>OCRATOXINA A</b>	Aves		100
	Suína		50
	Cães e gatos		10
<b>ZEARALENONA</b>	Bezerros, gado leiteiro, ovelha e cabras	Jovens e lactação	500
	Cães e gatos	Adultos não reprodutores	200
	Suína, cães e gatos	Jovens e para reprodução	100
	Suína	Para engorda	250
<b>TOXINA T-2 + HT-2</b>	Gatos	-	50

# ***Regulamentação Micotoxinas***

- ✓ **Ministério da Agricultura. Portaria MA/SNAD/SFA No. 07, de 09/11/88 - publicada no Diário Oficial da União de 09 de novembro de 1988 - Seção I, página 21.968, 1988:** Para qualquer matéria prima a ser utilizada diretamente ou como ingrediente para rações destinadas ao consumo animal



**REVOGADA: Instrução Normativa N° 30, de 05 de agosto de 2009**

# ***Regulamentação Micotoxinas***

Diferenças entre os Limites estabelecidos internacionalmente pelos países

Abrangências de aplicação em diferentes alimentos

União Europeia

China

Estados Unidos

Japão

Rússia

Outros

# Representatividade estatística

## AMOSTRAGEM

# Representatividade estatística

**Estimativa precisa** da contaminação verdadeira de uma **determinada micotoxina** em um lote de um produto específico, partindo de uma amostra relativamente pequena é muito difícil de se obter.





**AQUI NO LABORATÓRIO NÓS NÃO ACREDITAMOS  
EM AMOSTRAS ESTATÍSTICAS.  
NÃO É SÓ UM POUQUINHO DE SANGUE QUE VAI  
SER SUFICIENTE PRA PROVAR SE O SENHOR ESTÁ  
OU NÃO DOENTE, NÃO É VERDADE.?**





# DETERMINAÇÃO DE MICOTOXINAS



# Distribuição

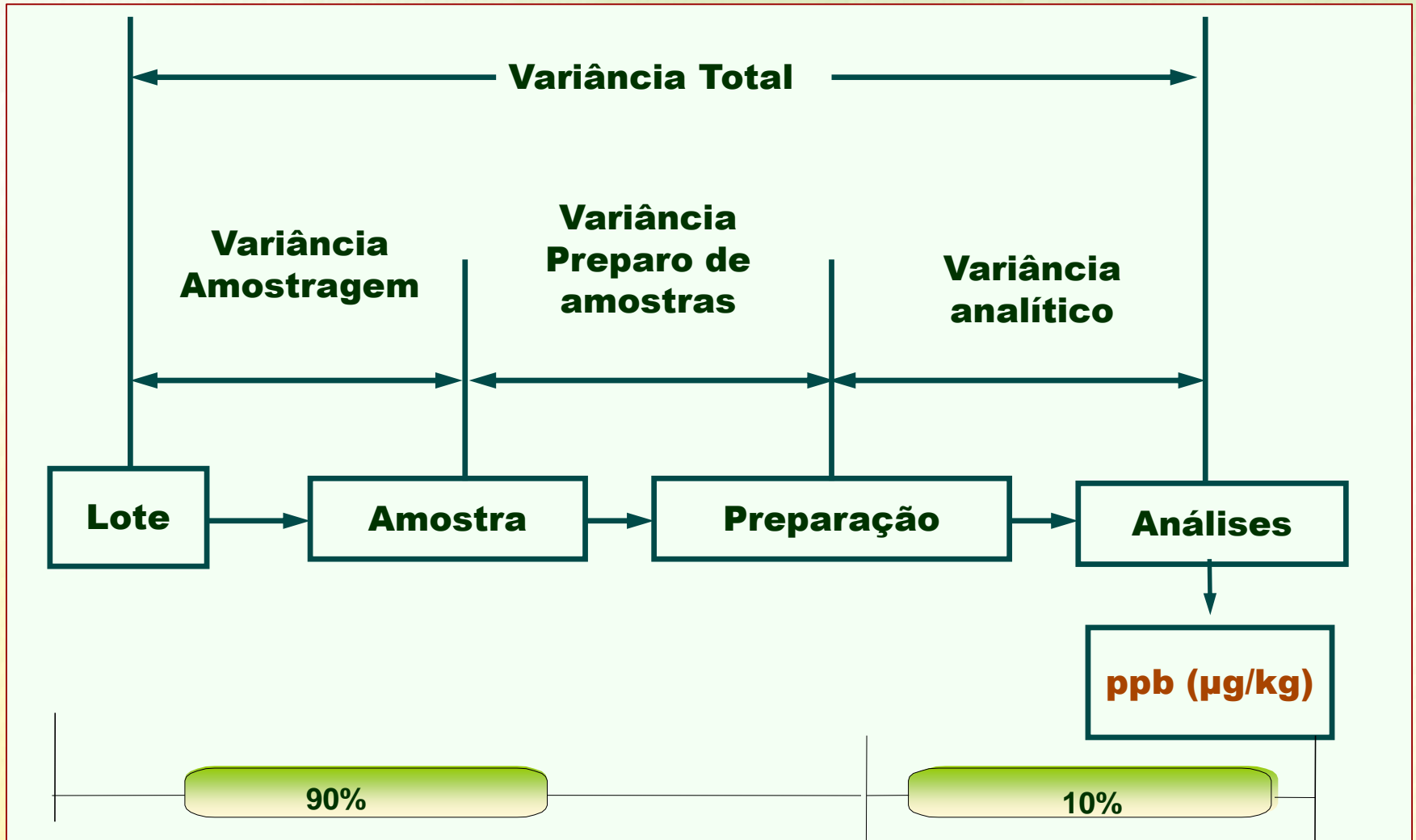
**Alimentos não processados – heterogênea  
(FAO, 1993; Whitaker, 1996)**

**Depende de fatores como  
composição do produto,  
tamanho, safra, condições  
climáticas e outros.**



**Ingredientes e ração**

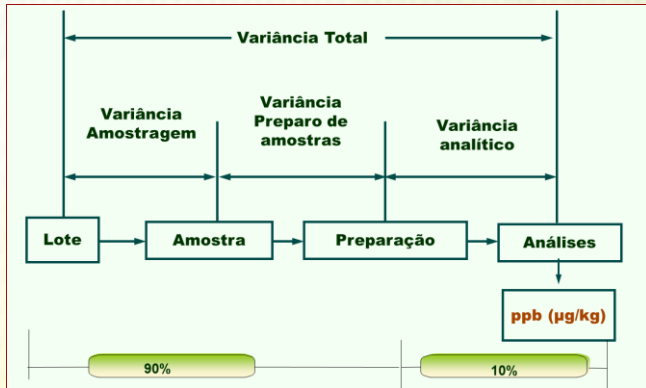
# Fontes da variabilidade



**Erros na determinação de micotoxinas**  
Amostragem - 90% Métodos analíticos - 10%

Whitaker, 2000

# Fontes da variabilidade

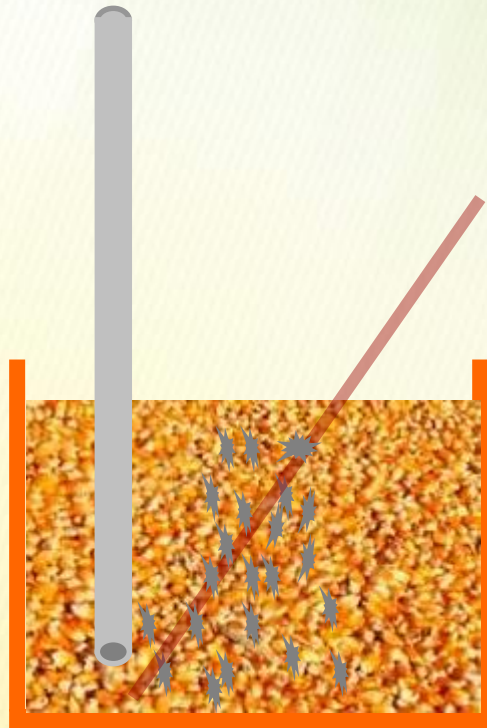


**Variância total = variância da amostragem + variância do preparo da amostra + variância analítica**

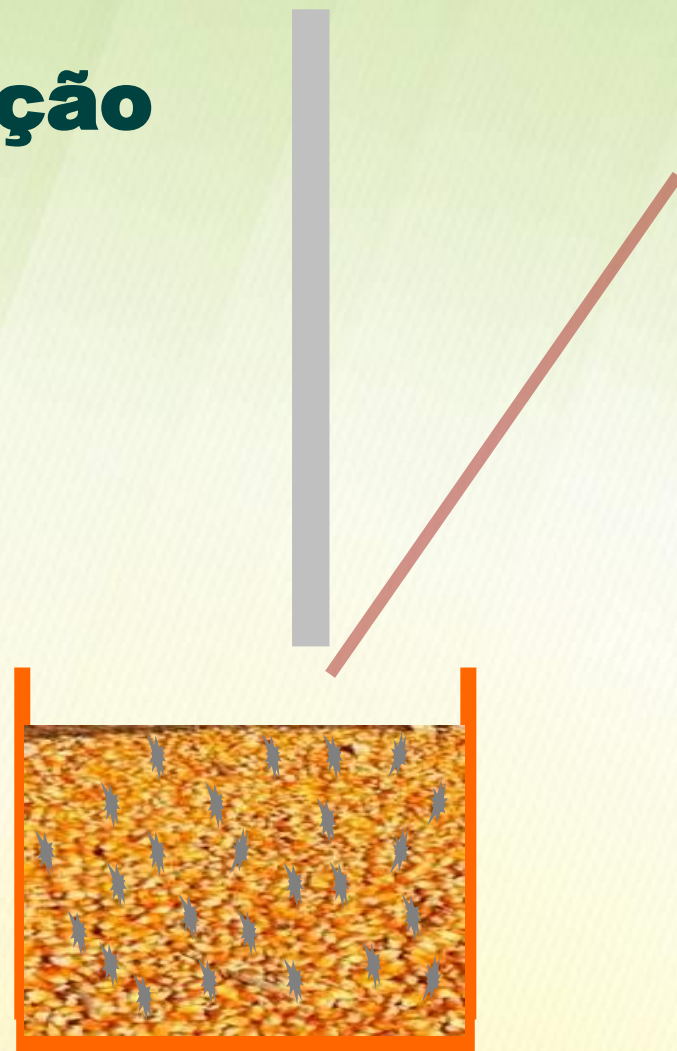
**Amostra milho descascado: 20µg/kg AFBG**  
**Variância total = 75,6+15,9+8,5**

