

Real Decreto 256/2003, de 28 de febrero, por el que se fijan los métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido máximo de plomo, cadmio, mercurio y 3-monocloropropano-1,2-diol en los productos alimenticios.

Ministerio de Sanidad y Consumo
«BOE» núm. 52, de 1 de marzo de 2003
Referencia: BOE-A-2003-4247

TEXTO CONSOLIDADO

Última modificación: 4 de noviembre de 2005

La 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-monocloropropano-1,2-diol en los productos alimenticios, establece los procedimientos de muestreo y los métodos de análisis que se deberán aplicar para el control oficial de los contenidos de plomo, cadmio, mercurio y 3-monocloropropano-1,2-diol en los grupos de alimentos regulados en el Reglamento (CE) número 466/2001, de 8 de marzo de 2001, por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios. Teniendo en cuenta que los contenidos de contaminantes se pueden presentar de manera muy heterogénea en los lotes, es necesario que se apliquen procedimientos de muestreo representativos, de forma que los resultados analíticos que se obtengan representen inequívocamente la contaminación de todo el lote.

El Reglamento (CE) número 466/2001 citado, regula los límites máximos de plomo, cadmio, mercurio y 3-monocloropropano-1,2-diol en determinados grupos de alimentos. Es esencial mantener unos contenidos de contaminantes en unos niveles aceptables desde el punto de vista toxicológico, con el fin de proteger la salud pública. Siempre que sea posible, deben reducirse los contenidos de contaminantes mediante la aplicación de buenas prácticas agrícolas o de producción, con el fin de garantizar un nivel más alto de protección de los consumidores, especialmente para los grupos sensibles de la población.

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 dichos productos e incluye, entre otras operaciones, la toma de muestras y el análisis de los productos alimenticios. 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, introduce un sistema de normas de calidad para los laboratorios encargados del control oficial de los productos alimenticios.

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, especificando las muestras legales que se deben tomar para realizar el control oficial de alimentos.

También se ha tenido en cuenta lo preceptuado en el capítulo II, apartado 1.02.11, del Código Alimentario Español, aprobado por Decreto 2484/1967, de 21 de septiembre, en el que se define alimento contaminado como todo alimento que contenga toxinas capaces de producir o transmitir enfermedades al hombre o a los animales.

En definitiva, se hace necesario la armonización de los conceptos recogidos en la Directiva 2001/22/CE citada, que se incorpora al ordenamiento jurídico mediante esta disposición.

En su elaboración han sido oídos los sectores afectados y las Comunidades Autónomas, habiendo emitido informe preceptivo la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria.

Este real decreto, que tiene carácter básico en tanto su regulación incide en el control oficial de productos alimenticios en el mercado interior, se dicta al amparo de lo dispuesto en el artículo 149.1.16.^ª de la Constitución Española, por el que se atribuye al Estado la competencia exclusiva en materia de sanidad exterior y bases y coordinación general de la sanidad, 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 28 de febrero de 2003,

DISPONGO:

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

La toma de muestras para el control oficial del contenido máximo de plomo, cadmio, mercurio y 3-monocloropropano-1,2-diol en los productos alimenticios se realizará de acuerdo con los métodos descritos en el anexo I de este Real Decreto.

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

La preparación de la muestra y el método de análisis utilizado por el control oficial de los contenidos de plomo, cadmio, mercurio y 3-monocloropropano-1,2-diol en los productos alimenticios se realizará de acuerdo con los criterios descritos en el anexo II de este Real Decreto.

Disposición final primera. *Título competencial.*

Este real decreto, que tiene carácter básico en tanto su regulación incide en el control oficial de productos alimenticios en el mercado interior, se dicta al amparo de lo dispuesto en el artículo 149.1.16.^ª de la Constitución Española, por el que se atribuye al Estado la competencia exclusiva en materia de sanidad exterior y bases y coordinación general de la sanidad, 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.

Disposición final segunda. *Facultades de desarrollo.*

Se faculta a la Ministra 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, a 28 de febrero de 2003.

JUAN CARLOS R.

La Ministra de Sanidad y Consumo,
ANA MARÍA PASTOR JULIÁN

ANEXO I

Métodos de toma de muestras para el control oficial de los niveles de plomo, cadmio, mercurio y 3-monocloropropano-1,2-diol 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-monocloropropano-1,2-diol 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.

