

Workshop para Avaliadores de Laboratórios e  
Especialistas voltados à Agricultura e Pecuária  
Programa MAPA

Tema: **Contaminantes Orgânicos em Produtos de Origem  
animal e em Alimentos para Animais**

Palestrante: **Rafael Pissinatti**

MINISTÉRIO DA  
**AGRICULTURA, PECUÁRIA  
E ABASTECIMENTO**

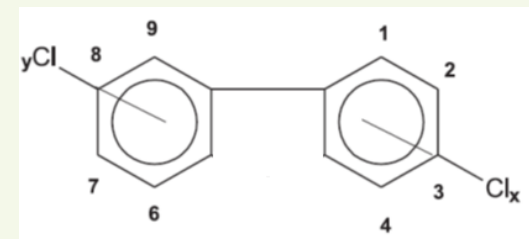
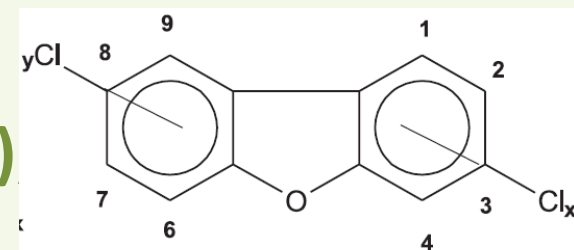
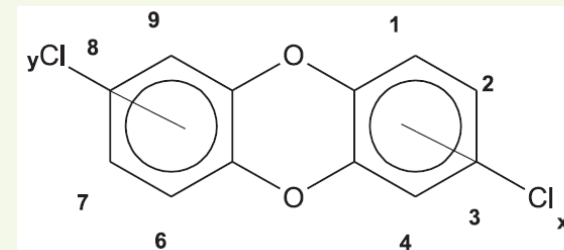
# Histórico



# Contaminantes Orgânicos em Produtos de Origem animal e em Alimentos para Animais

## Dioxinas

- Dibenzo-p-dioxinas policloradas  
(Polychlorinated dibenzo-p-dioxins - PCDD)
- Dibenzo-furanos policlorados  
(Polychlorinated dibenzofurans - PCDF)
- Bifenilas policloradas  
(Polychlorinated Biphenyls- PCBs)



Toxicidade elevada:

7 PCDD

10 PCDF

12 PCBs-dl

**Total: 29 compostos**

# Escopo

PCDD/F

1	2378-TCDF
2	2378-TCDD
3	12378-PeCDF
4	23478-PeCDF
5	12378-PeCDD
6	123478-HxCDF
7	123678-HxCDF
8	234678-HxCDF
9	123478-HxCDD
10	123678-HxCDD
11	123789-HxCDD
12	123789-HxCDF
13	1234678-HpCDF
14	1234678-HpCDD
15	1234789-HpCDF
16	OCDD
17	OCDF
18	PCB-81
19	PCB-77
20	PCB-126
21	PCB-169
22	PCB-123
23	PCB-118
24	PCB-114
25	PCB-105
26	PCB-167
27	PCB-156
28	PCB-157
29	PCB-189

PCBs-dl  
# IUPAC


PCB-105  
PCB-167  
PCB-156  
PCB-157  
PCB-189

PCBs  
indicadores

# Escopo

## - Alimentos:

- Gordura animal (aves, bovino, suíno)
- Leite
- Peixes
- Ovos

	<b>ESCOPO DA ACREDITAÇÃO – ABNT NBR ISO/IEC 17025 – ENSAIO</b>		
Norma de Origem: NIT-DICLA-016		Folha: 3	Total de Folhas: 23
<b>ACREDITAÇÃO N°</b>	<b>TIPO DE INSTALAÇÃO</b>		
<b>CRL 0350</b>	<b>INSTALAÇÃO PERMANENTE</b>		
<b>ÁREA DE ATIVIDADE / PRODUTO</b>	<b>CLASSE DE ENSAIO / DESCRIÇÃO DO ENSAIO</b>	<b>NORMA E /OU PROCEDIMENTO</b>	
<b><u>ALIMENTOS E BEBIDAS</u></b>	<b><u>ENSAIOS QUÍMICOS</u></b>		
PEIXE	Quantificação de Dioxinas, Furanos e Bifenilas Policloradas em Peixe por Cromatografia Gasosa e Espectrometria de Massas de Alta Resolução.	MET/LDP/PL/004- V.3	

- Produtos destinados à alimentação animal (ração final, pré-misturas, suplementos, ingredientes, ...)

