

DIRECTIVA 2005/10/CE DE LA COMISIÓN**de 4 de febrero de 2005****por la que se establecen los métodos de muestreo y de análisis para el control oficial del contenido de benzo(a)pireno en los productos alimenticios****(Texto pertinente a efectos del EEE)**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Artículo 1

Vista la Directiva 85/591/CEE del Consejo, de 20 de diciembre de 1985, referente a la introducción de modos de toma de muestras y de métodos de análisis comunitarios para el control de los productos destinados a la alimentación humana⁽¹⁾, y, en particular, su artículo 1,

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias a fin de velar por que la toma de muestras para el control oficial del contenido de benzo(a)pireno en los productos alimenticios se efectúe de acuerdo con los métodos que se indican en el anexo I de la presente Directiva.

Artículo 2

Considerando lo siguiente:

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias para garantizar que la preparación de la muestra y los métodos de análisis utilizados para el control oficial del contenido de benzo(a)pireno en los productos alimenticios cumplan los criterios que se indican en el anexo II de la presente Directiva.

Artículo 3

(1) El Reglamento (CE) n° 466/2001 de la Comisión, de 8 de marzo de 2001, por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios⁽²⁾, establece contenidos máximos de benzo(a)pireno y hace referencia a medidas que determinan los métodos de análisis y toma de muestras que deben utilizarse.

Los Estados miembros adoptarán las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para ajustarse a lo dispuesto en la presente Directiva a más tardar en el plazo de los doce meses siguientes a su publicación. Comunicarán inmediatamente a la Comisión el texto de dichas disposiciones, así como una tabla de correspondencias entre las mismas y la presente Directiva.

(2) La Directiva 93/99/CEE del Consejo, de 29 de octubre de 1993, sobre medidas adicionales relativas al control oficial de los productos alimenticios⁽³⁾, introduce un sistema de normas de calidad para los laboratorios encargados por los Estados miembros del control oficial de los productos alimenticios.

Cuando los Estados miembros adopten dichas disposiciones, éstas harán referencia a la presente Directiva o irán acompañadas de dicha referencia en su publicación oficial. Los Estados miembros establecerán las modalidades de dicha referencia.

(3) Parece necesario fijar los criterios generales que debe cumplir el método de análisis para que los laboratorios encargados del control utilicen métodos de análisis cuyos resultados sean comparables. También es esencial que los resultados analíticos se comuniquen e interpreten de manera uniforme a fin de garantizar un enfoque armonizado en la ejecución. Dichas normas de interpretación son aplicables a los resultados analíticos obtenidos de las muestras destinadas al control oficial. En caso de análisis con fines de defensa del comercio o de arbitraje, se aplican las normas nacionales.

Artículo 4

(4) Las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal.

La presente Directiva entrará en vigor el vigésimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de la Unión Europea*.

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 4 de febrero de 2005.

Por la Comisión
Markos KYPRIANOU
Miembro de la Comisión

⁽¹⁾ DO L 372 de 31.12.1985, p. 50. Directiva modificada por el Reglamento (CE) n° 1882/2003 del Parlamento Europeo y del Consejo (DO L 284 de 31.10.2003, p. 1).

⁽²⁾ DO L 77 de 16.3.2001, p. 1. Reglamento cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 208/2005 (Véase la página 3 del Diario Oficial).

⁽³⁾ DO L 290 de 24.11.1993, p. 14. Directiva modificada por el Reglamento (CE) n° 1882/2003.

ANEXO I

MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS PARA EL CONTROL OFICIAL DEL CONTENIDO DE BENZO(A)PIRENO EN LOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS**1. Objeto y ámbito de aplicación**

Las muestras destinadas a los controles oficiales del contenido de benzo(a)pireno en los productos alimenticios se tomarán de acuerdo con las normas indicadas a continuación. Las muestras globales así obtenidas se considerarán representativas de los lotes. La conformidad de los lotes, por lo que se refiere a los contenidos máximos fijados en el Reglamento (CE) n° 466/2001, se determinará en función del contenido encontrado en las muestras de laboratorio.

2. Definiciones

«Lote»: cantidad identificable de producto alimenticio, entregada en una vez y que presenta, a juicio del agente responsable, características comunes, como el origen, la variedad, el tipo de envase, el envasador, el expedidor o el marcado.

