

ANEXO II - REGULAMENTO TÉCNICO REFERENTE AO MÉTODO DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE PARA DETERMINAÇÃO DE AFLATOXINAS EM CASTANHA DO BRASIL E AOS PROCEDIMENTOS ESPECÍFICOS INERENTES À SUA IMPLEMENTAÇÃO

1. OBJETIVO

O presente Regulamento Técnico tem por objetivo estabelecer o método, os critérios e os procedimentos necessários à tomada de amostra para determinação de micotoxinas (aflatoxina B1, B2, G1, G2) na castanha do Brasil na cadeia produtiva.

2. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Será aplicado para a certificação da segurança e qualidade da castanha do Brasil na cadeia produtiva, para a certificação sanitária, bem como nas operações de fiscalização, inspeção, classificação, monitoramento e controle, para os mercados interno e externo, atendendo o que estabelece o Plano Nacional de Segurança e Qualidade de Produto Vegetal, instituído pela Instrução Normativa no 10/2003, a Lei nº 9.972/00, o inciso IV, do art. 27, e o § 1º, do art. 29, da Lei nº 9.712/98, bem como as respectivas normas complementares e atualizações.

3. CONCEITOS

3.1. Micotoxinas: substâncias tóxicas (metabólitos secundários) produzidas por fungos, que provocam efeitos nocivos adversos à saúde do homem e dos animais.

3.2. Aflatoxinas B1, B2, G1 e G2: micotoxinas produzidas por fungos do gênero *Aspergillus*, mais comumente o *Aspergillus flavus* e/ou *A. parasiticus*.

3.3. Aflatoxina total: soma das aflatoxinas B1+ B2+G1+G2.

3.4. Lote ou partida: quantidade definida de um produto, formada ou composta por um mesmo fabricante, fracionador ou detentor, em um espaço de tempo determinado, em condições essencialmente iguais e que possui as mesmas características de identidade, qualidade e apresentação.

3.5. Sublote: parte ou fração designada de um determinado lote.

3.6. Produto embalado: produto que se apresenta contido ou envolto em uma embalagem, individual ou coletiva.

3.7. Pilha: forma de apresentação de um lote no qual os volumes ou unidades encontram-se dispostos uns sobre os outros.

3.8. Laboratório oficial: Unidade física ou Unidade de Serviço do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento responsável pela realização das análises de fiscalização, de controle de micotoxinas nas operações de importação e exportação, de controle interlaboratorial dos laboratórios credenciados, análises de classificação, inspeção, monitoramento, certificação e de outras análises e atividades da mesma natureza.

3.9. Amostra composta ou global: corresponde ao volume final resultante da amostragem, formada pela reunião de todos os incrementos ou amostras simples, tomados ou coletados do lote ou sublote com a finalidade de realizar os controles correspondentes, devendo ser representativa e apresentar as mesmas características do lote do qual se originou.

3.10. Incremento de amostra ou amostra simples: quantidade definida de produto retirada num só ponto do lote ou sublote para formar a amostra composta ou global.

3.11. Amostra de trabalho ou subamostra: amostra resultante da subdivisão da amostra composta ou global, após homogeneização.

3.12. Amostra analítica: amostra extraída da amostra de trabalho ou subamostra, destinada à análise laboratorial.

3.13. Plano de amostragem: conjunto de procedimentos planejados que permite fazer tomada de amostras representativas de um determinado lote ou sublote. Indica o número de unidades ou pontos a serem amostrados em cada lote ou sublote, a forma e os procedimentos de amostragem, bem como os critérios a serem aplicados na aceitação ou rejeição do mesmo, definidos em função das condições de apresentação e tipo do produto a ser inspecionado ou analisado e o tipo ou nível de risco à saúde por eventual contaminação do lote.

3.14. Amostragem: procedimento de tomada, retirada ou extração de amostra de um lote ou sublote determinado, mediante critérios normativos pré-estabelecidos no plano de amostragem adotado.