**Whitaker 2004**

# Distribuição

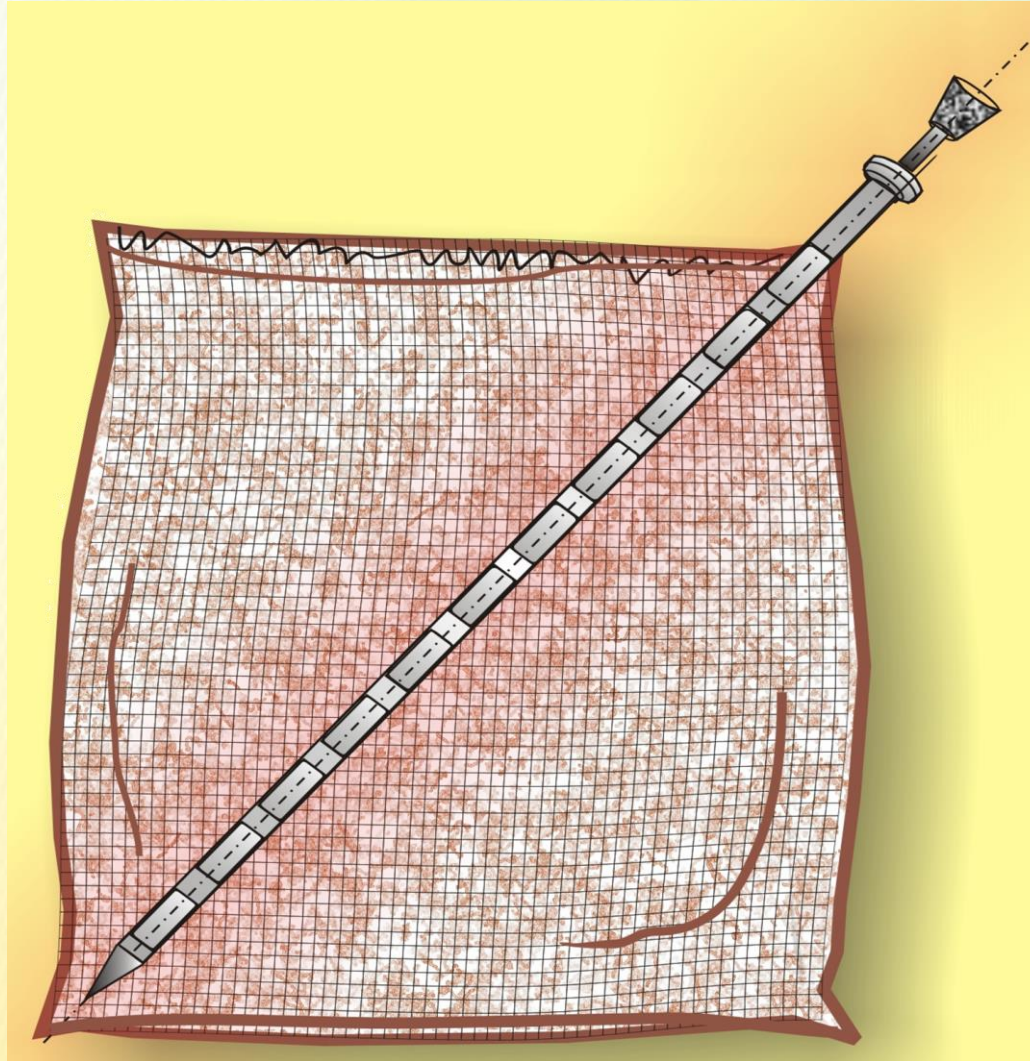


**não homogênea**



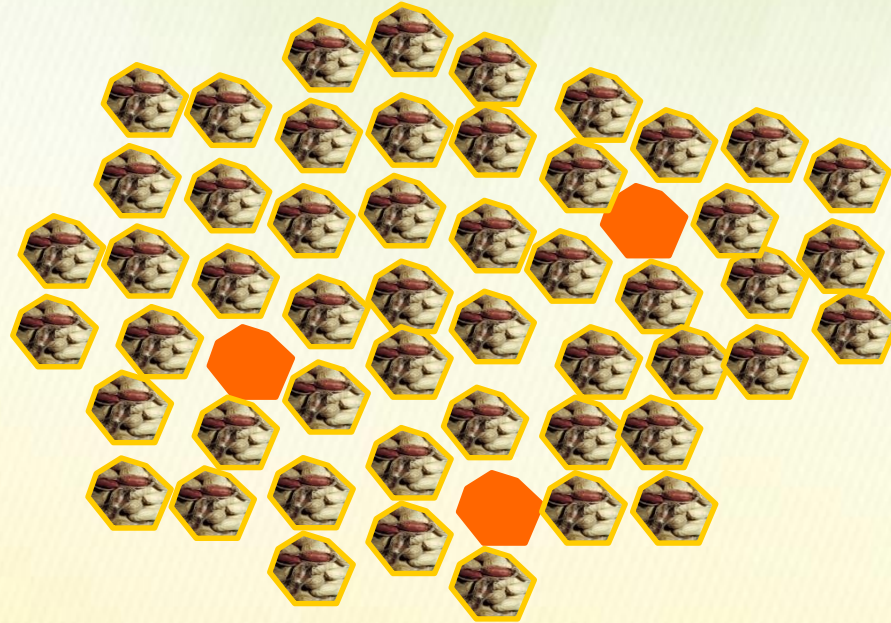
**homogênea**

# Distribuição





# Evento raro



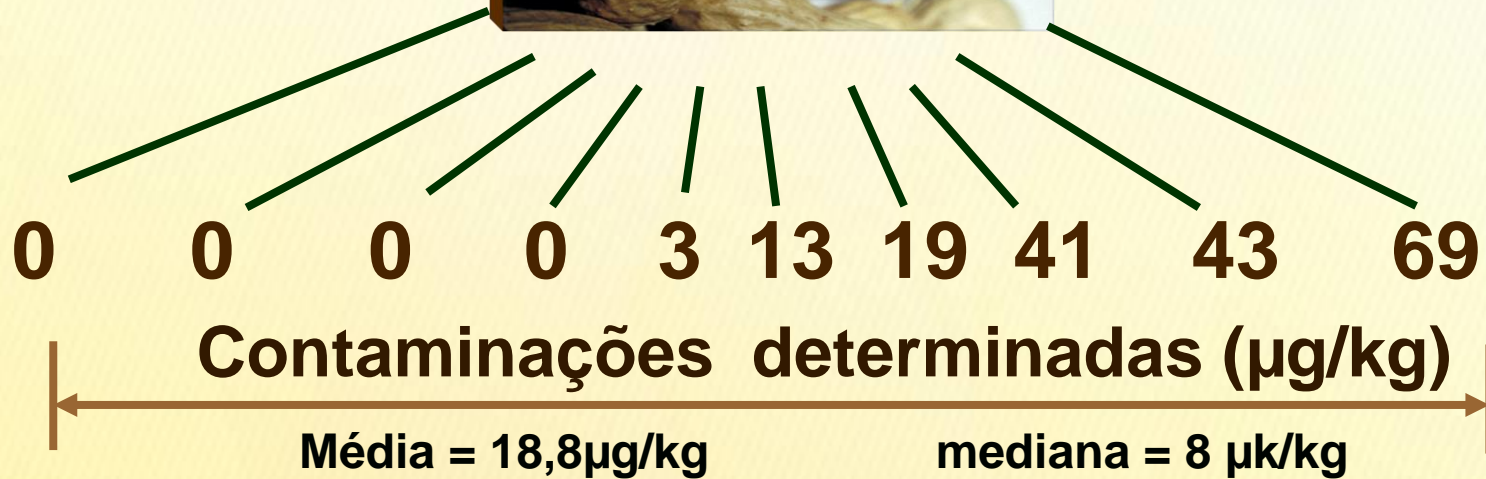
**Lote = 10 ppb**

**Proporção =  $3/10.000 = 0.03\%$**

# Aflatoxinas - distribuição

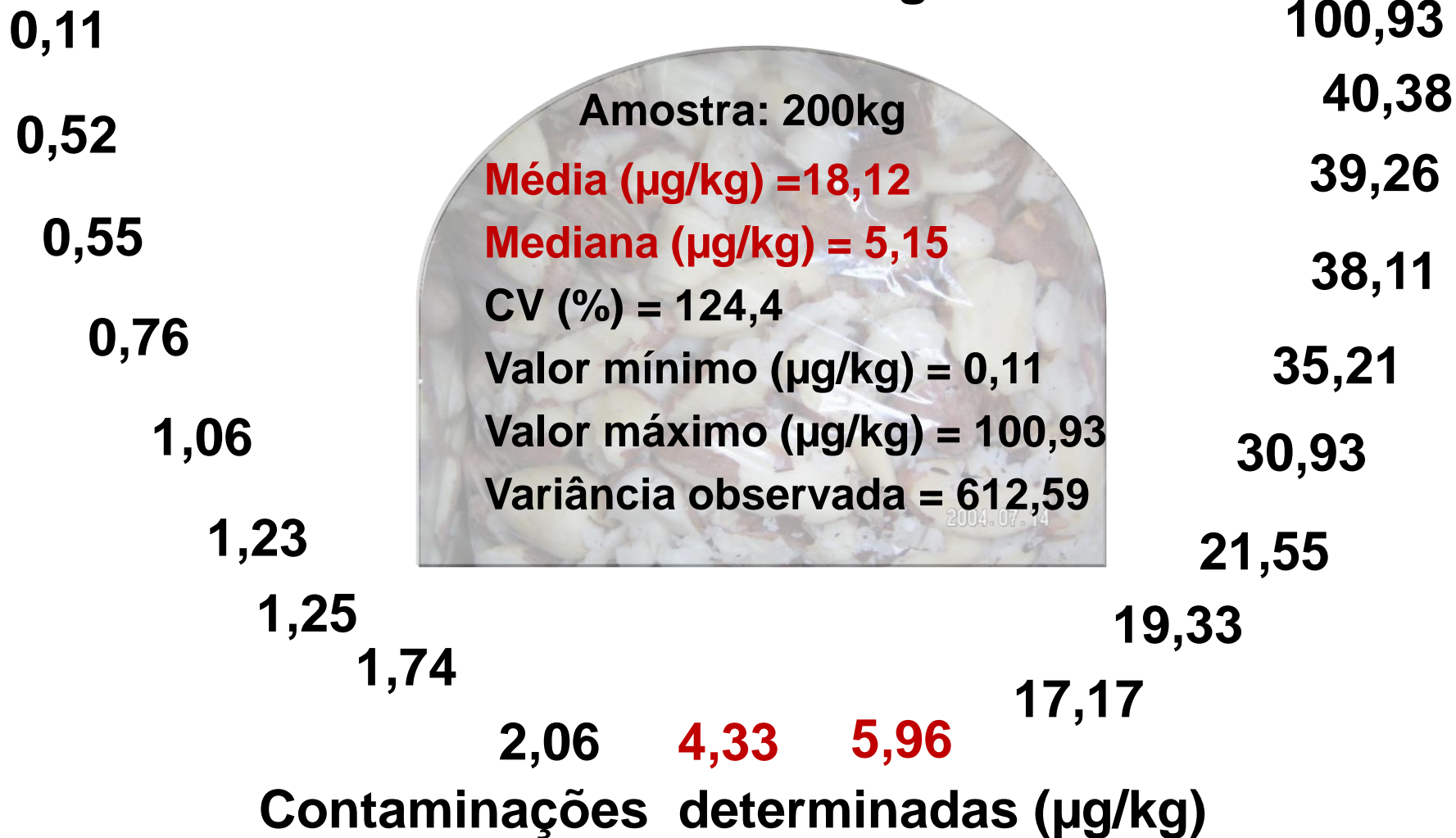


- Amostras (5 kg)
- Moinho do USDA
- 275 g sub-amostra
- análises por TLC



