

**REAL DECRETO 61/2005, de 21 de enero, por el que se fijan los métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido máximo de estaño en los alimentos enlatados.**

La Directiva 2004/16/CE de la Comisión, de 12 de febrero de 2004, por la que se fijan métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido máximo de estaño en los alimentos enlatados, establece los procedimientos de muestreo y los métodos de análisis que se deberán aplicar para el control oficial del contenido de estaño en los grupos de alimentos regulados en el Reglamento (CE) n.º 242/2004 de la Comisión, de 12 de febrero de 2004, que modifica el Reglamento (CE) n.º 466/2001, por lo que respecta al estaño inorgánico en los alimentos.

El referido Reglamento (CE) n.º 242/2004 recoge los grupos de alimentos susceptibles de contener estaño, así como los límites máximos de este contaminante que pueden contener.

Los grupos de alimentos a los que se aplica esta normativa son los alimentos enlatados, bebidas enlatadas y alimentos enlatados para lactantes y niños de corta edad.

Los métodos de análisis previstos en la Directiva 2004/16/CE se refieren al estaño total y son adecuados para los límites máximos de estaño inorgánico regulados en el Reglamento (CE) n.º 242/2004 referido anteriormente, dado que la posible presencia de formas orgánicas de estaño en los alimentos no se considera estimable en relación con los contenidos máximos fijados para el estaño inorgánico.

Por lo que respecta al control oficial, el Real Decreto 50/1993, de 15 de enero, por el que se regula el control oficial de los productos alimenticios, establece los principios generales para la realización del control de los productos alimenticios e incluye, entre otras operaciones, la toma de muestras y el análisis de los parámetros analíticos en los distintos grupos de alimentos. Por su parte, el Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban medidas adicionales sobre el control oficial de productos alimenticios, regula la cualificación técnica y profesional de los agentes que intervienen en el control oficial de productos alimenticios, así como un sistema de calidad para los laboratorios encargados de realizar dichos controles.

En relación con los procedimientos de inspección, el Real Decreto 1945/1983, de 22 de junio, por el que se regulan las infracciones y sanciones en materia de defensa del consumidor y de la producción agroalimentaria, establece los procedimientos de inspección durante la toma de muestras de productos alimenticios, y especifica las muestras legales que se deben tomar para realizar el control oficial de alimentos.

Mediante este real decreto se incorpora al ordenamiento jurídico interno la Directiva 2004/16/CE, para regular los procedimientos de muestreo y los métodos de análisis para el control del estaño en los alimentos que pueden contenerlo, como son los enlatados.

En su elaboración han sido oídos los sectores afectados y las comunidades autónomas, y ha emitido informe preceptivo la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria.

Este real decreto se dicta al amparo de lo dispuesto en el artículo 149.1.16.<sup>a</sup> de la Constitución Española y de acuerdo con lo establecido en los artículos 38 y 40.2 de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad.

En su virtud, a propuesta de la Ministra de Sanidad y Consumo, de acuerdo con el Consejo de Estado y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día 21 de enero de 2005,

**DISPONGO :**

**Artículo 1. Toma de muestras para el control oficial.**

La toma de muestras para el control oficial del contenido máximo de estaño en los productos alimenticios regulados en el Reglamento (CE) n.º 242/2004, de la Comisión, de 12 de febrero de 2004, que modifica el Reglamento (CE) n.º 466/2001, por lo que respecta al estaño inorgánico en los alimentos, se realizará de acuerdo con los métodos descritos en el anexo I.

## Artículo 2. Preparación de muestras y métodos de análisis.

La preparación de la muestra y el método de análisis utilizados para el control oficial del contenido de estaño en los productos alimenticios, regulados en el Reglamento (CE) n.º 242/2004 de la Comisión, de 12 de febrero de 2004, que modifica el Reglamento (CE) n.º 466/2001, por lo que respecta al estaño inorgánico en los alimentos, se realizará de acuerdo con los criterios descritos en el anexo II.