3.15. Amostrador oficial: pessoa autorizada a efetuar operações de tomada de amostra ou amostragem, pertencente a um serviço de controle oficial ou credenciado junto ao MAPA.

3.16. Amostrador não oficial: pessoa habilitada em cursos ou treinamentos específicos ministrados ou aprovados pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, com a atribuição de realizar a tomada de amostras, nos casos e formas previstas neste Regulamento Técnico.

3.17. Limite Máximo: tolerância máxima admitida para a concentração de aflatoxina B₁, B₂, G₁, G₂ e total no lote do produto, estabelecida em legislação específica vigente no país importador e no mercado interno.

3.18. Código de Remessa: registro alfanumérico que identifica e permite a rastreabilidade de cada remessa ou lote de castanha, devendo estar explicitado em todos os documentos do lote analisado.

3.19. Critério de Desempenho de Métodos:

3.19.1. r = repetibilidade: valor abaixo do qual pode se esperar que a diferença absoluta entre resultados de dois testes determinados obtidos em condições de repetibilidade (isto é, mesma amostra, mesmo laboratório, pelo mesmo analista, nas mesmas condições, em curto intervalo de tempo) se situe dentro dos limites de probabilidade específica (em princípio 95%) sendo $r=2,8 s_r$;

3.19.2. s_r = desvio-padrão calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade;

3.19.3. DP_r = desvio padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de repetibilidade $[(s_r/X) \times 100]$;

3.19.4. R = reprodutibilidade: valor abaixo do qual pode se esperar que a diferença absoluta entre resultados de testes individuais determinados obtidos em condições de reprodutibilidade (isto é, mesma amostra, obtidos por analistas em diferentes laboratórios, utilizando método de ensaio normalizado) se situe dentro dos limites de probabilidade específica (em princípio 95%) sendo $r=2,8 sR$;

3.19.5. s_r = desvio-padrão calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade;

3.19.6. DP_r = desvio padrão relativo, calculado a partir dos resultados obtidos em condições de reprodutibilidade $[(s_r/X) \times 100]$;

3.19.7. Equação Horwitz: $\%DPR_r = \%RSD_r = 2^{(-1 - 0.5 \log x)}$, em que x é o valor mais provável da concentração da aflatoxina na amostra;

3.19.8. Função z-score (z):

$$z = \frac{x - X}{Q}$$

EM QUE:

x é o valor da contaminação determinada pelo laboratório;

X é o valor que melhor representa a medida mais provável da aflatoxina na amostra;

Q é o desvio padrão do valor que representa medida mais provável da aflatoxina;
Sendo que o desvio padrão (Q) é calculado como $b \times X$, em que: $b = \% \text{ DPR}_R / 100$.

4. DISPOSIÇÕES GERAIS

4.1. Responsável pela tomada de amostras

4.1.1. Nas operações de inspeção, fiscalização, classificação e certificação, a tomada de amostras será efetuada pelo Fiscal Federal Agropecuário ou por pessoa habilitada sob sua supervisão ou pelo Serviço de Classificação, conforme competência legal.

4.1.2. Nas demais operações, para os controles não oficiais, monitoramento, atestados parciais de segurança e qualidade ou avaliação de conformidade, a tomada de amostras será efetuada por amostrador não oficial, responsável técnico ou responsável pelo processo, em cada etapa da cadeia produtiva.

4.1.3. O responsável pela amostragem deve utilizar os Equipamentos de Proteção Individual (EPI), conforme o caso, assegurando-se das condições adequadas de amostragem.

4.2. Condições do Lote ou Partida

4.2.1. O lote a ser amostrado deve apresentar condições sanitárias e fitossanitárias, aparentemente, adequadas.

4.2.2. O local de armazenagem do lote deve oferecer ao amostrador condições ambientais e físicas tecnicamente adequadas e seguras, tais como: período de carência de expurgo, silos, empilhamentos, etc.

