Este documento es un instrumento de documentación y no compromete la responsabilidad de las instituciones

►**B**

DIRECTIVA 2001/22/CE DE LA COMISIÓN

de 8 de marzo de 2001

por la que se fijan métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido máximo de plomo, cadmio, mercurio y 3-MCPD en los productos alimenticios

(Texto pertinente a efectos del EEE)

(DO L 77 de 16.3.2001, p. 14)

Modificada por:

		Diario Oficial		
		nº	página	fecha
►**M1**	Decisión 2001/873/CE de la Comisión de 4 de diciembre de 2001	L 325	34	8.12.2001

Rectificada por:

►**C1** Rectificación, DO L 304 de 21.11.2001, p. 31 (2001/22/CE)

▼B

DIRECTIVA 2001/22/CE DE LA COMISIÓN

de 8 de marzo de 2001

por la que se fijan métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido máximo de plomo, cadmio, mercurio y 3-MCPD en los productos alimenticios

(Texto pertinente a efectos del EEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

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,

Considerando lo siguiente:

(1) Con objeto de proteger la salud pública, el Reglamento (CEE) nº 315/93 del Consejo, de 8 de febrero de 1993, por el que se establecen procedimientos comunitarios en relación con los contaminantes presentes en los productos alimenticios ([2]), dispone el establecimiento de contenidos máximos en relación con ciertos contaminantes.

(2) El Reglamento (CE) nº 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 ([3]), establece, entre otros, niveles máximos para el plomo, el cadmio, el mercurio y el 3-monocloropropano-1,2-diol (3-MCPD) en los productos alimenticios y hace referencia a las medidas por las que se establecen los métodos de toma de muestras y de análisis que deben usarse.

(3) La Directiva 89/397/CEE del Consejo, de 14 de junio de 1989, relativa al control oficial de los productos alimenticios ([4]), establece los principios generales para la realización del control de dichos productos. La Directiva 93/99/CEE del Consejo, de 29 de octubre de 1993, sobre medidas adicionales relativas al control oficial de los productos alimenticios ([5]), introduce un sistema de normas de calidad para los laboratorios encargados por los Estados miembros del control oficial de los productos alimenticios.

(4) El muestreo desempeña un papel muy importante para la obtención de resultados representativos a fin de determinar los contenidos de contaminantes, que se presentan en general de manera muy heterogénea en los lotes.

(5) La Directiva 85/591/CEE estableció criterios generales para los métodos de toma de muestras y métodos de análisis, pero en algunos casos pueden ser necesarios criterios más específicos con el fin de garantizar que los laboratorios encargados del control utilicen métodos de análisis con niveles de realización comparables.

(6) Las disposiciones que se refieren a los métodos de toma de muestras y de análisis se establecen sobre la base de los conocimientos actuales que podrán adaptarse a la evolución de los conocimientos científicos y técnicos.

(7) Las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité permanente de productos alimenticios.

([1]) DO L 372 de 31.12.1985, p. 50.
([2]) DO L 37 de 13.2.1993, p. 1.
([3]) Véase la página 1 del presente Diario Oficial.
([4]) DO L 186 de 30.6.1989, p. 23.
([5]) DO L 290 de 24.11.1993, p. 14.

▼B

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias a fin de que la toma de muestras para el control oficial del contenido máximo de plomo, cadmio, mercurio y 3-MCPD en los productos alimenticios se efectúe de acuerdo con los métodos descritos en el anexo I de la presente Directiva.

Artículo 2

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias para que la preparación de la muestra y el método de análisis utilizado por el control oficial de los contenidos de plomo, cadmio, mercurio y 3-MCPD en los productos alimenticios cumplan los criterios descritos en el anexo II de la presente Directiva.

Artículo 3

Los Estados miembros pondrán en vigor, a más tardar el ►**M1** 5 de abril de 2002 ◄, las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para dar cumplimiento a lo dispuesto en la presente Directiva. Informarán de ello inmediatamente a la Comisión.

Cuando los Estados miembros adopten las citadas 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 la mencionada referencia.