«Sublote»: parte de un lote más grande designada para aplicar sobre ella el método de toma de muestras; cada sublote deberá estar separado físicamente y ser identificable.

«Muestra elemental»: cantidad de material tomado en un único lugar del lote o sublote.

«Muestra global»: el total combinado de todas las muestras elementales tomadas del lote o sublote.

«Muestra de laboratorio»: muestra destinada al laboratorio.

3. Disposiciones generales**3.1. Personal**

La toma de muestras deberá ser efectuada por una persona autorizada a tal efecto, según las disposiciones vigentes en los Estados miembros.

3.2. Producto

Todo lote que se examine será objeto de un muestreo separado.

3.3. Precauciones

Durante el muestreo y la preparación de las muestras, deberán tomarse precauciones con el fin de evitar toda alteración que pueda afectar al contenido de benzo(a)pireno, influir de manera adversa en la determinación analítica o invalidar la representatividad de las muestras globales.

3.4. Muestras elementales

En la medida de lo posible, las muestras elementales se tomarán en distintos puntos del lote o sublote. Toda excepción a esta norma deberá señalarse en el acta.

3.5. Preparación de la muestra global

La muestra global se obtiene agrupando todas las muestras elementales. Esta muestra global se homogeneiza en el laboratorio a menos que esto sea incompatible con la aplicación del punto 3.6.

3.6. Muestras idénticas de laboratorio

Las muestras idénticas de laboratorio, tomadas para garantizar el cumplimiento de la normativa, o con fines de defensa del comercio o de arbitraje procederán de la muestra homogeneizada global, a condición de que este procedimiento no contravenga la normativa de los Estados miembros en materia de toma de muestras.

3.7. Acondicionamiento y envío de las muestras de laboratorio

Cada muestra se colocará en un recipiente limpio, de material inerte, que ofrezca una protección adecuada contra la contaminación y el deterioro que pudieran resultar del transporte. Habrán de tomarse todas las precauciones necesarias para evitar cualquier modificación de la composición de la muestra que pudiera ocurrir durante el transporte o el almacenamiento.

3.8. Precintado y etiquetado de las muestras

Cada muestra tomada para uso oficial se precintará en el lugar del muestreo y se identificará según las disposiciones vigentes en el Estado miembro.

Para cada toma de muestras, se establecerá un acta de muestreo que permita identificar sin ambigüedad el lote muestreado e indicar la fecha y el lugar del muestreo, así como toda información adicional que pueda ser útil al analista.

4. Planes de muestreo

El método de muestreo utilizado garantizará que la muestra global sea representativa del lote que vaya a controlarse.

4.1. Número de muestras elementales

En el caso de los aceites, para los que se supone una distribución homogénea del benzo(a)pireno en un lote determinado, bastará con tomar tres muestras elementales por cada lote que forme la muestra global. Deberá indicarse el número de lote. Por lo que respecta al aceite de oliva y el aceite de orujo de oliva, el Reglamento (CE) n° 1989/2003⁽¹⁾ proporciona más información relativa al muestreo.

Para los demás productos, el número mínimo de muestras elementales que deben tomarse del lote será el indicado en el cuadro 1. Las muestras elementales serán de un peso similar, superior o igual a 100 g cada una, lo que dará como resultado una muestra global de un peso superior o igual a 300 g (véase el punto 3.5).

CUADRO 1

Número mínimo de muestras elementales que deben tomarse del lote

Peso del lote (expresado en kg)	Número mínimo de muestras elementales que deben tomarse
< 50	3
50 a 500	5
> 500	10

Si el lote está formado por envases individuales, el número de envases que han de tomarse para formar la muestra global se indica en el cuadro 2.

CUADRO 2

Número de envases (muestras elementales) que deben tomarse para formar una muestra global si el lote está formado por envases individuales

Número de envases o unidades del lote o sublote	Número de envases o unidades que deben tomarse
1 a 25	1 envase o unidad
26 a 100	Aproximadamente 5 %, al menos 2 envases o unidades
> 100	Aproximadamente 5 %, como máximo 10 envases o unidades

4.2. Muestro en la fase de comercio minorista

El muestreo que debe aplicarse en la fase de comercio minorista debe realizarse, siempre que sea posible, de conformidad con las disposiciones para el muestreo mencionadas anteriormente. En caso de que no sea posible, podrán aplicarse otros métodos de muestreo eficaces, siempre que garanticen una representatividad suficiente del lote objeto de muestreo.