### Disposición final primera. Título competencial.

Este real decreto se dicta de conformidad con los artículos 38 y 40.2 de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad, y al amparo del artículo 149.1.16.ª de la Constitución Española, que atribuye al Estado la competencia exclusiva en materia de bases y coordinación general de la sanidad, así como en materia de sanidad exterior.

### Disposición final segunda. Facultad de desarrollo.

Se faculta al Ministro de Sanidad y Consumo para dictar, en el ámbito de sus competencias, las disposiciones necesarias para el desarrollo de lo establecido en este real decreto y, en particular, para adaptar los anexos a las modificaciones introducidas por la normativa comunitaria.

### Disposición final tercera. Entrada en vigor.

El presente real decreto entrará en vigor el día siguiente al de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Dado en Madrid, el 21 de enero de 2005.

JUAN CARLOS R.

La Ministra de Sanidad y Consumo, ELENA SALGADO MÉNDEZ

## ANEXO I

### **Métodos de toma de muestras para el control oficial del contenido máximo de estaño en los alimentos enlatados**

#### 1. Objeto y ámbito de aplicación

Las muestras destinadas a los controles oficiales del contenido máximo de estaño en los alimentos enlatados regulados en el Reglamento (CE) n.º 242/2004 de la Comisión, de 12 de febrero de 2004, que modifica el Reglamento (CE) n.º 466/2001, por lo que respecta al estaño inorgánico en los alimentos, se tomarán de acuerdo con los métodos descritos a continuación. Las muestras globales así obtenidas se considerarán representativas de los lotes.

La conformidad de los lotes se determinará en función de los contenidos encontrados en las muestras de laboratorio y de acuerdo con los contenidos máximos fijados en el Reglamento (CE) n.º 242/2004.

#### 2. Definiciones

- a) Lote: cantidad de producto alimenticio identificable, 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.
- b) 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.
- c) Muestra elemental: cantidad de material tomada en un único punto del lote o sublote.
- d) Muestra global: agregación de todas las muestras elementales tomadas del lote o sublote.
- e) Muestra de laboratorio: muestra destinada al laboratorio.

### 3. Disposiciones generales

- a) Autoridad competente: los órganos competentes de las comunidades autónomas para el mercado interior, y el Ministerio de Sanidad y Consumo para el comercio extracomunitario.
  - b) Personal: la toma de muestras deberá ser efectuada por personal autorizado a tal efecto por las autoridades competentes.
  - c) Material objeto de muestreo: cualquier lote destinado a ser analizado será objeto de un muestreo separado.
  - d) Precauciones: durante el muestreo y la preparación de las muestras, deberán tomarse precauciones para evitar toda alteración que pueda modificar el contenido de estaño, influir de manera adversa en la determinación analítica o invalidar la representatividad de las muestras globales.
  - e) Muestras elementales: en la medida de lo posible, las muestras elementales se tomarán en distintos puntos del lote o sublote. Cualquier excepción a este requisito se recogerá en el acta contemplada en el párrafo i).
  - f) Preparación de la muestra global: la muestra global se obtiene agrupando y homogeneizando todas las muestras elementales. Esta muestra global se homogeneiza en el laboratorio, cuando sea posible.
  - g) Muestras idénticas de laboratorio: se tomarán muestras idénticas a partir de la muestra global homogeneizada, cuando sea posible, a efectos comerciales, de arbitraje o de control oficial para la realización de los análisis inicial, contradictorio y dirimente, según lo establecido en el Real Decreto 1945/1983, de 22 de junio, por el que se regulan las infracciones y sanciones en materia de defensa del consumidor y de la producción agroalimentaria, y demás disposiciones que resulten de aplicación en cada caso.
  - h) Acondicionamiento y envío de las muestras: cada muestra deberá colocarse 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.
  - i) Precintado y etiquetado de las muestras: cada muestra oficial se precintará en el lugar del muestreo y se identificará según lo establecido en el Real Decreto 1945/1983, de 22 de junio, y demás disposiciones que resulten de aplicación en cada caso.
- En cada toma de muestras se cumplimentará un acta que permita identificar sin ambigüedad cada lote y que indique la fecha y el lugar del muestreo, así como toda información adicional que pueda resultar 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.