4.2.3. As condições necessárias para a retirada de amostra representativa devem ser oferecidas pelo detentor do produto, arcando o mesmo, quando necessário, com a sua movimentação, independente da forma em que se encontra o lote.

4.3. Critérios e cuidados básicos

4.3.1. Os grandes lotes devem ser subdivididos em sublotes que devem ser, cada um, amostrados separadamente.

4.3.3. Na medida do possível, as amostras simples ou incrementos de amostras devem ser colhidos em diversos pontos do lote ou sublote.

4.3.4. As amostras devem ser coletadas e manuseadas de forma a evitar qualquer alteração que possa afetar o teor de aflatoxina, os resultados analíticos ou a sua representatividade.

4.3.5. A homogeneização é procedimento obrigatório antes das subdivisões de amostras, pois visa garantir a representatividade das subamostras ou amostras analíticas assim obtidas.

4.3.6. As amostras devem ser coletadas em recipientes limpos e adequados, guardadas em embalagens apropriadas, manipuladas de forma a evitar trocas e assegurar sua perfeita correlação com o lote do qual se originaram, lacradas e etiquetadas no local de coleta.

4.3.7. O Código de Remessa deverá estar expresso em todos os documentos do produto para perfeita correlação com o lote em questão (Etiquetas de Amostras, Termo de Envio de Amostra, Laudo de Análise e Relatório de Amostragem, Certificado Sanitário, Certificado de Segurança e Qualidade e no Conhecimento de Embarque - BL).

4.3.7.1. Os meios e procedimentos necessários à inserção do Código de Remessa no Conhecimento de Embarque ou BL serão estabelecidos pelos órgãos ou setores técnicos envolvidos.

4.3.8. Os procedimentos para o transporte, arquivamento ou guarda das amostras deverão assegurar a manutenção de suas condições originais, sua integridade e inviolabilidade e a proteção contra eventuais danos, contaminação ou modificação de sua composição.

4.4. Material e Equipamentos Mínimos

4.4.1. Equipamento de amostragem: para a coleta dos incrementos, será utilizada uma caneca graduada ou similar, que tenha as marcações referentes ao conteúdo ou massa de 300 gramas de cada classe ou tipo comercial de castanha (gráuda, média e miúda).

4.4.2. Equipamento de moagem e homogeneização, capaz de moer e homogeneizar, no mínimo, 30 kg de amostra por vez.

4.4.3. Recipiente seco, limpo e impermeável para acondicionamento das amostras simples ou incrementos e formação da amostra global.

4.4.4. Embalagem apropriada: deve ser utilizada embalagem limpa, nova, de material apropriado e resistente que permita a conservação das características iniciais do produto, como, por exemplo, caixa de papelão, saco de algodão, aniagem ou juta, dentre outros.

4.4.5. Lacre que assegure a manutenção das condições originais da amostra, sua integridade e inviolabilidade.

4.4.6. Etiqueta para Identificação de Amostra, com as informações mínimas padronizadas, confeccionada com material resistente, de cartão rígido, preferencialmente com orifício (ilhós) reforçado.

4.4.7. Etiquetas de Fiscalização, de material apropriado para sacarias ou do tipo adesivas, para outros tipos de embalagem, com as informações mínimas padronizadas.

4.5. Disposições Específicas (procedimentos e critérios)

4.5.1. Plano de Amostragem: nos casos em que não seja possível aplicar o método de coleta descrito neste regulamento sem provocar danos econômicos consideráveis (por exemplo, por causa das formas de embalagem ou meios de transporte), pode ser aplicado um método de coleta alternativo adequado, desde que o mesmo seja tão representativo quanto possível e que o método aplicado seja descrito e solidamente documentado.