5. Conformidad del lote o sublote con la especificación

En los casos en los que el resultado obtenido en el primer análisis sea superior o inferior en menos de un 20 % al contenido máximo, el laboratorio de control efectuará análisis duplicados de la muestra de laboratorio tomada para garantizar el cumplimiento de la normativa y, en estos casos, calculará la media de los resultados.

El lote será aceptado si el resultado del primer análisis, o en el caso de que sea necesario efectuar análisis duplicados, la media de los resultados, no supera el contenido máximo respectivo [establecido en el Reglamento (CE) n° 466/2001] teniendo en cuenta la incertidumbre de medición y la corrección en función de la recuperación.

Se considerará que el lote no respeta el contenido máximo [establecido en el Reglamento (CE) n° 466/2001] si el resultado del primer análisis, o en el caso de que sea necesario efectuar análisis duplicados, la media de los resultados, supera el contenido máximo, fuera de toda duda razonable, teniendo en cuenta la incertidumbre de medición y la corrección en función de la recuperación.

⁽¹⁾ DO L 295 de 13.11.2003, p. 57.

ANEXO II

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS Y CRITERIOS QUE DEBEN CUMPLIR LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA EL CONTROL OFICIAL DEL CONTENIDO DE BENZO(A)PIRENO EN LOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS

1. Precauciones y consideraciones generales relativas al benzo(a)pireno en las muestras de alimentos

El requisito básico es obtener una muestra de laboratorio representativa y homogénea sin introducir contaminación secundaria.

El analista velará por que las muestras no se contaminen durante la preparación de la muestra. Los recipientes se lavarán con acetona o hexano de gran pureza (p.A., grado HPLC o equivalente) antes de utilizarlos, con el fin de minimizar el riesgo de contaminación. Siempre que sea posible, el instrumental que vaya a estar en contacto con la muestra estará fabricado con materiales inertes, como aluminio, vidrio o acero inoxidable pulido. Se evitarán los plásticos tales como el polipropileno, el teflón, etc., porque el analito puede adsorber estos materiales.

Para la preparación del material de ensayo se utilizará la totalidad del material de muestra recibido por el laboratorio. Sólo las muestras muy finamente homogeneizadas dan resultados reproducibles.

Existen muchos procedimientos específicos satisfactorios a los que puede recurrirse para la preparación de la muestra.

2. Tratamiento de la muestra recibida en el laboratorio

En la medida en que sea pertinente, se triturará finamente y se mezclará cuidadosamente la muestra global en su integridad según un método reconocido que garantice una completa homogeneización.

3. Subdivisión de las muestras para medidas ejecutorias y acciones de defensa

Las muestras idénticas tomadas para garantizar el cumplimiento de la normativa, o con fines de defensa del comercio o de arbitraje procederán de material homogeneizado, a condición de que ello no contravenga la normativa de los Estados miembros en materia de toma de muestras.

4. Método de análisis que utilizará el laboratorio y medidas de control del laboratorio

4.1. Definiciones

A continuación se recogen algunas de las definiciones más comúnmente utilizadas que el laboratorio deberá aplicar:

$r =$ Repetibilidad: valor por debajo del cual puede esperarse que se sitúe la diferencia absoluta entre los resultados de dos ensayos particulares, obtenidos en condiciones de repetibilidad (es decir, con la misma muestra, el mismo operario, el mismo instrumental, en el mismo laboratorio y en un breve intervalo de tiempo) dentro de los límites de una probabilidad específica (en principio, 95 %); de donde: $r = 2,8 \times s_r$.

$s_r =$ Desviación típica calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad.

$RSD_r =$ Desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

$R =$ Reproducibilidad: valor por debajo del cual puede esperarse que se sitúe la diferencia absoluta entre los resultados de ensayos particulares, obtenidos en condiciones de reproducibilidad (es decir, con material idéntico obtenido por operarios en distintos laboratorios, utilizando el método de ensayo normalizado) dentro de los límites de una probabilidad específica (en principio, 95 %); $R = 2,8 \times s_R$.