# Monitoramento Alimentos

- **INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 20, DE 26 DE JULHO DE 2018 (Publicado no DOU em: 31/07/2018)**



Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes

O SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA, DO MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso das atribuições que lhe conferem os arts. 18 e 53, ambos do Anexo I do Decreto no 8.852, de 20 de setembro de 2016, tendo em vista o disposto na Portaria no 51, de 6 de fevereiro de 1986, na Portaria no 527, de 15 de agosto de 1995, na Instrução Normativa SDA Nº 42, de 20 de dezembro de 1999, e o que consta do Processo no 21000.010168/2018-31, resolve:

Art. 1º Aprovar o plano de amostragem e limites de referência para o Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes em Produtos de Origem Animal - PNCRC de 2018 para as cadeias de carnes bovina, suína, caprina, ovina, equina, coelho, aves, avestruz, de leite, pescado, mel e ovos.

§ 1º O plano de amostragem e limites de referência de que trata o caput será publicado no sítio eletrônico do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.

Art. 2º As análises de que trata o art. 1o desta Instrução Normativa serão realizadas nos laboratórios oficiais e credenciados pertencentes à Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários do Sistema Unificado de Atenção à Sanidade Agropecuária, na forma estabelecida pela Instrução Normativa Nº57, de 11 de dezembro de 2013.

Art. 3º Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

Art. 4º Fica revogada a Instrução Normativa SDA Nº 16, de 08 de maio de 2018.

LUIS EDUARDO PACIFICI RANGEL

# Monitoramento Alimentos

- INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 20, DE 26 DE JULHO DE 2018 (Publicado no DOU em: 31/07/2018)



Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes

TABELA 1 – PLANO DE AMOSTRAGEM DAS CADEIAS DE CARNES – PNCRC 2018

Classe da Substância	Substância	Matriz Analisada	LIMITES DE REFERÊNCIA (µg/Kg)						Nº de amostras
			Bovinos	Equinos	Suínos	Aves	Avestruz/ Coelho	Caprino/ Ovino	
Dioxinas, Furanos e PCBs	PCDDs, PCDFs e PCBs	Gordura	PCDD/F: 2,5 pg/g <sup>(11)(12)</sup> PCDD/F-PCB: 4,0pg/g <sup>(11)(12)</sup>	--	PCDD/F: 1,0 pg/g <sup>(11)(12)</sup> PCDD/F-PCB: 1,25 pg/g <sup>(11)(12)</sup>	PCDD/F: 1,7 5 pg/g <sup>(11)(12)</sup> PCDD/F-PCB: 3,0 pg/g <sup>(11)(12)</sup>	--	--	Aves – 300 Bovinos – 40 Suínos – 150

# Monitoramento Produtos destinados à alimentação animal

## INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 9, DE 12 DE MAIO DE 2016

O SECRETÁRIO DE DEFESA AGROPECUÁRIA, DO MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que lhe conferem os Arts. 13 e 45 do Anexo I do Decreto nº 8.492, de 13 de julho de 2015, tendo em vista o disposto no Decreto nº 6.296, de 11 de dezembro de 2007 e o que consta do Processo nº 21000.008676/2015- 14, resolve:

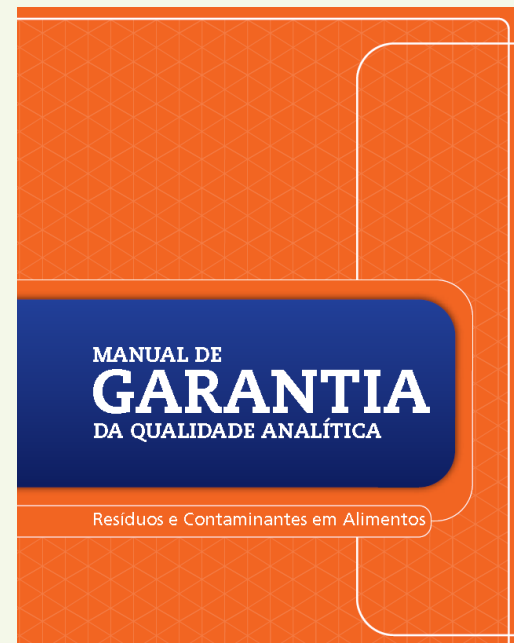
Art. 1º. Estabelecer os limites máximos de dioxinas e bifenilas policloradas sob a forma de dioxinas (PCBs-dl) em produtos destinados à alimentação animal conforme segue:

Contaminantes	Produtos destinados à alimentação animal	Limite máximo em ng PCDD/F-TEQOMS/kg de alimento (1) para um teor de umidade de 12 %
l) Dioxinas [soma das dibenzo-para-dioxinas policloradas (PCDD) e dos dibenzofuranos policlorados (PCDF), expressa em equivalente tóxico OMS com base nos fatores de equivalência tóxica da OMS (TEF-OMS) de 2005] (2)	a) Ingredientes de origem vegetal, incluindo os óleos vegetais e seus subprodutos	0,50 <b>0,75</b> ng TEQ PCDD/F OMS /kg
	b) Ingredientes para alimentação animal de origem mineral	0,50 <b>0,75</b> ng TEQ PCDD/F OMS /kg
	c) Gordura animal, incluindo a gordura do leite e do ovo	1,5 ng TEQ PCDD/F OMS /kg
	d) Outros produtos provenientes de animais terrestres, incluindo o leite, os produtos lácteos, os ovos e os ovoprodutos	0,75 ng TEQ PCDD/F OMS /kg
	e) Óleo de peixe	5,0 ng TEQ PCDD/F OMS /kg
	f) Peixes, outros animais aquáticos e produtos deles derivados, à exceção de óleo de peixe, proteínas de peixe hidrolisadas que contenham mais de 20% de gordura e farinha de crustáceos	1,25 ng TEQ PCDD/F OMS /kg
	g) Proteínas de peixe hidrolisadas que contenham mais de 20% de gordura e farinha de crustáceos	1,75 ng TEQ PCDD/F OMS /kg



# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

- Manual de garantia da qualidade analítica. / Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. – Brasília: MAPA/ACS, 2011.



# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

- EPA 1613 REV. B;
- REGULAMENTO (UE) 2017/644 DA COMISSÃO de 5 de abril de 2017: estabelece métodos de amostragem; critérios de desempenho de métodos para determinados géneros alimentícios (revoga o Regulamento (UE) n.o 589/2014)
- REGULAMENTO (UE) 2017/771 DA COMISSÃO de 3 de maio de 2017 (Alimentos para animais)

# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

**1 - Uso de padrão interno  $^{13}\text{C}$  marcado é mandatório;**

**2- Método confirmatório: até 2014, uso de HRMS era mandatório. Após 2014 MS/MS foi permitido.**



# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

3 – Separação de áreas incompatíveis (LQs em ordem de grandeza de ppt - fg);

4 - LQs devem ser adequados no somatório (TEQ);

5- Incerteza deve ser reportada também no somatório (TEQ);

# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

- Limite máximo permitido é dado no somatório TEQ

Art. 1º. Estabelecer os limites máximos de dioxinas e bifenilas policloradas sob a forma de dioxinas (PCBs-dl) em produtos destinados à alimentação animal conforme segue:

Contaminantes	Produtos destinados à alimentação animal	Limite máximo em ng PCDD/F-TEQOMS/kg de alimento (1) para um teor de umidade de 12 %

IN 09, 2016

# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

## - Limites máximos permitidos no somatório TEQ

	Composto	[ ]
	-	pg/g
1	2378-TCDF	0,29
2	2378-TCDD	<0,05
3	12378-PeCDF	0,17
4	23478-PeCDF	<0,05
5	12378-PeCDD	<0,10
6	123478-HxCDF	0,88
7	123678-HxCDF	0,69
8	234678-HxCDF	0,40
9	123478-HxCDD	0,16
10	123678-HxCDD	0,12
11	123789-HxCDD	0,05
12	123789-HxCDF	<0,10
13	1234678-HpCDF	0,35
14	1234678-HpCDD	0,11
15	1234789-HpCDF	<0,10
16	OCDD	121,30
17	OCDF	98,40

Limites superiores de concentração

=

Total incluindo LQ

=

Maior valor possível

=

Nível *upperbound*: utiliza o valor do LQ para cada congêneres não quantificado.

Total PCDD/F(pg TEQ-OMS/g) = 0,51

# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

## - Limites máximos permitidos no somatório TEQ

Art. 1º. Estabelecer os limites máximos de dioxinas e bifenilas policloradas sob a forma de dioxinas (PCBs-dl) em produtos destinados à alimentação animal conforme segue:

Contaminantes	Produtos destinados à alimentação animal	Limite máximo em ng PCDD/F-TEQOMS/kg de alimento (1) para um teor de umidade de 12 %
---------------	--	--

(1) Limites superiores de concentração: os limites superiores de concentração são calculados a partir do pressuposto de que todos os valores dos diferentes congêneres inferiores ao limite de quantificação são iguais a este limite.