# Aflatoxinas – distribuição Afla total

Lote 23: 4000kg



Variabilidade dos resultados

0,16

0,19

0,22

0,26

0,40

0,42

0,46

0,46 0,59

0,76

0,77

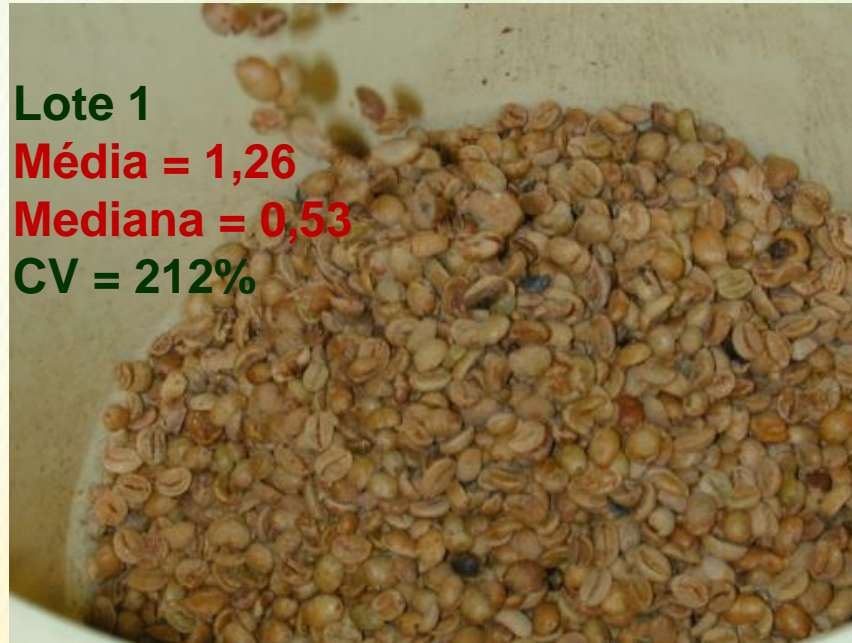
0,90

1,04

1,16

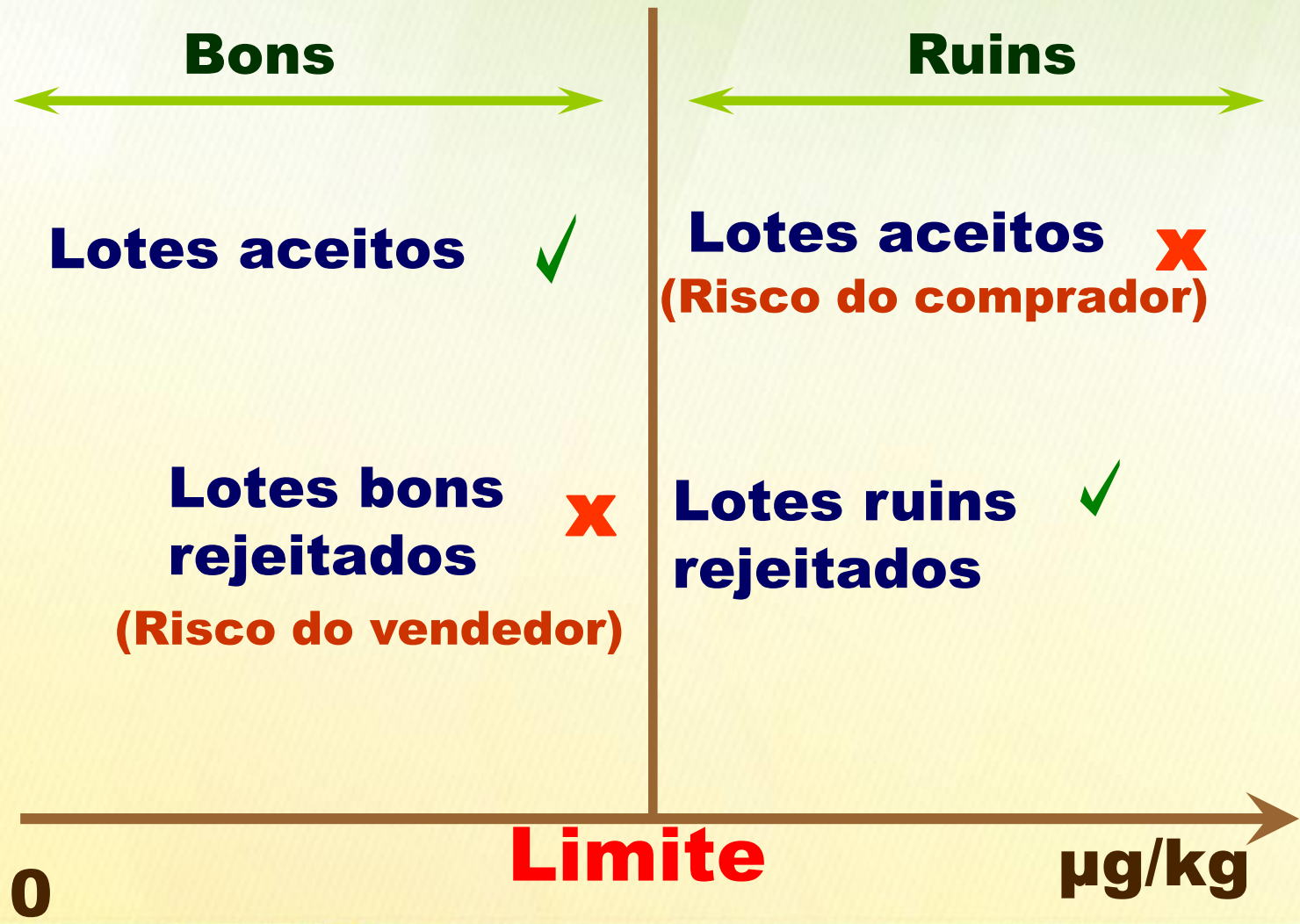
1,18

11,20

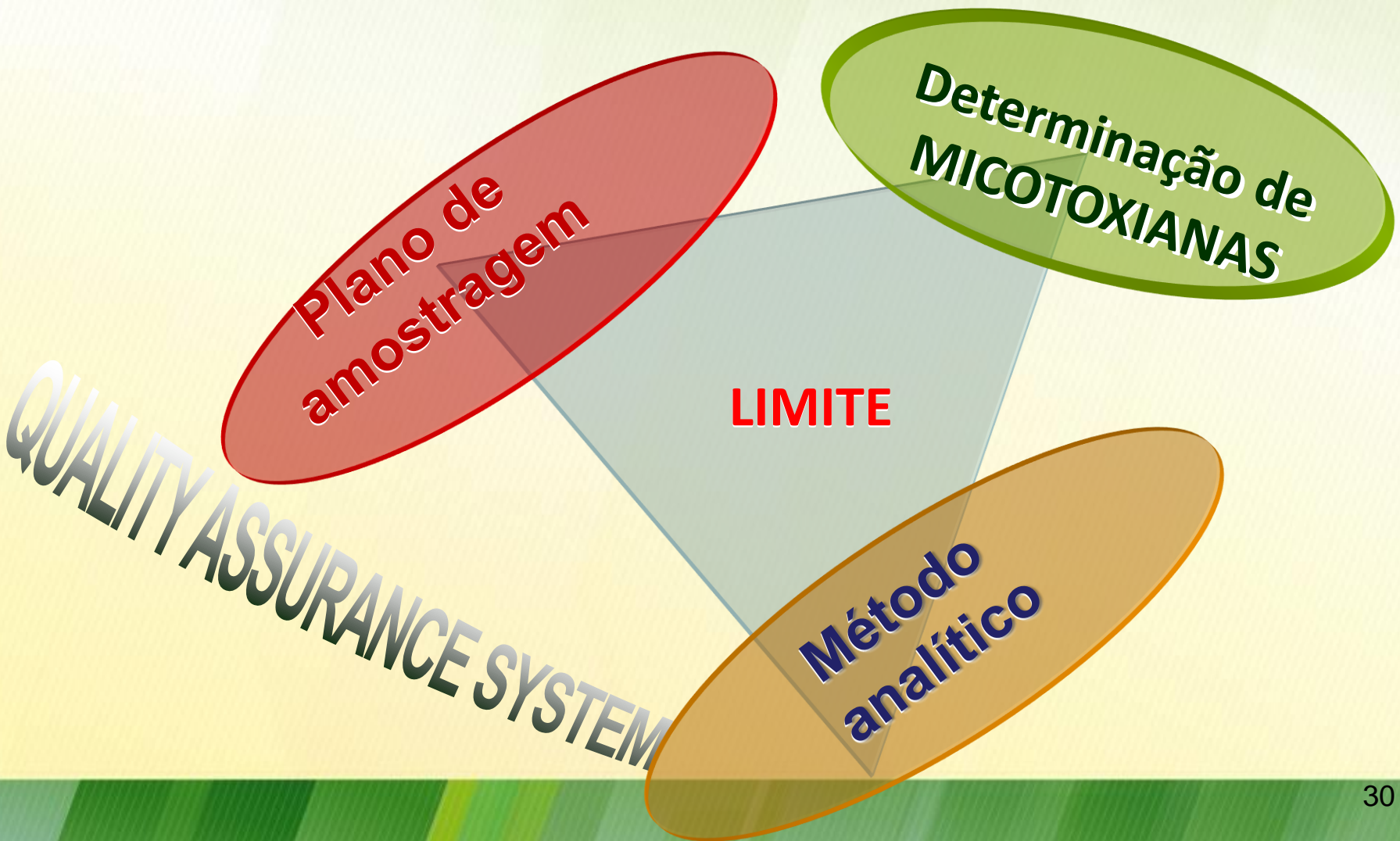


Lote 1  
 Média = 1,26  
 Mediana = 0,53  
 CV = 212%