La conformidad de los lotes se determinará en función del contenido encontrado en las muestras de laboratorio y cumplirán los contenidos máximos fijados en el Reglamento (CE) número 466/2001.

2. Definiciones.

a) Lote: Cantidad de producto alimenticio identificable, suministrada de una vez, de la que el agente responsable establece que presenta características comunes como el origen, la variedad, el tipo de envase, el envasador, el expedidor o el etiquetado. En el caso del pescado, también deberá ser comparable el tamaño de éste.

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 tomado en un único punto del lote o del sublote.

d) Muestra global: Reunión 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 la Dirección General de Salud Pública para el comercio extracomunitario.

b) Personal: La toma de muestras debe ser efectuada por personal autorizado a tal efecto por las autoridades competentes.

c) Producto: Cualquier lote destinado a ser analizado será objeto de un muestreo separado.

d) 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-monocloropropano-1,2-diol o afectar a los análisis o a la representatividad de la muestra global.

e) Muestras elementales: En la medida de lo posible, las muestras elementales se tomarán en distintos puntos del lote o sublote. Cualquier excepción a esta norma debe señalarse en el acta contemplada en el apartado 3.i).

f) Preparación de la muestra global: La muestra global se obtiene por mezcla de todas las muestras elementales. En el caso de lotes constituidos por un número de envases comprendido entre 1 y 25, según el cuadro 2 del apartado 4.a).3.º, la muestra elemental coincide con la muestra global. La muestra global deberá pesar al menos 1 kg, a menos que no sea posible, por ejemplo, cuando sólo se haya tomado muestra de un envase.

g) Subdivisión de la muestra global en muestras de laboratorio con fines sancionadores, comerciales o de arbitraje: Las muestras de laboratorio se tomarán de la muestra global homogeneizada, 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. El tamaño de las muestras de laboratorio, a efectos sancionadores, será suficiente para que puedan hacerse al menos dos análisis.

h) Acondicionamiento y envío de las muestras globales y de laboratorio: Cada muestra global y cada muestra de laboratorio deberán 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.

i) Cierre y etiquetado de las muestras globales y de laboratorio: Cada muestra oficial se sellará en el lugar del muestreo y se identificará según lo establecido en el Real Decreto 1945/1983 citado y demás disposiciones que resulten de aplicación en cada caso. En cada toma de muestras se cumplimentará un acta de muestreo, 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 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.

a) Número de muestras elementales.

1.º En el caso de productos líquidos, en los que se suponga una distribución homogénea del contaminante en cuestión en un lote dado, basta tomar una muestra elemental por lote, que constituirá la muestra global. El número de lote deberá indicarse en el acta de muestreo regulada en el apartado 3.i).

Los productos líquidos que contengan proteína vegetal hidrolizada (HVP) o salsa de soja líquida, se agitarán, u homogeneizarán, por procedimientos adecuados, antes de tomar la muestra elemental.

2.º 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 apartado 3.i).

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

3.º 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 por 100, un mínimo de 2 envases o unidades.
> 100	Un 5 por 100, un máximo de 10 envases o unidades.

5. Conformidad del lote o del sublote.

El laboratorio de control oficial analizará la muestra de laboratorio. Realizará al menos dos análisis independientes y calculará la media de los resultados.

El lote será aceptado si la media no supera el límite máximo establecido en el Reglamento (CE) número 466/2001, teniendo en cuenta la corrección en función de la recuperación y la incertidumbre expandida de la medida (ver nota (4) del apartado 3 del anexo II de esta orden).

El lote será rechazado si la media supera, fuera de toda duda razonable, el límite máximo establecido en el referido Reglamento (CE) número 466/2001, teniendo en cuenta la corrección en función de la recuperación y la incertidumbre expandida de la medida.

Estas 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 aplicarán las normas nacionales.

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-monocloropropano-1,2-diol 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.

a) Existen muchos procedimientos satisfactorios específicos para la preparación de muestras que pueden utilizarse para los productos objeto de regulación. Se han considerado satisfactorios los descritos en el proyecto de norma CEN «Productos alimenticios-Determinación de elementos traza-Criterios de realización y consideraciones generales» (Foodstuffs-Determination of trace elements-Performance criteria and general consideration) (1), pero otros pueden ser igualmente válidos.

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

1.º Moluscos bivalvos, crustáceos y peces pequeños. Cuando éstos se consuman normalmente enteros, deberán incluirse las vísceras en el material que vaya a utilizarse para el análisis.