IN 09, 2016

# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

- LQ do somatório deve ser adequado ao uso pretendido

	Composto	[ ]	TEF OMS 2005	TEQi
	-	pg/g	(-)	Pg TEQ/g
1	2378-TCDF	<0,24	0,1	<b>0,02</b>
2	2378-TCDD	<0,05	1	<b>0,05</b>
3	12378-PeCDF	<0,10	0,03	<b>0,00</b>
4	23478-PeCDF	<0,10	0,3	<b>0,03</b>
5	12378-PeCDD	<0,10	1	<b>0,10</b>
6	123478-HxCDF	<0,10	0,1	<b>0,01</b>
7	123678-HxCDF	<0,10	0,1	<b>0,01</b>
8	234678-HxCDF	<0,10	0,1	<b>0,01</b>
9	123478-HxCDD	<0,10	0,1	<b>0,01</b>
10	123678-HxCDD	<0,10	0,1	<b>0,01</b>
11	123789-HxCDD	<0,10	0,1	<b>0,01</b>
12	123789-HxCDF	<0,10	0,1	<b>0,01</b>
13	1234678-HpCDF	<0,25	0,01	<b>0,00</b>
14	1234678-HpCDD	<0,25	0,01	<b>0,00</b>
15	1234789-HpCDF	<0,25	0,01	<b>0,00</b>
16	OCDD	<0,50	0,0003	<b>0,00</b>
17	OCDF	<0,50	0,0003	<b>0,00</b>

} Σ

- LQ alvo até cerca de 1/5 do limite máximo permitido.

- Aceita-se até 1/3.

Total PCDD/F(pg TEQ-OMS/g) =

**0,28 ( upperbound )**



# MÉTODOS E VALIDAÇÃO

## - Valor da U no somatório

ANALITO	RESULTADO (ng/Kg)	INCERTEZA (ng/Kg)	TEQi (ng TEQ-OMS/kg)
2378-TCDF	0,22	--	0,02
2378-TCDD	<0,05	--	0,05
12378-PeCDF	0,16	--	0,00
23478-PeCDF	<0,05	--	0,02
12378-PeCDD	0,33	--	0,33
123478-HxCDF	<0,05	--	0,01
123678-HxCDF	1,04	--	0,10
234678-HxCDF	0,17	--	0,02
123478-HxCDD	<0,05	--	0,01
123678-HxCDD	2,52	--	0,25
123789-HxCDD	2,83	--	0,28
123789-HxCDF	3,09	--	0,31
1234678-HpCDF	0,14	--	0,00
1234678-HpCDD	1,19	--	0,01
1234789-HpCDF	2,04	--	0,02
OCDD	0,62	--	0,00
OCDF	0,24	--	0,00
<b>Total Dioxinas e Furanos (ng TEQ-OMS/kg)</b>	-	--	<b>1,34 ± 0,20</b>

# Expressão dos resultados

- Alimentos: resultado em base de gordura (exceto para peixes);
- Alimentos para animais: resultado em base de produto, para 12% de umidade.

# LABORATÓRIOS CREDENCIADOS



## Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

Secretaria de Defesa Agropecuária – SDA

Coordenação-Geral de Laboratórios Agropecuários – CGAL/SDA

### **SGS CRONOLAB LTDA.**

Nome Empresarial: SGS ENVIRON LTDA

CNPJ: 12.301.267/0001-06

Endereço: Avenida Alfredo Balthazar da Silveira, nº 1785 – Loja A

Bairro: Recreio dos Bandeirantes

CEP: 22.790-710

Cidade: Rio de Janeiro/RJ

Fone/Fax: (21) 2487 4477

Responsável pela Direção do Laboratório: Henrique da Silva Mend

E-mail: [henrique.mendes@sgs.com](mailto:henrique.mendes@sgs.com)

Portaria: nº 109, de 17/10/2016 - Revogada

D.O.U.: nº 202, de 20/10/2016, Seção 1, pág.: 10.

Portaria: nº 133, de 11/11/2017

D.O.U.: nº 217, de 13/11/2017, Seção 1, pág.: 3.

Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento



## Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

Secretaria de Defesa Agropecuária – SDA

Coordenação-Geral de Laboratórios Agropecuários – CGAL/SDA

Data de atualização: 19.09.2018

### **ANALYTICAL TECHNOLOGY SERVIÇOS ANALÍTICOS E AMBIENTAIS LTDA.**

Nome Empresarial: EUROFINS ANATECH.

CNPJ: 05.128.545/0005-25

Endereço: Avenida Senador Vergueiro, nº 4303

Bairro: Rudge Ramos

CEP: 09605-000

Cidade: São Bernardo do Campo/SP

Fone/Fax: (11) 5904-8800

Responsável pela Direção do Laboratório: Vladimir Oliveira Elias

E-mail: [vladimir.elias@anatech.com.br](mailto:vladimir.elias@anatech.com.br)

Portaria: nº 55, de 15.06.2016

D.O.U.: nº 118, de 22.06.2016, Seção 1, pág.: 3

MINISTÉRIO DA  
AGRICULTURA, PECUÁRIA  
E ABASTECIMENTO



**Obrigado!**  
**[rafael.pissinatti@agricultura.gov.br](mailto:rafael.pissinatti@agricultura.gov.br)**