- a) número de muestras elementales: El número mínimo de muestras elementales que deberán tomarse de las latas de un lote será el indicado en el cuadro 1. Las cantidades tomadas de cada lata (muestra elemental) serán de un peso similar y constituirán la muestra global (véase el apartado 3.f).

## CUADRO 1

Número de latas (muestras elementales) que deberán tomarse para constituir la muestra global

Número de latas en el lote o sublote

Número de latas que deben tomarse

1 a 25

Al menos 1 lata

26 a 100

Al menos 2 latas

> 100

5 latas

Nótese que los niveles máximos se aplican a los contenidos de cada lata, pero para la viabilidad de la prueba es necesario utilizar un enfoque centrado en la muestra global. Si el resultado de la prueba realizada sobre la muestra global es inferior, aunque cercano, al nivel máximo y se sospecha que las latas individuales pueden exceder el nivel máximo, puede resultar necesario llevar a cabo investigaciones complementarias.

b) Muestreo 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 el 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.

a) El laboratorio de control oficial realizará dos análisis independientes, como mínimo, de la muestra de laboratorio para garantizar el cumplimiento de la normativa y calculará la media de los resultados.

b) El lote será aceptado si la media calculada no supera el contenido máximo establecido en el Reglamento (CE) n.º 242/2004, teniendo en cuenta la corrección en función de la recuperación y la incertidumbre de la medida.

c) El lote no cumplirá con el contenido máximo establecido en el Reglamento (CE) n.º 242/2004, cuando la media calculada supere, fuera de toda duda razonable, dichos contenidos máximos, teniendo en cuenta la corrección en función de la recuperación y la incertidumbre de la medida.

## ANEXO II

**Preparación de las muestras y criterios que deben cumplir los métodos de análisis para el control oficial del contenido de estaño en los alimentos enlatados**

## 1. Precauciones y consideraciones generales relativas al estaño.

- a) El requisito básico es obtener una muestra de laboratorio representativa y homogénea sin introducir contaminación secundaria.
- b) Se deberá garantizar que las muestras no se contaminen durante la preparación de la muestra. Siempre que sea posible, los aparatos que entren en contacto con la muestra deberán estar fabricados con material inerte, por ejemplo, plásticos como polipropileno, teflón, etc., y deberán limpiarse con ácido para minimizar el riesgo de contaminación. Podrá utilizarse acero inoxidable de alta calidad para los instrumentos cortantes.
- c) La totalidad de las muestras recibidas en el laboratorio deberán usarse para la preparación de la muestra de ensayo, siguiendo lo regulado en el apartado 4.a) del anexo I. Solo las muestras muy finamente homogeneizadas darán resultados reproducibles.
- d) Existen muchos procedimientos satisfactorios específicos para la preparación de muestras que pueden utilizarse. Se han considerado satisfactorios los descritos en la norma CEN sobre Determination of trace elements-Performance criteria and general consideration (referencia 1), pero otros pueden ser igualmente válidos.

## 2. Tratamiento de la muestra recibida en el laboratorio

En la medida de lo posible, se triturará finamente y se mezclará cuidadosamente la muestra global según un método reconocido que garantice una completa homogeneización.

## 3. Subdivisión de las muestras para garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines de defensa del comercio

Las muestras idénticas tomadas, a efectos comerciales, de arbitraje o de control oficial para la realización de los análisis inicial, contradictorio y dirimente, según lo establecido en el Real Decreto 1945/1983, de 22 de junio, por el que se regulan las infracciones y sanciones en materia de defensa del consumidor y de la producción agroalimentaria, y demás disposiciones que resulten de aplicación en cada caso, deberán proceder de material homogeneizado.

## 4. Método de análisis que deberá utilizar el laboratorio y medidas de control del laboratorio

a) 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 pruebas 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:  $r = 2,8 \times sr$ .

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

$RSDr$  = Desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad  $[(sr/x) \times 100]$ , donde  $x$  representa la media de los resultados de todos los laboratorios y muestras.

$R$  = Reproducibilidad: valor por debajo del cual puede esperarse que se sitúe la diferencia absoluta entre los resultados de pruebas 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 %);  $R = 2,8 \times sR$ .