# Consequência da variabilidade dos resultados



O estabelecimento de **limites** pressupõe a disponibilidade de **planos de amostragem** e de **métodos analíticos**



**Método analítico**

**VALIDADO**

**Equipe treinada e capacitada**

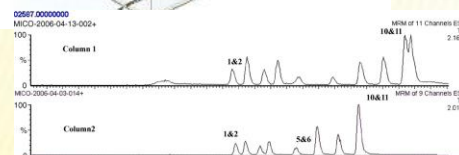
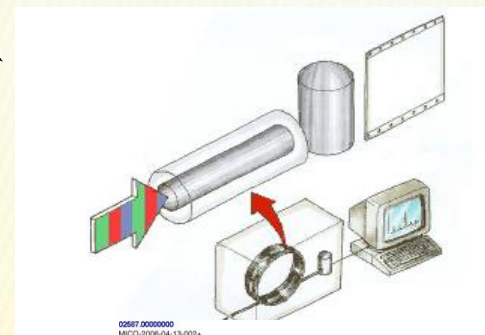
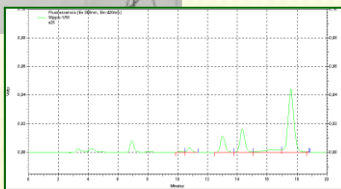
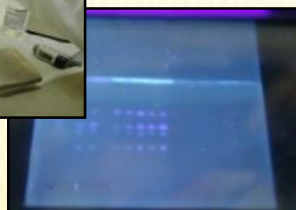
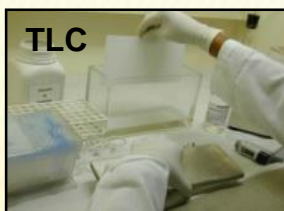
**Controle de qualidade implementado**