4.5.2. Condições de Apresentação dos Lotes

4.5.2.1. Lote em movimento (situação ideal): a amostragem deve ser realizada durante a montagem ou desmontagem das pilhas, nas esteiras, antes do empacotamento dentro das beneficiadoras ou durante a formação dos lotes de castanha beneficiada ou nas operações de carga e descarga do produto, ova e desova de container.

4.5.2.2. Lote estático: quando não for possível proceder à movimentação do lote, coletar incrementos ou amostras simples, distribuídas de forma sistemática. Os lotes deverão ser, previamente, organizados de modo a permitir que o amostrador circunde toda a pilha de sacos ou possa acessar todas as faces do mesmo (deverá ter igual oportunidade de amostrar cada saco existente ou o maior número possível de sacos ou unidades, não podendo haver "miolo" ou faces sem acesso). As pilhas devem estar sobre estrados ou "pallets" de madeira e deverão ter no máximo 2 m de largura (dupla fiada), 2 m de altura e 4 m de comprimento, com afastamento entre pilhas, laterais e paredes, de 0,80 a 1,00 m, com a boca dos sacos ou parte da costura, voltada, preferencialmente, para a parte externa do lote, de modo a facilitar sua abertura e a coleta dos incrementos ou amostras elementares.

4.5.3. Tomada de Amostra ou Amostragem

4.5.3.1. A inspeção física ou o exame visual do lote no estabelecimento será realizado no local da armazenagem ou na abertura da unidade de inspeção, para verificação das condições gerais do ambiente da mercadoria ou produto, procedendo a todas as anotações pertinentes.

4.5.3.2. Caso o produto se apresente em condições normais, serão executados os procedimentos regulares de amostragem estabelecidos no Plano para Coleta de Amostras, Quadros 1 e 2 abaixo.

4.5.3.3. O lote ou sublote objeto de amostragem deve ser inicialmente marcado e identificado com o código de remessa para permitir sua adequada correlação com as amostras, etiquetas e todos os demais documentos do produto.

4.5.3.4. O número de amostras simples ou incrementos a serem coletados será de no mínimo 10 e no máximo 100, definido conforme os critérios e os valores dos quadros 1 e 2 abaixo.

Quadro 1: Número de amostras simples ou incrementos em função da massa do lote.

Tamanho do lote (em toneladas)	Número de amostras simples ou incrementos
$\leq 0,1$	10
$> 0,1 \leq 0,2$	15
$> 0,2 \leq 0,5$	20
$> 0,5 \leq 1,0$	30
$> 1,0 \leq 2,0$	40
$> 2,0 \leq 5,0$	60
$> 5,0 \leq 10,0$	80
$> 10,0 \leq 15,0$	100

4.5.3.5. O tamanho de cada incremento ou da amostra simples é de aproximadamente 300 g (trezentos gramas). No caso dos lotes se apresentarem em embalagens para venda a retalho, a massa do incremento será determinada em função da massa da embalagem.

4.5.3.6. O tamanho da amostra global é de 30 kg, devendo ser coletada conforme os critérios de amostragem constantes nos Quadros 1 e 2, deste regulamento e procedimentos operacionais contidos em Instrução Normativa complementar.

4.5.3.7. Os grandes lotes devem ser subdivididos em sublotes e cada sublote deve ser objeto de uma amostragem separada.

4.5.3.8. A subdivisão dos lotes em sublotes deve ser em função da massa dos lotes a serem amostrados, conforme os critérios e os valores do quadro 2 abaixo:

Quadro 2: Subdivisão dos lotes em sublotes em função da massa do lote.

Tamanho do lote (em toneladas)	Massa do lote ou número dos sublotes*	Número de amostras simples ou incremento	Tamanho da Amostra global (kg)
$\geq 500 > 125$ e $< 500 \geq 15$ e $\leq 125 < 15$	100 toneladas 5 sublotes 25 toneladas-	100 100 100 10-100*	30 30 30 < ou =30

(*) Segundo a massa do lote - ver quadro 1 do presente regulamento.