Artículo 4

La presente Directiva entrará en vigor el vigésimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

▼B

ANEXO I

MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS PARA EL CONTROL OFICIAL DE LOS NIVELES DE PLOMO, CADMIO, MERCURIO Y 3-MCPD EN DETERMINADOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS

1. OBJETO Y ÁMBITO DE APLICACIÓN

Las muestras destinadas a los controles oficiales del contenido de plomo, cadmio, mercurio y 3-MCPD 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 o sublotes. El cumplimiento de los niveles máximos establecidos en el Reglamento (CE) nº 466/2001 deberá establecerse basándose en los niveles determinados en las muestras de laboratorio.

2. DEFINICIONES

Lote:	cantidad identificable de alimento entregada en una misma vez y de la que el técnico declara que posee características comunes, tales como origen, variedad, tipo de embalaje, envasador, expedidor o etiquetado. En el caso del pescado, también deberá ser comparable el tamaño del mismo.
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 de 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 cualificada autorizada a tal efecto, según especifique el Estado miembro.

3.2. **Producto**

Todo lote para analizar será objeto de un muestreo separado.

3.3. **Precauciones**

Durante el muestreo y la preparación de las muestras de laboratorio, deberán tomarse precauciones con el fin de evitar toda alteración que pueda modificar el contenido de plomo, cadmio, mercurio y 3-MCPD o afectar a los análisis o a la representatividad de la muestra global.

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 debe señalarse en el acta contemplada en el punto 3.8.

3.5. **Preparación de la muestra global**

La muestra global se obtiene por mezcla de todas las muestras elementales. Deberá pesar al menos 1 kg, a menos que no sea posible, por ejemplo, cuando sólo se haya tomado muestra de un envase.

3.6. **Subdivisión de la muestra global en muestras de laboratorio con fines sancionadores, comerciales o de arbitraje**

Las muestras de laboratorio con eventuales efectos sancionadores, comerciales o de arbitraje se tomarán de la muestra global homogeneizada, excepto si ello se opusiera a las normas de los Estados miembros sobre

▼B

muestreo. El tamaño de las muestras de laboratorio susceptibles de servir a efectos sancionadores será suficiente para que puedan hacerse al menos dos análisis.

3.7. **Acondicionamiento y envío de las muestras globales y de laboratorio**

Cada muestra global y cada muestra de laboratorio deberá colocarse en un recipiente limpio, de material inerte, que ofrezca protección adecuada contra todo factor de contaminación, contra la pérdida de analitos por adsorción a la pared interna del contenedor y contra todo daño que pudiera ocasionar el transporte. Han de tomarse también todas las precauciones necesarias para evitar cualquier modificación de la composición de las muestras global y de laboratorio que pudiera ocurrir durante el transporte o el almacenamiento.

3.8. **Cierre y etiquetado de las muestras global y de laboratorio**

Cada muestra tomada para su uso oficial se sellará en el lugar del muestreo y se identificará según las disposiciones vigentes en los Estados miembros. Para cada toma de muestras, deberá establecerse 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

La toma de muestras deberá realizarse en el punto en el que el producto entre en la cadena alimentaria y pueda identificarse un lote. El método de muestreo utilizado garantizará que la muestra conjunta sea representativa del lote que vaya a controlarse.

4.1. **Número de muestras elementales**

En el caso de productos líquidos para los que puede suponerse una distribución homogénea del contaminante en cuestión en un lote dado, basta tomar una muestra elemental por lote que forme la muestra global. Deberá indicarse el número de lote. Los productos líquidos que contengan proteína vegetal hidrolizada (HVP) o salsa de soja líquida serán bien agitados, u homogeneizados por otros medios adecuados, antes de tomar la muestra elemental.

Para otros 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. Toda excepción a esta norma debe señalarse en el acta contemplada en el punto 3.8.