**QUALITY ASSURANCE SYSTEM**

**Determinação de MICOTOXIANAS**

# Método analítico

Análise



QUALITY ASSURANCE SYSTEM

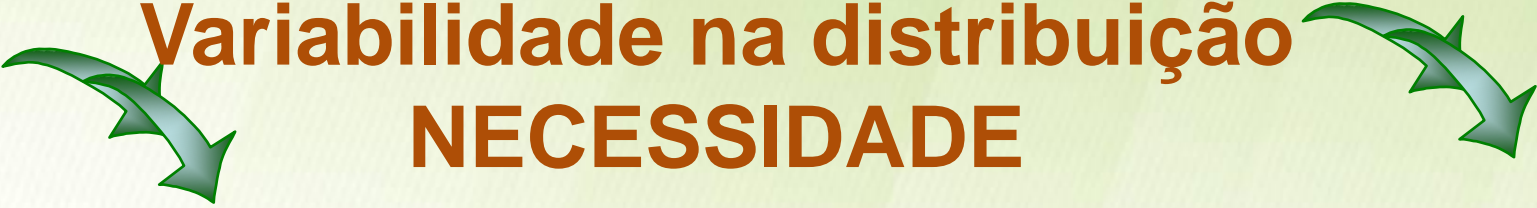


Certificado  
Resultado  
com  
incerteza

Determinação de  
MICOTOXIANAS



**Variabilidade na distribuição**  
**NECESSIDADE**



**Padronização de planos de amostragem**  
**validados**



**Importante para facilitar o comércio e**  
**proteger a saúde do consumidor**

# Plano de amostragem: conjunto de procedimentos planejados

## Composto de 5 estágios



**a-** seleção do lote



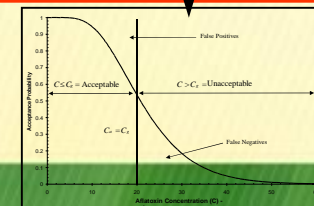
**b-** Amostra



**c-** Preparo: moagem e homogeneização



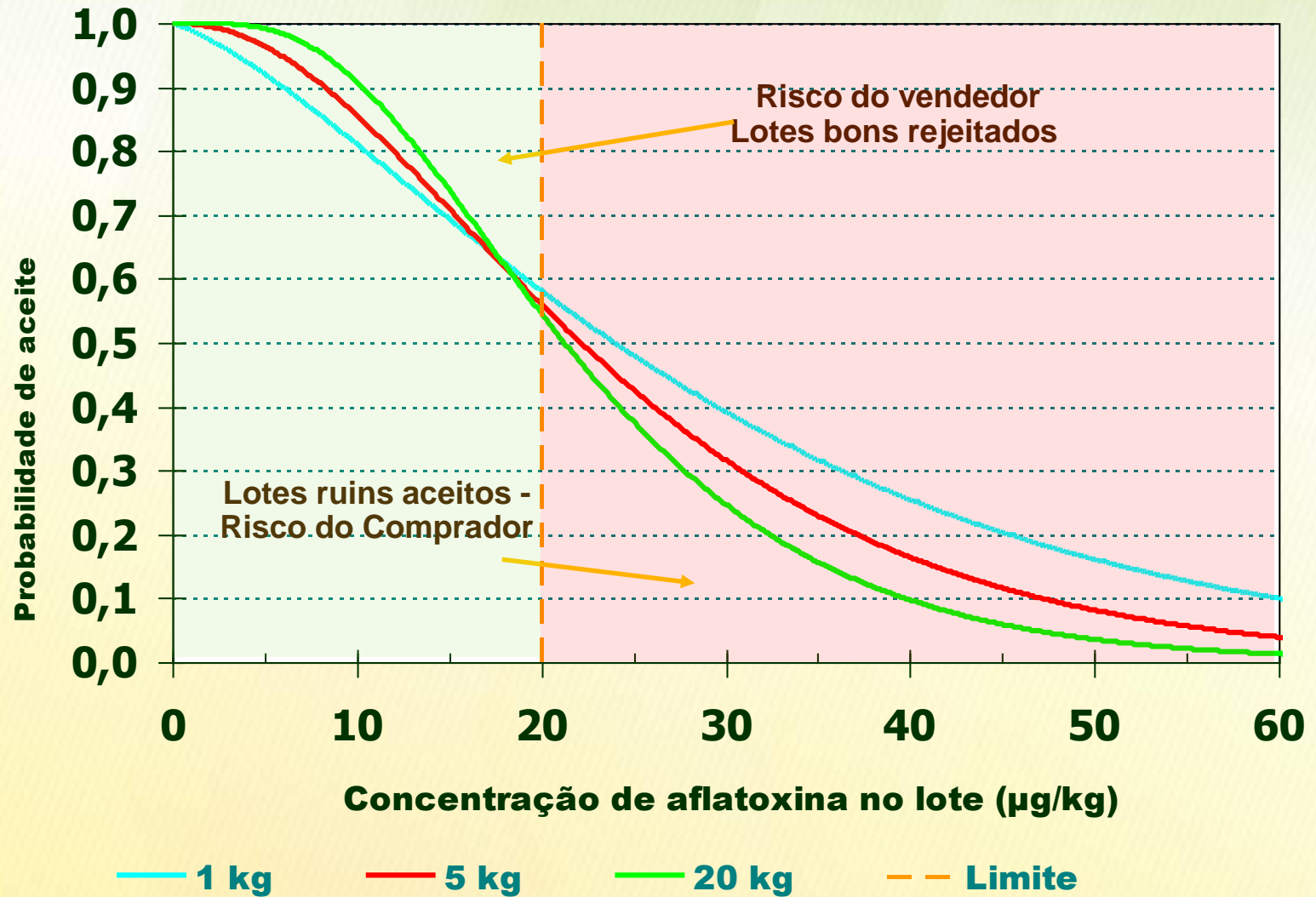
**d-** Análise

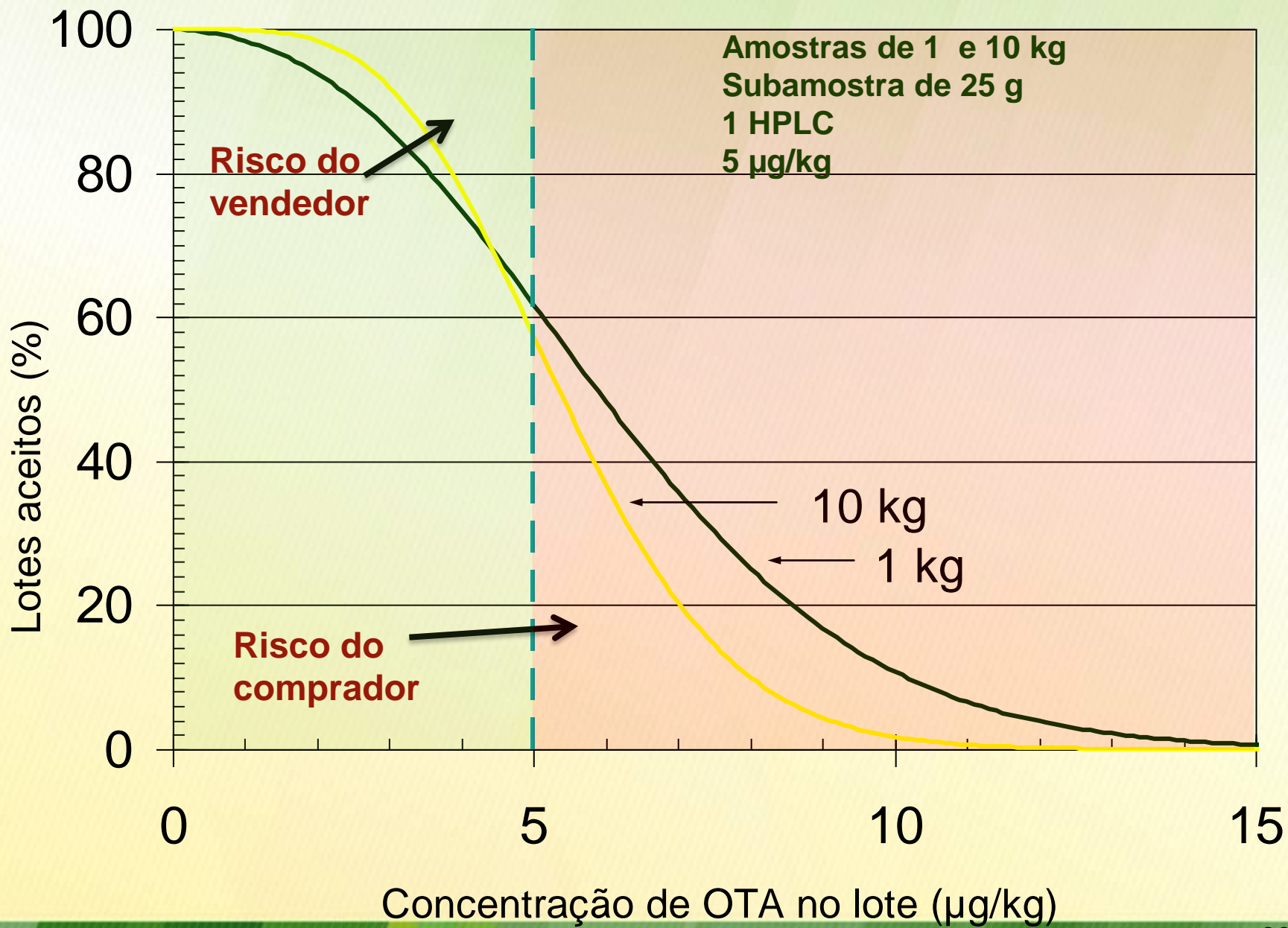


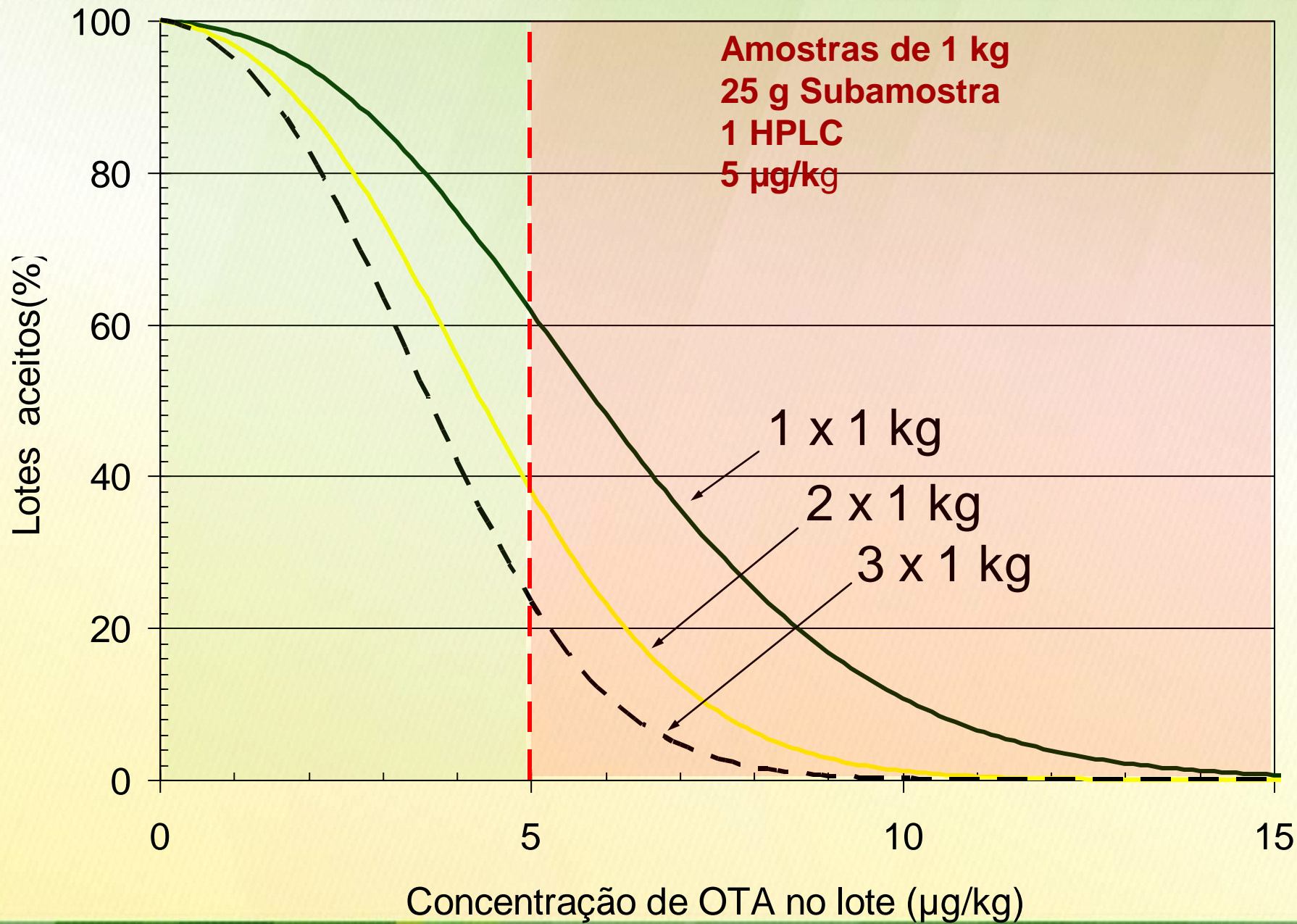
**e - Avaliação estatística**

# Plano de amostragem

## Curva operacional para aflatoxinas em milho







# Plano de amostragem

Lotes ruins aceitos  
Risco do Comprador  
**FALSO NEGATIVO**

- Custos da análise
- Perda de credibilidade
- Alimento contaminado no mercado
- Custos com transporte para devolução do produto

Lotes bons rejeitados  
Risco do vendedor  
**FALSO POSITIVO**

- Custos da análise
- Produtos de qualidade **descartados** ou vendidos a baixo valores
- Gastos desnecessários para beneficiar produtos

# Método de amostragem

**Conjunto de procedimentos planejados que permitem fazer a tomada de amostras **REPRESENTATIVAS** de um determinado lote ou sublote;**

**Indica o número, a massa e a frequência dos incrementos a serem retirados em cada amostragem**

## Cálculo da frequência de amostragem

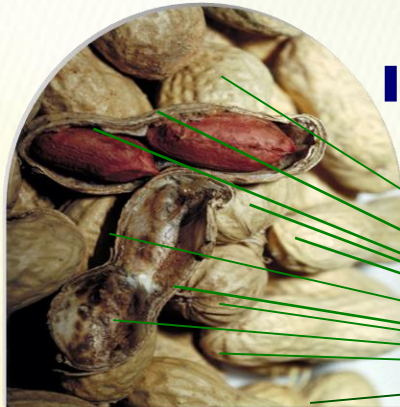
### Verificar

- ✓ Massa do lote
- ✓ Massa da amostra global
- ✓ Massa do incremento

# Amostragem

**Quantidade de produto com características definidas sob condições essencialmente iguais**

**LOTE (t)**



**Incrementos (g)**

**Quantidade de produto retirada em um só ponto do lote ou sublote para formar a amostra global**

**Amostra global (kg)**



**A amostra formada pela totalidade dos incrementos colhidos em um lote ou sublote**

**Amostra reduzida (kg) ISO 6497**



**Amostra de trabalho (kg)**

**Formada a partir da amostra global, podendo ser igual a esta**



**Laboratório**



---

---

**Animal feeding stuffs — Sampling**

*Aliments des animaux — Échantillonnage*

**ANEXO A - informativo:  
Procedimentos para substâncias  
indesejáveis, não homogêneas,  
incluindo micotoxinas, cascas de  
mamonas e semente venenosas**



- **Determina o número de incrementos a serem tomados**
- **Determina o procedimento para retirada dos incrementos**
- **Procedimento para formação da amostra global (bulk sample)**
- **Amostra reduzida**
- **Formação da amostra do laboratório**
- **Elaboração de relatório de amostragem**

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



## PROCEDIMENTOS ESPECÍFICOS PARA MICOTOXINAS INCLUINDO PERFORMANCE DOS MÉTODOS

# ➤ MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA CEREAIS E PRODUTOS DERIVADOS DE CEREAIS

## aflatoxina B<sub>1</sub> e soma de aflatoxinas, ocratoxina A e toxinas *Fusarium*

- Método de amostragem para amendoins, outras sementes de oleaginosas, caroços de alperce e frutos de casca rija
- aflatoxina B1 e soma de aflatoxina e ocratoxina (especiarias de dimensões grandes – noz-moscada)
- Método de amostragem para alimentos para bebés e alimentos transformados à base de cereais destinados a lactentes e crianças jovens