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

RSDR = Desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad  $[(sR/x-) \times 100]$  por el que se fijan los métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido máximo de estaño en los alimentos enlatados.

HORRATr = la RSDr observada dividida por el valor RSDr estimado con la ecuación de Horwitz utilizando la hipótesis  $r = 0,66R$ .

HORRATR = el valor RSDR observado dividido por el valor RSDR calculado con la ecuación de «Horwitz» (referencia 2).

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

b) Requisitos generales: Los métodos de análisis utilizados para el control de los productos alimenticios deberán cumplir lo regulado en el Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban medidas adicionales sobre el control oficial de los productos alimenticios.

c) Requisitos específicos: En tanto no se prescriba a escala comunitaria ningún método específico para la determinación del contenido de estaño en los alimentos enlatados, 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 2. Convendría que la validación incluyera un material certificado de referencia.

## CUADRO 2

Criterios de aptitud para los métodos de análisis de estaño

Parámetros

Valor/observación

Aplicable a

Alimentos especificados en el Reglamento (CE) n.º 242/2004.

Límite de detección

No más de 5 mg/kg.

Límite de cuantificación

No más de 10 mg/kg.

Precisión

Valores HORRATr o HORRATR inferiores a 1,5 en el ensayo colaborativo de validación.

Recuperación

80% - 105% (como se indica en el ensayo colaborativo).

## Especificidad

Sin interferencias de la matriz o espectrales.

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 presente resultados dentro de una incertidumbre estándar máxima. La incertidumbre estándar máxima se puede calcular por medio de la siguiente fórmula:

$$U_f = ? (LOD / 2)^2 + (0,1 C)^2$$

donde:

$U_f$  es la incertidumbre estándar máxima;

LOD es el límite de detección del método;

C es la concentración de 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 2.

d) Cálculo del factor de recuperación y expresión de los resultados: El resultado analítico se expresará en forma corregida o sin corregir en función de la recuperación. Deberá indicarse la forma de expresión y el factor de recuperación.

El resultado analítico corregido en función de la recuperación se utilizará para la conformidad del lote, según el apartado 5 del anexo I.

Se tendrán en cuenta las «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement» (referencia 3) elaboradas bajo los auspicios de IUPAC/ISO/AOAC. Estas directrices contribuyen a determinar los factores de recuperación.

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

e) Normas de calidad aplicables a los laboratorios: Los laboratorios deberán ajustarse a lo regulado en el Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban medidas adicionales sobre el control oficial de los productos alimenticios.

f) 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 4) elaborado bajo los auspicios de IUPAC/ISO/AOAC.

Algunos de estos planes incluyen específicamente la determinación de estaño en los alimentos y se recomienda la participación en uno de dichos planes más que un plan general para la determinación de los metales en los alimentos.

Control de calidad interno: Los laboratorios deberán demostrar que han introducido procedimientos para el control de calidad interno. Un ejemplo de estos procedimientos son las ISO/AOAC/IUPAC «Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» (referencia 5).

Preparación de la muestra: Deberá obrarse con cuidado para garantizar que todo el estaño de la muestra esté disuelto para su análisis. En concreto, se reconoce que el procedimiento de

disolución de la muestra deberá evitar la precipitación de cualquier especie SnIV hidrolizada [es decir, especies como el óxido de estaño SnO<sub>2</sub>, Sn(OH)<sub>4</sub>, SnO<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O].

Las muestras preparadas deben conservarse en 5 mol/l HCl. No obstante, como el SnCl<sub>4</sub> se volatiliza fácilmente, no conviene hervir las soluciones.

#### REFERENCIAS

1. BS EN 13804:2002: «Foodstuffs -Determination of trace elements- Performance criteria, general considerations and sample preparation», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.
2. «W Horwitz. Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Food and Drugs. Anal. Chem.», 1982, 54, 67A-76A.
3. ISO/AOAC/IUPAC. «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edición de Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem.», 1999, 71, 337-348.
4. 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).
5. ISO/AOAC/IUPAC. «International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Edición de M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem.», 1995, 67, 649-666.