Cuadro 1: Número mínimo de muestras elementales que deben tomarse del lote

Peso del lote (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	Número de envases o unidades que deben tomarse
1 a 25	1 envase o unidad
26 a 100	Un 5 %, un mínimo de 2 envases o unidades
> 100	Un 5 %, como máximo 10 envases o unidades

▼B

5. CONFORMIDAD DEL LOTE O DEL SUBLOTE CON LA ESPECIFICACIÓN

El laboratorio de control analizará la muestra de laboratorio destinada a medidas sancionadoras al menos en dos análisis independientes, y calculará la media de los resultados. El lote será aceptado si la media se ajusta al contenido máximo respectivo establecido en el Reglamento (CE) nº 466/2001. Será rechazado si la media supera el contenido máximo respectivo.

▼B

ANEXO II

PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS Y CRITERIOS PARA LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS UTILIZADOS EN EL CONTROL OFICIAL DE LOS CONTENIDOS DE PLOMO, CADMIO, MERCURIO Y 3-MCPD EN DETERMINADOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS

1. INTRODUCCIÓN

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

2. PROCEDIMIENTOS ESPECÍFICOS DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA PLOMO, CADMIO Y MERCURIO

Existen muchos procedimientos satisfactorios específicos para la preparación de muestras que pueden utilizarse para los productos considerados. Se han considerado satisfactorios los descritos en el proyecto de norma CEN «Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria and general consideration» (Productos alimenticios — Determinación de elementos traza — Criterios de realización y consideraciones generales) ([a]), pero otros pueden ser igualmente válidos.

Con cualquier procedimiento utilizado deberán tenerse en cuenta los siguientes puntos:

— moluscos bivalvos, crustáceos y peces pequeños: cuando éstos se consuman normalmente enteros, en el material que vaya a utilizarse para el análisis deberán incluirse las vísceras,

— hortalizas y verduras: sólo deberá someterse a pruebas la parte comestible, teniendo en cuenta los requisitos del Reglamento (CE) nº 466/2001.

3. MÉTODO DE ANÁLISIS QUE DEBE UTILIZAR EL LABORATORIO Y MEDIDAS DE CONTROL DEL LABORATORIO

3.1. **Definiciones**

A continuación se recogen algunas de las definiciones más comúnmente utilizadas y que se aplicarán a los laboratorios:

$r =$	la repetibilidad representa el valor por debajo del cual podrá estar situado, con una probabilidad específica (por lo general del 95 %), el valor absoluto de la diferencia de dos resultados individuales obtenidos a partir de medidas efectuadas en condiciones de repetibilidad (misma muestra, mismo operador, mismo aparato, mismo laboratorio y un corto intervalo de tiempo), por lo que $r = 2{,}8 \times s_r$.
$s_r =$	desviación típica, calculada a partir de los resultados generados en condiciones de repetibilidad.
$RSD_r =$	desviación típica relativa, calculada a partir de los resultados generados en condiciones de repetibilidad $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$, en donde $\bar{x}$ es la media de los resultados de todos los laboratorios y muestras.
$R =$	la reproducibilidad es el valor por debajo del cual está situado, con una probabilidad específica (por lo general del 95 %), el valor absoluto de la diferencia entre resultados individuales obtenidos a partir de medidas efectuadas en condiciones de reproducibilidad (es decir, sobre idéntico material, obtenidos por operadores en diferentes laboratorios utilizando el método de prueba normalizado); $R = 2{,}8 \times s_R$.
$s_R =$	desviación típica estándar, calculada a partir de los resultados en condiciones de reproducibilidad.
$RSD_R =$	representa la desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$
$HORRAT_r =$	la RSD_r observada dividida por el valor RSD_r estimado con la ecuación de Horwitz utilizando la hipótesis $r = 0{,}66R$

▼B

$HORRAT_R$ = el valor RSD_R observado dividido por el valor RSD_R calculado con la ecuación de Horwitz ([b]).

3.2. **Requisitos generales**

Los métodos de análisis utilizados para el control de los productos alimenticios deben cumplir en la medida de lo posible las disposiciones de los apartados 1 y 2 del anexo de la Directiva 85/591/CEE.