  - aflatoxina B<sub>1</sub> e soma de aflatoxinas, ocratoxina A e toxinas de *fusarium*
- Método de amostragem para lotes muito grandes ou lotes armazenados ou transportados de tal forma que a amostragem do lote não seja exequível

**MÉTODO DE AMOSTRAGEM:  
COMMISSION REGULATION  
REGULAMENTO (CE) – Nº 401/2006**

- **Definições**
- **Orientações gerais:**
  - Pessoal**
  - Material a amostrar**
  - Precauções**
  - Coleta de amostras elementares**
  - Preparo da amostra global**
  - Amostras idênticas**
  - Acondicionamento e envio de amostras**
  - Selagem e rotulagem da amostra**
- **Tipos de lotes**
- **Critérios de desempenho de métodos analíticos**

**AMOSTRAGEM PARA ALIMENTOS DE  
ANIMAIS: ISSO 6497**

- **Termos e definições**
- **Princípios gerais:**
  - Amostragem representativa**
  - Amostragem seletiva**
  - Considerações estatísticas**
- **Pessoal**
- **Equipamentos**
- **Embalagens para acondicionamento**
- **Procedimentos**
- **Relatórios**

# MÉTODO DE AMOSTRAGEM: COMMISSION REGULATION REGULAMENTO (CE) N.º 401/2006

- Método de amostragem de suplementos alimentares à base de arroz fermentado com levedura vermelha *monascus purpureus*
  - aflatoxina B<sub>1</sub> e soma de aflatoxinas, ocratoxina A**
- Método de amostragem para especiaria
  - aflatoxina M1**
- Método de amostragem para leite e produtos lácteos, fórmulas para lactentes e fórmulas de transição, incluindo leite para bebés e leite de transição
  - aflatoxina M1**
- Método de amostragem para café, produtos derivados de café, raiz de alcaçuz e extratos de alcaçuz
  - Ocratoxina**
- Método de amostragem para sumos de fruta, incluindo sumo de uva, mosto de uva, sidra e vinho
  - Ocratoxina**
- Método de amostragem para frutos secos, incluindo uvas secas e produtos derivados mas excluindo figos secos
  - aflatoxina B1 e total de aflatoxinas em frutos secos, exceto figos secos e ocratoxina A em uvas secas (uvas de Corinto, uvas passas e sultanas).**
- Método de amostragem para produtos sólidos à base de maçã
  - Patulina**
- Método de amostragem para óleos vegetais
  - Aflatoxinas e fumonisina**

➤ **MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA CEREAIS E PRODUTOS DERIVADOS DE CEREAIS: aflatoxina B<sub>1</sub> e soma de aflatoxinas, ocratoxina A e as toxinas *Fusarium***

## Subdivisão dos lotes em sublotes em função do produto

<b>Produto</b>	<b>Peso do lote (toneladas)</b>	<b>Peso dos sublotes ou número de sublotes</b>	<b>Número de amostras elementares</b>	<b>Peso da amostra global (kg)</b>
Cereais e produtos a base de cereais	>300 e <1500	3 sublotes	100	10
	> 50 < 300	100 toneladas	100	10
	< 50	-	3 a 100	1 a 10

**Massa do incremento = 100g**

# Número de amostras elementares a colher em função do tamanho do lote

Massa do lote (toneladas)	Nº de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05 \leq 0,5$	5	1
$> 0,5 \leq 0,1$	10	1
$> 1 \text{ e } \leq 3$	20	2
$> 3 \leq 10$	40	4
$> 10 \leq 20$	60	6
$> 20 \leq 50$	100	10

**Massa do incremento = 100g**

**Nos casos de lotes vendidos a varejo, a massa da amostra global pode ser diferente.**

# PROCEDIMENTOS: Lotes: sacas, caixas, big bags...

## ● **Calcular a frequência da amostragem**

$$(F) = \frac{\text{Massa do lote (kg)} \times \text{massa do incremento(kg)}}{\text{Amostra global(kg)} \times \text{capacidade da embalagem(kg)}}$$

ISO/FDIS 24333:2009  
EU 401/2006

### Em que:

**F = frequência de amostragem:** indica a frequência ou intervalos regulares de amostragem ou o número de embalagens individuais das quais será colhido um incremento.