(*) Procurar obter sublotes cuja subdivisão de lote seja o mais equitativo ou proporcional possível.

Ex: 125 toneladas (5 sublotes de 25 toneladas);

500 toneladas (5 sublotes de 100 toneladas).

4.5.3.9. Sem prejuízo dos critérios de amostragem previstos no Quadro 2, a fórmula seguinte pode ser utilizada como guia para a amostragem dos lotes comercializados em sacos ou em embalagens individuais.

4.5.3.10. Frequência de amostragem (F): indica a frequência ou intervalos regulares de amostragem ou o número de embalagens individuais das quais será colhido um incremento, devendo as casas decimais serem arredondadas para o número inteiro mais próximo:

$$(F) = \text{Tamanho do lote (kg)} \times \text{tamanho do incremento (kg)}$$

Tamanho de amostra global (kg) X tamanho de uma embalagem individual (kg)

4.5.3.11. A amostra global ou composta de 30 kg, obtida conforme o disposto no item anterior, deverá ser devidamente acondicionada em embalagem apropriada, identificada, lacrada e embalada para transporte, visando seu envio imediato ao laboratório responsável pelas análises.

4.5.3.12. Quando a determinação de aflatoxina for realizada somente na parte comestível, a amostra global de 30 Kg deverá ser totalmente descascada, observando-se as condições técnicas ambientes e de manuseio, descasque e separação das amêndoas, embalagem, identificação e preparo para envio ao LACQSA/MG para análise; todas as castanhas que compõe uma amostra de 30 kg devem estar presentes, ou seja, a amostra não pode ser selecionada e toda a operação deverá ser acompanhada pelo Fiscal Federal Agropecuário responsável pela amostragem ou estar sob sua responsabilidade.

4.5.3.12.1. Este procedimento deve ser totalmente rastreável e constar dos procedimentos internos de certificação da castanha.

4.5.3.12.2. Será de responsabilidade do exportador/beneficiador proporcionar o local e equipamentos apropriados para o descasque das castanhas, bem como fornecer pessoal treinado para este fim, atendendo as orientações técnicas específicas estabelecidas pelo LACQSA/MG.

4.5.3.12.3. O peso das amêndoas, determinado imediatamente após o descasque, deverá ser informado no campo específico do Termo de Envio de Amostras.

4.5.3.13. Durante o processo de amostragem serão lavrados e/ou preenchidos adequadamente os documentos necessários ao procedimento de coleta, identificação e envio de amostras (Código de Remessa, Termo de Fiscalização e Coleta de Amostra, Termo de Ocorrência, Termo de Envio de Amostra para Análise de Micotoxinas, Etiquetas de Amostra ou de Fiscalização).

5. AMOSTRA ANALÍTICA

5.1. Responsável pela Amostra Analítica

5.1.1. A obtenção da amostra analítica é de responsabilidade do laboratório. Todas as amostras de trabalho (subamostras) devem ser moídas, separadamente, e cuidadosamente misturadas. As amostras devem ser transformadas em pastas para garantir uma homogeneização completa. Deverão ser obtidas 3 (três) amostras analíticas. Uma quarta amostra para fins de controle interlaboratorial pela CLAV/LACQSA deverá ser retirada da amostra do Laboratório. As amostras, de no mínimo 200 g cada uma, deverão ser devidamente embaladas, acondicionadas, etiquetadas, identificadas e lacradas. O método de preparação da amostra pode aplicar-se a castanha com casca e sem casca.

5.1.1.1. A amostragem para a análise de triagem pode ser preparada e homogeneizada de uma só vez na totalidade da amostra global.

5.1.2. Para a obtenção da amostra analítica, a amostra global, de trabalho ou subamostra devem ser utilizadas exatamente no estado em que foram recebidas, sendo expressamente vedada toda e qualquer alteração ou manuseio que as descaracterizem.