$s_R =$ Desviación típica calculada a partir de resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad.

$RSD_R =$ Desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, donde \bar{x} representa la media de los resultados de todos los laboratorios y muestras.

$HORRAT_r =$ La RSD_r observada dividida por el valor RSD_r estimado con la ecuación de Horwitz (referencia 1) utilizando la hipótesis $r = 0,66R$.

$HORRAT_R =$ El valor RSD_R observado dividido por el valor RSD_R calculado con la ecuación de Horwitz.

$U =$ La incertidumbre ampliada, utilizando un factor de cobertura de 2, lo que da un nivel de confianza del 95 % aproximadamente.

4.2. *Exigencias generales*

Los métodos de análisis utilizados para el control de los alimentos deben cumplir las disposiciones de los puntos 1 y 2 del anexo de la Directiva 85/591/CEE del Consejo.

4.3. *Exigencias específicas*

En tanto no se prescriba a escala comunitaria ningún método específico para la determinación del contenido de benzo(a)pireno en los alimentos, los laboratorios podrán aplicar cualquier método validado de su elección, a condición de que el método seleccionado se ajuste a los criterios de aptitud que se indican en el cuadro. Convendría que la validación incluyera un material certificado de referencia.

CUADRO

Criterios de aptitud para los métodos de análisis de benzo(a)pireno

Parámetro	Valor/Comentario
Aplicabilidad	Alimentos especificados en el Reglamento (CE) n° .../2005
Límite de detección	Inferior o igual a 0,3 µg/kg
Límite de cuantificación	Inferior o igual a 0,9 µg/kg
Precisión	Valores HORRAT _r o HORRAT _R inferiores a 1,5 en el ensayo colectivo de validación
Recuperación	50 %-120 %
Especificidad	Libre de interferencias de la matriz o del espectro, verificación de detección positiva

4.3.1. *Criterios de aptitud — Enfoque de la función de incertidumbre*

De todas formas, también se puede emplear un enfoque de incertidumbre para evaluar la adecuación del método de análisis que va a utilizar el laboratorio. El laboratorio puede utilizar un método que produzca resultados con una incertidumbre estándar máxima, que se puede calcular por medio de la siguiente fórmula:

$$Uf = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0.2C)^2]}$$

donde

Uf es la incertidumbre estándar máxima

LOD es el límite de detección del método

C es la concentración con un interés

Si un método analítico proporciona resultados con mediciones de la incertidumbre inferiores a la incertidumbre estándar máxima, el método será igual de adecuado que uno que se ajuste a los criterios de aptitud que se indican en el cuadro.

4.4. *Cálculo de la tasa de recuperación y comunicación de los resultados*

El resultado analítico se registra bajo forma corregida o no en función de la recuperación. Ha de indicarse el método de registro y el coeficiente de recuperación. El resultado analítico corregido en función de la recuperación se utiliza para comprobar el cumplimiento (véase el punto 5 del anexo I).

El analista debería tener en cuenta el informe de la Comisión Europea sobre la relación existente entre los resultados analíticos, la medición de la incertidumbre, los factores de recuperación y las disposiciones previstas en la legislación alimentaria de la UE (referencia 2).

El resultado analítico se expresará como $x \pm U$, siendo x el resultado analítico y U la incertidumbre de medición.

4.5. *Normas de calidad aplicables a los laboratorios*

Los laboratorios deben ajustarse a las disposiciones de la Directiva 93/99/CEE.

4.6. *Otras consideraciones para el análisis**Ensayos de aptitud*

La participación en planes apropiados de ensayos de aptitud se ajustará al *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* (referencia 3) elaborado bajo los auspicios de IUPAC/ISO/AOAC.

Control de calidad interno

Los laboratorios deberán demostrar que han introducido procedimientos para el control de calidad interno, como, por ejemplo, las *ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* (referencia 4).

REFERENCIAS

1. W. Horwitz, *Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs*, Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.
 2. *European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation*, 2004.
(http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm).
 3. ISO/AOAC/IUPAC *International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories*, Edición de M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (publicado también en J. AOAC International, 1993, 76, 926).
 4. ISO/AOAC/IUPAC *International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories*, Edición de M. Thompson y R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-