**As casas decimais serão arredondadas para o número inteiro mais próximo.**

**Calcular o número de incrementos a serem retirados;**

## Exemplo:

Lote = 25 toneladas de milho

Massa do incremento = **100g**

Massa da amostra global = 10kg

Capacidade da embalagem = 50kg

**$F = \frac{\text{Massa do lote (kg)} \times \text{massa do incremento(kg)}}{\text{Amostra global(kg)} \times \text{capacidade da embalagem(kg)}}$**

$$F = \frac{25.000 \text{ kg} \times 0,100\text{kg}}{10\text{kg} \times 50 \text{ kg}} = 5$$

a cada 5 sacos será retirado um incremento de 100g

No final:

25.000 kg divididos por 50 kg = 500 sacos

Dos quais 100 deverão ser amostrados: 10 kg



# ➤ Amostragem de grãos, sementes, pellets

(ISO 6497)

Tipo de Produto	Massa (m) do lote - toneladas	Número mínimo de incrementos
“bulk”	< 2,5	7
	> 2,5	$\sqrt{20m}$ até 100

Tamanho da Embalagem	Número (n) de pacotes no lote	Número mínimo de pacotes a serem amostrados
< 1kg	1 a 6	Cada pacote
	7 a 24	6
	>24	$\sqrt{2n}$ até 100
> 1kg	1 a 4	Cada pacote
	5 a 16	4
	>16	$\sqrt{2n}$ até 100

# ➤ Amostragem de grãos, sementes, pellets

(ISO 6497)

Tamanho do lote (t)	Massa mínima da amostra (global) - kg	Massa mínima da amostra reduzida* - kg	Mínima da amostra de laboratório - kg
1	4		
1 a 5	8		
5 a 50	16	2	0,5
50 a 100	32		
100 a 500	64		

Número de pacotes/ embalagens no lote	Número de amostra	Massa do lote (bulk) – t	Número mínimo de amostras global
1 a 16	1	>1	1
17 a 200	2	1 a 10	2
201 a 800	3	>10 a 40	3
>800	4	>40	4

## **Amostragem favorável**

- Lotes em movimento
- Transferência de lote
  - Linha de produção
- Caladores adequados para lotes estáticos

**Os caladores ou coletores de incrementos deverão ser definidos de acordo com o local da coleta, o tipo de produto e deverão ser adequados para coletar a massa adequada do incremento - 100, 200 ou 300 g.**

**Atingir o máximo de profundidade.**

**● Definir e marcar as embalagens a serem amostradas, considerando a frequência da retirada de cada incremento (definido de acordo com a fórmula 1) e o número de incrementos previstos.**

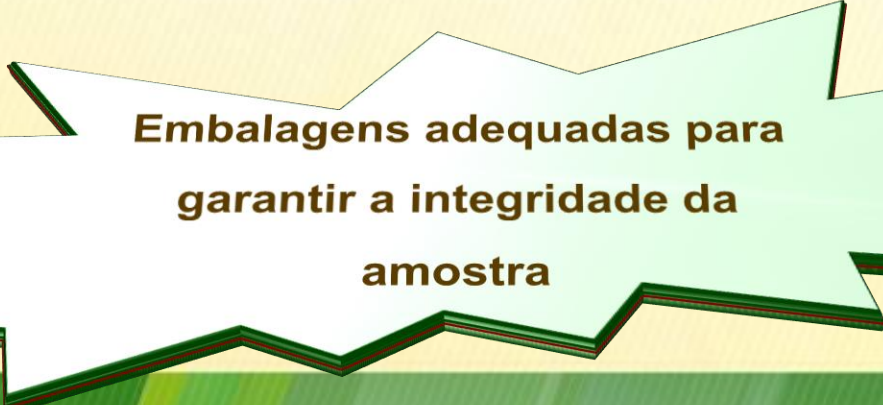
## Exemplo de amostragem durante a produção

Fábrica produzindo 25 toneladas de ração por turno (lote)

- final do turno (8 horas de produção = 480min): 10 kg (global),
- Incrementos de 100g de ração coletados a cada 50 min.



**Limpeza do equipamento para  
evitar contaminação cruzada**



**Embalagens adequadas para  
garantir a integridade da  
amostra**

# Preparo da amostra

# Preparo: moagem/pasta (~20 mesh)

**Pasta**  
amostra: água (1:1,5 p/p)

**Moagem**

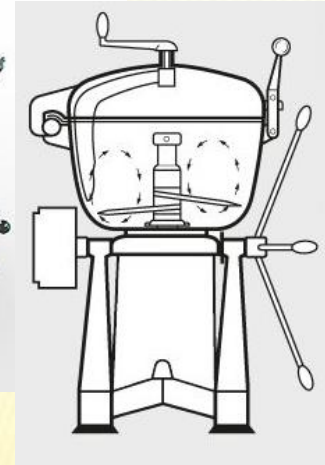




# Preparo da amostra – Moinhos



**Tipo  
Turrax**



## Critérios de desempenho dos métodos analíticos para determinação de aflatoxinas

Micotoxina	Nível (µg/kg)	Recuperação (%)	DPR <sub>r</sub>	DPR <sub>R</sub>
Aflatoxinas B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> , G <sub>1</sub> , G <sub>2</sub>	<1	50 a 120	0,66 x DPR <sub>R</sub>	Recomendado: valor derivado da equação de Horwitz Máximo: 2 x o valor derivado da equação de Horwitz
	1 - 10	70 a 110		
	>10	80 a 110		

Critérios para OTA, ZON, FB, DON,  
toxinas T-2 e HT-2, Citrinina e PAT

# Uso da Recuperação

❖ **Informações referentes à correção ou não dos resultados pela recuperação**

**Resultado obtido = 10 ppb**

**Recuperação = 80%**

**Resultado corrigido = 12 ppb**

# **Critérios de aceitação do lote ou sublote**

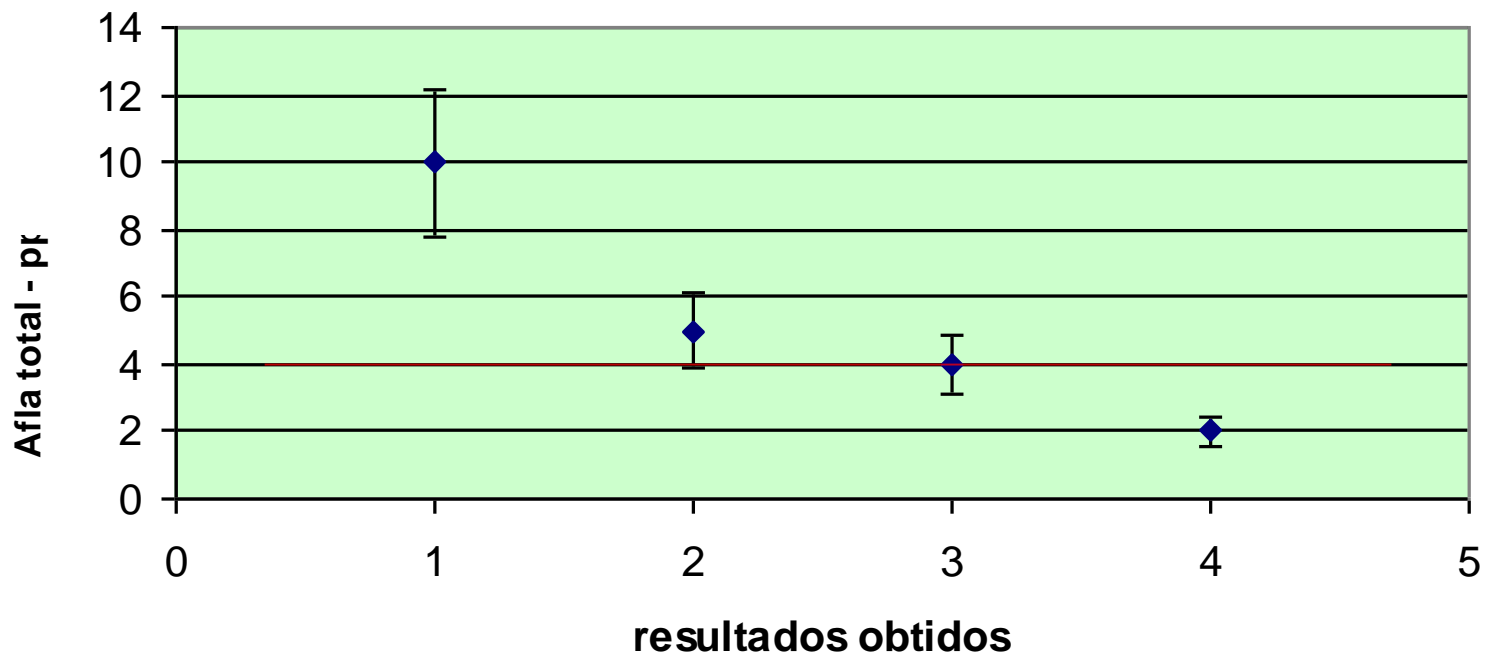
## **USO DA INCERTEZA**

## ***Critérios de aceitação do lote ou sublote***

- **ACEITAÇÃO** se a amostra para laboratório respeitar o limite máximo, tendo em **conta a correção** 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 correção em função da **recuperação e a incerteza de medição**.