5.1.3. As amostras analíticas terão a seguinte destinação: 1 (uma) via para o laboratório (prova), 1 (uma) via para a fiscalização (contraprova), 1 (uma) via para o detentor do produto, destinada a medidas executórias ou a procedimentos de arbitragem, e 1 (uma) via de controle.

5.1.4. Cálculo da proporção de casca/amêndoa na castanha inteira: no caso da preparação de amostra em casca, o método de amostragem e de análise deve incluir a estimativa da massa da castanha (amêndoa) na amostra global. Este valor é estimado mediante a aplicação de um fator de correção adequado, que represente a proporção de casca relativamente à amêndoa nas castanhas inteiras (com casca). Essa proporção permite determinar a quantidade da amêndoa, na amostra global utilizada para a preparação e a análise da amostra. Para essa finalidade deverá ser retirada da amostra global 100 (cem) castanhas com casca. A proporção pode ser obtida pesando as 100 castanhas inteiras (com casca), depois retirando as cascas e pesando as porções de cascas e de amêndoas. Esse fator determinado pelo laboratório pode ser levado em conta nos trabalhos de análise a serem efetuados. Mas, se a amostra analisada exceder o limite máximo estabelecido, a proporção deve ser determinada para aquela amostra específica, usando as 100 castanhas que devem ser separadas antes da moagem da amostra analítica.

5.1.4.1. Nesse caso devem ser retiradas 100 castanhas no momento da divisão da amostra global em 3 subamostras. A divisão destas amostras, do ponto de vista da fiscalização/amostragem, deve ser realizada por Fiscal Federal Agropecuário, uma vez que cada subamostra deve ser lacrada e não poderá mais ser manipulada do ponto de vista de amostragem.

5.2. Rotulagem e Armazenamento de Amostras

5.2.1. O armazenamento e a guarda das amostras para fins de contraprova, soluções de controvérsia e controle interlaboratorial são de responsabilidade do laboratório oficial ou credenciado e sua validade máxima será de 1 (um) mês, para fins de contestação de resultado analítico, quando a amostra for destinada ao mercado interno, e 6 (seis) meses em caso de amostras destinadas a exportação. Este prazo poderá ser maior caso o serviço de inspeção e fiscalização solicite por escrito ao Laboratório. Caso o interessado solicite a guarda da terceira amostra, conforme destinação mencionada no item 5.2.2.4.3, o mesmo deverá assinar termo de responsabilidade de manutenção das condições técnicas para conservação e integridade das suas características.

5.2.2. O laboratório deverá ter procedimentos claros e rastreáveis de controle de registro, preparo e armazenamento de amostras que garantam a rastreabilidade completa da amostra.

5.2.2.1. Afixar na embalagem na qual a amostra será acondicionada etiqueta contendo o código da amostra no laboratório.

5.2.2.2. Em caso de saco plástico, a etiqueta deve ser afixada internamente e o excesso de ar da embalagem deve ser retirado. Pode-se usar procedimento equivalente.

5.2.2.3. Em caso de outro tipo de embalagem, a etiqueta deve ser afixada externamente, sendo assegurado que durante o armazenamento permaneça intacta; pode-se usar procedimento equivalente.

5.2.2.4. As amostras de produtos que se destinam à exportação ou importação, coletadas pelo MAPA, deverão ser divididas em 4 vias:

- a) via para análise de micotoxinas (nomeada Laboratório);
- b) via à disposição do PVA (nomeada Contraprova);
- c) via à disposição do proprietário (nomeada Proprietário);
- d) via para controle ou via de aferição interlaboratorial (nomeada Controle Interlaboratorial).

5.2.2.4.1. O excedente da massa de amostra que foi subdividida pode ser descartado.

5.2.2.5. Todos os recipientes das amostras devem ser lacrados, com exceção das amostras de pesquisa, extensão e orientação, com lacre numerado, datado e assinado pelo responsável pelo preparo ou RT, observando os procedimentos abaixo:

- a) afixar fita adesiva sobre o lacre;
- b) o número do lacre deve ser riscado em ficha específica de controle para lacre e assinada;
- c) o número do lacre deverá ser registrado em Ficha ou Livro de Registro de amostra/análise.