2.º Hortalizas y verduras. Sólo deberá someterse a análisis la parte comestible, teniendo en cuenta los requisitos del Reglamento (CE) número 466/2001.

3. Método de análisis que debe utilizar el laboratorio y medidas de control del laboratorio.

a) 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 por 100), 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 por 100), 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, calculada a partir de los resultados en condiciones de reproducibilidad.

RSDR = representa la desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(sR/x) \times 100]$.

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

$HORRAT_R$ = el valor RSD_R observado dividido por el valor RSD_R calculado con la ecuación de Horwitz (2).

b) Requisitos generales. Los métodos de análisis utilizados para el control de los productos alimenticios deben cumplir, en la medida de lo posible, las disposiciones del anexo del Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban medidas adicionales sobre el control oficial de productos alimenticios.

Para el análisis del plomo en el vino, el Reglamento (CEE) número 2676/90 de la Comisión, 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.

c) Requisitos específicos.

1.º 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. 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) número 466/2001.
Límite de detección.	No más de un décimo del valor de la especificación en el Reglamento (CE) número 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) número 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 colaborativo de validación.
Recuperación.	80 por 100-120 por 100 (como se indica en el ensayo colaborativo).
Especificidad.	Sin interferencias de la matriz o espectrales.

2.º Análisis de 3-monocloropropano-1,2-diol. No se han establecido métodos específicos para la determinación de los contenidos de 3-monocloropropano-1,2-diol. Los laboratorios utilizarán un método validado que cumpla los criterios de realización indicados en el cuadro 4. Cuando sea posible, la validación deberá incluir un material de referencia certificado, mediante un ensayo colaborativo. Mediante un ensayo colaborativo se ha validado un método específico que cumple los requisitos del cuadro 4 (3).

CUADRO 4

Criterios de realización de los métodos para el análisis de 3-monocloropropano-1,2-diol

Criterios	Valor recomendado	Concentración
Blancos de campo.	Inferior al límite de detección	-
Recuperación.	75 por 100-110 por 100	Todos

Criterios	Valor recomendado	Concentración
Límite de cuantificación.	10 (o menos) µg/kg en una materia seca	-
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.º 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 producirá resultados con una incertidumbre estándar máxima, que se puede calcular por medio de la siguiente fórmula:

$$U_f = \sqrt{xxx [(LOD/2)^2 + (\alpha C)^2]}$$

donde:

U_f es la incertidumbre estándar máxima.

LOD es el límite de detección del método. C es la concentración de que se trata. α es un factor numérico dependiente del valor C. Los valores que se utilizarán se presentan en el siguiente cuadro:

C (µg/kg)	α
≤ 50	0.2
51-500	0.18
501-1.000	0.15
1.001-10.000	0.12
> 10.000	0.1

y U es la incertidumbre expandida, utilizando un factor de cobertura de 2, lo que da un nivel de confianza del 95 % aproximadamente. 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 indicados.

d) Estimación de la exactitud analítica, cálculo del factor de recuperación y comunicación de los resultados.

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

El resultado analítico se informará bajo forma corregida o sin corregir. Ha de indicarse la manera de informarlo y el coeficiente de recuperación. El analista debería tener en cuenta el informe de la Comisión Europea sobre la relación existente entre los resultados analíticos, la incertidumbre de la medida, los factores de recuperación y las disposiciones previstas en la legislación alimentaria de la Unión Europea (4). 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 de los laboratorios. Los laboratorios deberán ajustarse a lo dispuesto en el Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban las medidas adicionales sobre el control oficial de productos alimenticios.

f) Expresión de los resultados. Los resultados se expresarán en las mismas unidades que los contenidos máximos establecidos en el Reglamento (CE) número 466/2001.

4. Referencias.

(1) Draft Standard prEN 13804, «Foodstuffs-Determination of Trace Elements-Performance Criteria and General Considerations». AENOR. email: comercial@aenor.es.

(2) W Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», Anal. Chem., 1982, 54, 67A-76A.

(3) 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»).

(4) Informe de la Comisión Europea sobre la relación entre los resultados analíticos, la incertidumbre de la medida, los factores de recuperación y las disposiciones previstas en la legislación alimentaria de la Unión Europea (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/sampling_en.htm)

Este texto consolidado no tiene valor jurídico.
Más información en info@boe.es