Para el análisis del plomo en el vino, el Reglamento (CEE) nº 2676/90 de la Comisión ([1]), por el que se determinan los métodos de análisis comunitarios aplicables en el sector del vino, establece el método que debe utilizarse en el capítulo 35 de su anexo.

3.3. **Requisitos específicos**

3.3.1. *Análisis de plomo, cadmio y mercurio*

No se han establecido métodos específicos para la determinación de los contenidos de plomo, cadmio y mercurio. Los laboratorios deberán usar un método validado que se ajuste a los criterios de aptitud que se indican en el cuadro 3. ►**C1** Cuando sea posible, la validación deberá incluir un material de referencia certificado mediante un ensayo colaborativo. ◄

Cuadro 3: Criterios de realización de métodos para los análisis de plomo, cadmio y mercurio

Parámetros	Valor/observación
Aplicable a	Alimentos especificados en el Reglamento (CE) nº 466/2001
Límite de detección	No más de un décimo del valor de la especificación en el Reglamento (CE) nº 466/2001, salvo si el valor de la especificación para el plomo es inferior a 0,1 mg/kg. En este último caso, no más de un quinto del valor de la especificación
Límite de cuantificación	No más de un quinto del valor de la especificación en el Reglamento (CE) nº 466/2001, salvo si el valor de la especificación para el plomo es inferior a 0,1 mg/kg. En este último caso, no más de dos quintos del valor de la especificación
Precisión	Valores $HORRAT_r$ o $HORRAT_R$ inferiores a 1,5 en el ensayo colectivo de validación
Recuperación	80-120 % (como se indica en el ensayo colectivo)
Especificidad	Sin interferencias de la matriz o espectrales

3.3.2. *Análisis de 3-MCPD*

No se han establecido métodos específicos para la determinación de los contenidos de 3-MCPD. Los laboratorios utilizarán un método validado que cumpla los criterios de realización indicados en el cuadro 4. ►**C1** Cuando sea posible, la validación deberá incluir un material de referencia certificado mediante un ensayo colaborativo. ◄ Mediante un ensayo colectivo se ha validado un método específico que cumple los requisitos del cuadro 4 ([c]).

Cuadro 4: Criterios de realización de los métodos para el análisis de 3-MCPD

Criterios	Valor recomendado	Concentración
Blancos de campo	Inferior al límite de detección	—
Recuperación	75-110 %	Todos
Límite de cuantificación	10 (o menos) µg/kg en una materia seca	—

([1]) DO L 272 de 3.10.1990, p. 1.

▼B

Criterios	Valor recomendado	Concentración
Desviación típica de la señal del blanco de campo	Inferior a 4 µg/kg	—
Estimaciones de precisión internas — desviación típica de mediciones repetidas a diferentes concentraciones	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

3.4. **Estimación de la exactitud analítica y cálculo del coeficiente de recuperación**

Siempre que sea posible, se estimará la exactitud de los análisis incluyendo materiales de referencia certificados adecuados en el proceso analítico.

También se tendrán debidamente en cuenta las «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement» (Directrices armonizadas para el uso de información sobre la recuperación en la medición analítica) ([d]) elaboradas bajo los auspicios de la IUPAC/ISO/AOAC.

El resultado analítico se registrará bajo forma corregida o sin corregir. Ha de indicarse el método de registro y el coeficiente de recuperación.

3.5. **Normas de calidad de los laboratorios**

Los laboratorios deberán ajustarse a lo dispuesto en la Directiva 93/99/CEE.

3.6. **Expresión de los resultados**

Los resultados se expresarán en las mismas unidades que los contenidos máximos establecidos en el Reglamento (CE) nº 466/2001.

REFERENCIAS

([a]) Draft Standard prEN 13804, «Foodstuffs — Determination of Trace Elements — Performance Criteria and General Considerations», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Brussels.

([b]) W. Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», Anal. Chem., 1982, nº 54, 67A-76A

([c]) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, submitted to CEN TC 275 and AOAC International (also available as «Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods»)

([d]) ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, nº 71, 337-348.