5.2.3. As amostras para fins de contraprova, soluções de controvérsia e controle interlaboratorial devem, depois de preparadas, ser armazenadas sob temperatura de congelamento (-18 °C), sob a guarda do laboratório que realizou a análise.

5.2.4. O local não pode ser acessível a pessoas estranhas (condições de segurança).

5.2.5. As amostras deverão estar, devidamente, identificadas, codificadas e serem organizadas de acordo com a época ou data de amostragem, de forma a facilitar sua localização, quando requisitada.

5.2.6. As amostras deverão estar protegidas de qualquer dano, contaminação ou da ação de agentes externos, em qualquer das fases de seu manuseio ou guarda.

5.3. Critérios para Aceitação e Rejeição de Lote: a aceitação ou rejeição de um lote ou sublote está condicionada ao limite máximo de contaminação por aflatoxinas permitido em legislação específica vigente e à destinação do produto.

5.3.1. Para lote de castanha do Brasil a ser submetido a um tratamento de triagem ou a outros tratamentos físicos, deve atender aos requisitos:

5.3.1.1. Aceitação, se o resultado analítico da amostra global ou a média dos resultados das análises das subamostras respeitarem o limite máximo.

5.3.1.2. Rejeição, se o resultado analítico da amostra global ou a média dos resultados das análises das subamostras exceder o limite máximo.

5.3.2. Para a castanha do Brasil destinada ao consumo humano direto:

5.3.2.1. Aceitação, se nenhuma das subamostras exceder o limite máximo.

5.3.2.2. Rejeição, se uma ou várias subamostras excederem o limite máximo.

5.3.3. No caso de uma amostra global com peso inferior a 10kg:

5.3.3.1. Aceitação, se a amostra global respeitar o limite máximo.

5.3.3.2. Rejeição, se a amostra exceder o limite máximo.

6. MÉTODOS ANALÍTICOS

6.1. Requisito Específico: os métodos adotados deverão atender os critérios mínimos de desempenho de métodos analíticos, estabelecidos no Quadro 3, abaixo especificado:

Quadro 3

Faixa de Concentração (ug/Kg)	Aflatoxinas B ₁ + B ₂ + G ₁ + G ₂		
	Recuperação (%)	RSD _R %	RSD _R %
Branco	Negligenciável	2 x o valor determinado pela equação	Precisão deve ser calculada como 0.66 de
1-10	70-110	de Horwitz	RSD _R na concentração de interesse
>10	80 - 110		

6.2. Métodos Analíticos: serão adotados os métodos quantitativos que atendam aos critérios estabelecidos no item 6.1 ou métodos oficiais para análise de micotoxinas publicados pela Instrução Normativa SDA nº 09, de 2000, e suas atualizações, ou métodos quantitativos que possam vir a ser adotados pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.

6.3. Método para controle da solução padrão: a padronização e controle das soluções padrões de aflatoxinas B₁, B₂, G₁, G₂ deverão observar os procedimentos publicados na Instrução Normativa DAS nº 09, de 24 de março de 2000, e no *Official Methods of Analysis (OMA) of the AOAC International* e suas atualizações.

7. OPERACIONALIZAÇÃO DA AMOSTRAGEM, MODELOS DE DOCUMENTOS E FORMULÁRIOS

7.1. Os procedimentos operacionais ou fluxograma de amostragem, documentos e demais procedimentos necessários para operacionalização do presente Regulamento Técnico (roteiro, etiquetas, certificados, modelos de relatórios e formulários e demais documentos aplicáveis) serão estabelecidos por meio de instrução complementar pelo Órgão Técnico competente do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.