# Diagrama ilustrativo do efeito da incerteza

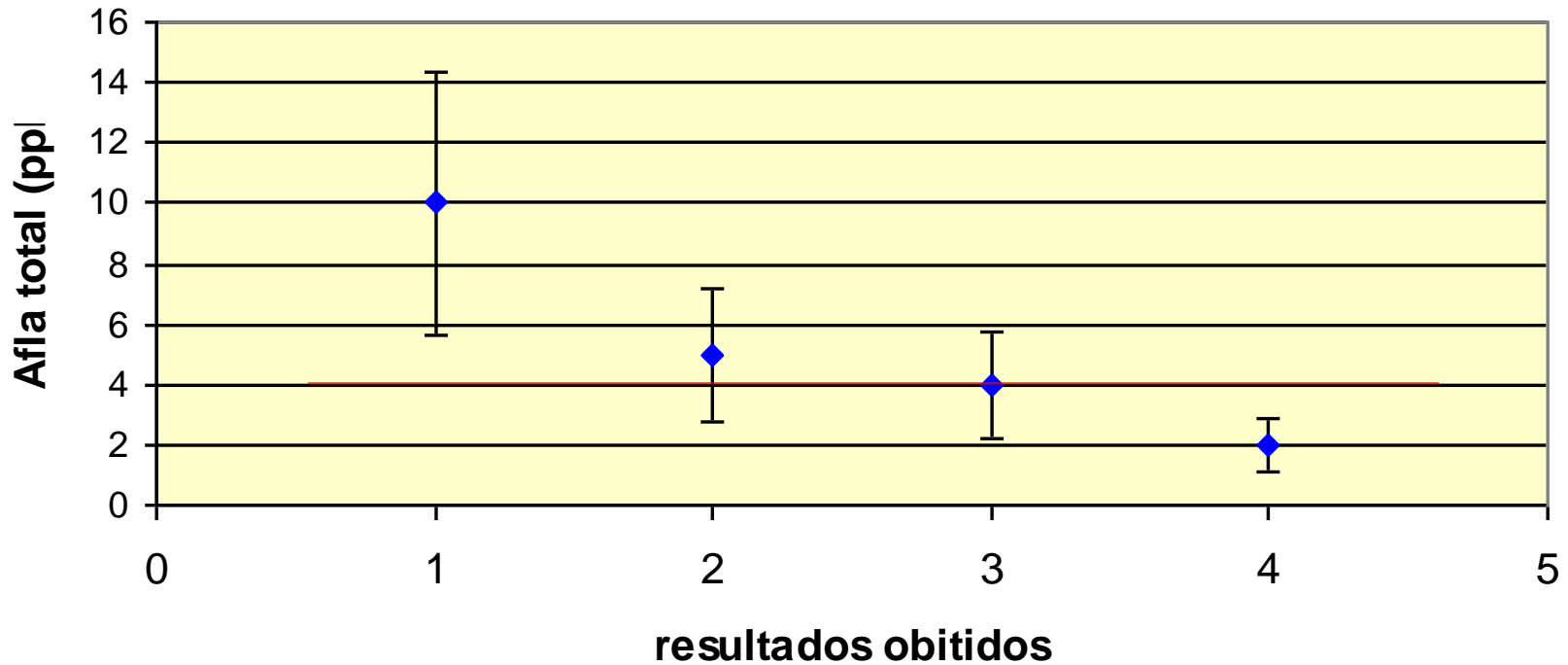
Contaminacao de aflu considerando a incerteza de 22%



Aflu total	22%	U + 22%	U - 22%
<b>10</b>	<b>2,2</b>	<b>12,2</b>	<b>7,8</b>
<b>5</b>	<b>1,1</b>	<b>6,1</b>	<b>3,9</b>
<b>4</b>	<b>0,88</b>	<b>4,88</b>	<b>3,12</b>
<b>2</b>	<b>0,44</b>	<b>2,44</b>	<b>1,56</b>

# Diagrama ilustrativo do efeito da incerteza

Contaminacao de aflu considerando a incerteza de 44%



Aflu total	2 * 22%	U + (2*22%)	U - (2*22%)
<b>10</b>	<b>4.4</b>	<b>14.4</b>	<b>5.6</b>
<b>5</b>	<b>2.2</b>	<b>7.2</b>	<b>2.8</b>
<b>4</b>	<b>1.76</b>	<b>5.76</b>	<b>2.24</b>
<b>2</b>	<b>0.88</b>	<b>2.88</b>	<b>1.12</b>

# **MÉTODO DE AMOSTRAGEM PARA RAÇÃO**

## **PROPOSTA**

**(base EU 401/2006)**



# Subdivisão dos lotes em sublotes em função do massa do lote

<b>Peso do lote (toneladas)</b>	<b>Peso dos sublotes ou número de sublotes</b>	<b>Número de amostras elementares</b>	<b>Peso da amostra global (kg)</b>
$\geq 1.500$	500 toneladas	100	10
$>300$ e $<1.500$	3 sublotes	100	10
$\geq 50 \leq 300$	100 toneladas	100	10

# Número de amostras elementares a colher em função da massa do lote

Massa do lote (toneladas)	Nº de amostras elementares	Peso da amostra global (kg)
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05 \leq 0,5$	5	1
$> 0,5 \leq 1$	10	1
$> 1 \text{ e } \leq 3$	20	2
$> 3 \leq 10$	40	4
$> 10 \leq 20$	60	6
$> 20 \leq 50$	100	10

Massa do incremento:  $\geq 100\text{g}$

# Regulamentação Micotoxinas

# ***Regulamentação Micotoxinas***

✓ **Ministério da Agricultura. Portaria MA/SNAD/SFA No. 07, de 09/11/88 - publicada no Diário Oficial da União de 09 de novembro de 1988 - Seção I, página 21.968, 1988:** Para qualquer matéria prima a ser utilizada diretamente ou como ingrediente para rações destinadas ao consumo animal



**REVOGADA: Instrução Normativa Nº 30,  
de 05 de agosto de 2009**

**Proposta de Limites máximos permitidos para produtos destinados à alimentação animal importados, fabricados ou comercializados no Brasil:**

- Aflatoxinas (total e B<sub>1</sub>),
- Fumonisinias B<sub>1</sub> e B<sub>2</sub>,
- Ocratoxina A,
- Desoxinivalenol
- Zearalenona
- Outras?

# Regulamentação Micotoxinas (proposta)

Micotoxinas	Descrição do produto	Limite máximo permitido (µg/kg)
Aflatoxinas B <sub>1</sub> +B <sub>2</sub> +G <sub>1</sub> + G <sub>2</sub>	<b>Ingredientes</b> - Milho grão e seus sub-produtos	20
	<b>Rações, concentrados e suplementos</b> - para ruminantes adultos, exceto vacas em lactação	50
Aflatoxina B <sub>1</sub>	- para demais espécies e vacas em lactação	20
	- para animais jovens de todas as espécies, incluindo as fases pré-inicial e inicial de aves e suínos.	10
Fumonisinias B <sub>1</sub> +B <sub>2</sub>	<b>Ingredientes</b> - Milho grão e seus sub-produtos	10.000
	- Trigo grão e seus sub-produtos	10.000
	<b>Rações, concentrados e suplementos</b> - para monogástricos, exceto aves	5.000
	- para aves	10.000
Zearalenona	<b>Rações, concentrados e suplementos</b> - para ruminantes em lactação	500
	- para suínos adultos	100
	- para marrãs e suínos nas fases pré-inicial e inicial.	50
Desoxinivalenol	<b>Ingredientes</b> - Trigo grão e seus sub-produtos*	4.000
	<b>Rações, concentrados e suplementos</b> - para suínos	1.000
	- para aves	4.000
	- para cães e gatos	4.000
Ocratoxina A	<b>Rações, concentrados e suplementos</b> - para suínos e cães	50
	- para frangos de corte	100

# ***Regulamentação Micotoxinas***

Para assegurar que:

- os **níveis máximos** sejam aplicados de forma uniforme,
- os mesmos **critérios de amostragem** e a mesma **critérios de desempenho das análises** sejam aplicados pela autoridade competentes.
- garantir que os resultados analíticos sejam **relatados e interpretados** em de maneira uniforme.

# Procedimento de análise



**Amostragem**



**Amostra**

**Laboratório**

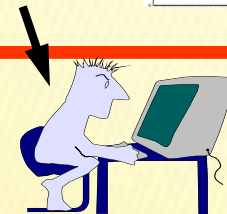
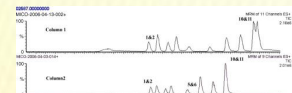
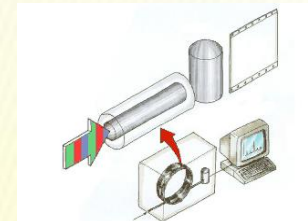
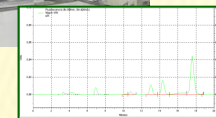
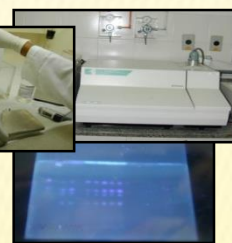


**Preparo:  
moagem e  
homogeneização**

**Análise**



**TLC**



**Emissão dos resultados**



**O B R I G A D A**

**Av. Raja Gabaglia, 245, SFA/MG Setor H, Cidade Jardim,**

**CEP: 30.380-103 - Belo Horizonte / MG**

**Tel: (31) 3250-0398/3253-3120 - Fax: (31) 3253-3134**

**[eliene.santos@contratado.agricultura.gov.br](mailto:eliene.santos@contratado.agricultura.gov.br)**