

REAL DECRETO 1089/2005, de 16 de septiembre, por el que se establecen los métodos de muestreo y de análisis para el control oficial del contenido de benzo(a)pireno en los productos alimenticios.

La 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, regula los procedimientos de muestreo y los métodos de análisis que se deberán aplicar para el control oficial del contenido máximo de benzo(a)pireno en los alimentos recogidos en el anexo I del Reglamento (CE) n.º 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.

El referido anexo I del Reglamento (CE) n.º 466/2001 recoge los grupos de alimentos susceptibles de contener benzo(a)pireno, así como los límites máximos de este contaminante permitidos en ellos. Los grupos de alimentos a los que se aplica esta disposición son los aceites y grasas destinados al consumo humano directo o como ingrediente de los productos alimenticios; los productos alimenticios destinados a lactantes y niños de corta edad; los alimentos infantiles y alimentos elaborados a base de cereales para lactantes y niños de corta edad; los preparados para lactantes y preparados de continuación, incluidas la leche para lactantes y la leche de continuación; los alimentos dietéticos destinados a usos médicos especiales dirigidos específicamente a los lactantes; las carnes ahumadas y los productos cárnicos ahumados; la carne de pescado ahumado y los productos pesqueros ahumados, excluidos los moluscos bivalvos; la carne de pescado no ahumada; los crustáceos y cefalópodos no ahumados y moluscos bivalvos.

La citada Directiva 2005/10/CE fija los criterios generales que deben cumplir los métodos de análisis para que los laboratorios encargados del control oficial utilicen aquellos cuyos resultados puedan ser comparables. Estos criterios generales sirven también para que los resultados analíticos se comuniquen e interpreten de manera uniforme, a fin de garantizar un enfoque armonizado en la aplicación de estos criterios en la Unión Europea.

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 los 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 agro-alimentaria, 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.

En este marco normativo, se hace preciso ahora incorporar a nuestro ordenamiento jurídico interno, mediante este real decreto, la Directiva 2005/10/CE de la Comisión, de 4 de febrero de 2005, para regular los procedimientos de muestreo y los métodos de análisis para el control de benzo(a)pireno en los productos alimenticios para los cuales se han determinado normativamente contenidos máximos.

En la elaboración de este real decreto 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.ª 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 16 de septiembre de 2005,

DISPONGO:

Artículo 1. Toma de muestras para el control oficial.

La toma de muestras para el control oficial del contenido máximo de benzo(a)pireno en los productos alimenticios 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 benzo(a)pireno en los productos alimenticios 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 16 de septiembre de 2005.

JUAN CARLOS R.

La Ministra de Sanidad y Consumo,
ELENA SALGADO MENDEZ

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 máximo de benzo(a)pireno en los productos alimenticios recogidos en el Reglamento (CE) n.º 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, 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 de benzo(a)pireno encontrados en las muestras de laboratorio y de acuerdo con los contenidos máximos fijados en el Reglamento (CE) n.º 466/2001.

2. Definiciones.

a) Lote: cantidad de producto alimenticio identificable, entregada de 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 etiquetado.

- 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) Producto: todo lote o sublote que se vaya a examinar 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 afectar al contenido de benzo(a)pireno, 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 prevista en el apartado 3.i).
- f) Preparación de la muestra global: la muestra global se obtiene agrupando todas las muestras elementales. Esta muestra global se homogeneizará en el laboratorio, a menos que sea incompatible con lo dispuesto en el apartado 3.g).
- g) Muestras idénticas de laboratorio: se tomarán muestras idénticas de laboratorio 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 agro-alimentaria, 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 el lote muestreado 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: 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 para formar 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.º 1989/2003 de la Comisión, de 6 de noviembre de 2003, que modifica el Reglamento (CEE) n.º 2568/91, relativo a las características de los aceites de oliva y de los aceites de orujo de oliva y sobre sus métodos de análisis, 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 apartado 3.f).

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

Un envase o unidad

26 a 100

Aproximadamente, 5%, al menos dos envases o unidades

> 100

Aproximadamente, 5%, como máximo 10 envases o unidades

b) Muestreo en la fase de comercio minorista: El muestreo que deberá 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 o sublote objeto de muestreo.

5. Conformidad del lote o sublote.

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

- b) 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 establecido en el Reglamento (CE) n.º 466/2001, 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 466/2001 cuando el resultado del primer análisis o, en el caso de que sea necesario efectuar análisis duplicados, la media de los resultados supera, fuera de toda duda razonable, dicho contenido máximo, 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 benzo(a)pireno en los productos alimenticios

1. Precauciones y consideraciones generales relativas al benzo(a)pireno en las muestras de alimentos.
 - 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. Los recipientes se lavarán con acetona o hexano de gran pureza (p.A., grado HLPC o equivalente) antes de utilizarlos, con el fin de minimizar el riesgo de contaminación. Siempre que sea posible, los aparatos que entren en contacto con la muestra deberán estar fabricados con material inerte, como aluminio, vidrio o acero inoxidable pulido. Se evitarán los plásticos tales como el polipropileno, el teflón, etc., porque el analito puede adsorberse en estos materiales.
 - c) Deberá usarse la totalidad de las muestras recibidas por el laboratorio para la preparación de la muestra de ensayo. Solo las muestras muy finamente homogeneizadas darán resultados reproducibles.
 - d) Existen muchos procedimientos específicos satisfactorios para la preparación de la muestra que pueden utilizarse.
2. Tratamiento de la muestra recibida en el laboratorio.-En la medida de lo posible, se triturrará 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, 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, cuando sea posible.
4. Método de análisis que utilizará 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 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 por ciento); 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 $[(sr / x) \times 100]$.

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%); $R = 2,8 \times sr$.

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 $[(sR / \bar{x}) \times 100]$, donde $\bar{x}$ representa la media de los resultados de todos los laboratorios y muestras.

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

HORRATR = El valor RSDR observado dividido por el valor RSDR calculado con la ecuación de Horwitz.

U = La incertidumbre expandida, utilizando un factor de cobertura de dos, lo que da un nivel de confianza del 95 por ciento, aproximadamente.

b) Requisitos generales: Los métodos de análisis utilizados para el control oficial 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:

1.º 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.º 208/2005.

Límite de detección.

Inferior o igual a 0,3 µg/kg.

Límite de cuantificación.

Inferior o igual a 0,9 µg/kg.

Precisión.

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

Recuperación.

50% - 120%

Especificidad.

Libre de interferencias de la matriz o del espectro, verificación de detección positiva.

2.º Criterios de aptitud-enfoque de la función de incertidumbre. De todas formas, también se puede emplear un enfoque de incertidumbre para evaluar la idoneidad del método de análisis que va a utilizar el laboratorio. El laboratorio puede utilizar un método que presente resultados con una incertidumbre estándar máxima, que se puede calcular por medio de la siguiente fórmula:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,2C)^2}$$

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.

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 tendrá 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 Unión Europea (referencia 2).

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

1.º 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.

2.º Control de calidad interno. Los laboratorios deberán ser capaces de demostrar que han adoptado 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.