

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
(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⁾, modificada por el Reglamento (CE) n° 1882/2003 del Parlamento Europeo y del Consejo ⁽²⁾, y, en particular su artículo 1,

Considerando lo siguiente:

- (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 ⁽³⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 242/2004 de la Comisión ⁽⁴⁾, fija el contenido máximo de estaño inorgánico en los alimentos enlatados y hace referencia a las medidas por las que se fijan los métodos de toma de muestras y de análisis que se van a utilizar.
- (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 ⁽⁵⁾, modificada por el Reglamento (CE) n° 1882/2003, establece un sistema de normas de calidad para los laboratorios a los que los Estados miembros han confiado el control oficial de los productos alimenticios.
- (3) Parece necesario fijar los criterios generales que deben cumplir los métodos 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 de ejecución en el conjunto de la Unión Europea. 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.

- (4) Las disposiciones que se refieren a los métodos de toma de muestras y de análisis se han establecido sobre la base de los conocimientos actuales y podrán adaptarse a la evolución de los conocimientos científicos y tecnológicos. Los métodos de análisis para el estaño total son apropiados para los controles efectuados sobre el estaño inorgánico. La posible presencia de formas orgánicas de estaño no se considera estimable en relación con los contenidos máximos fijados para el estaño inorgánico.
- (5) Las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal.

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 estaño en los productos alimenticios se efectúe de acuerdo con los métodos que se indican 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 para el control oficial del contenido máximo de estaño en los productos alimenticios cumplan los criterios que se indican en el anexo II de la presente Directiva.

Artículo 3

Los Estados miembros pondrán en vigor las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para dar cumplimiento a lo dispuesto en la presente Directiva a más tardar el 31 de diciembre de 2004. Comunicarán inmediatamente a la Comisión el texto de las mencionadas disposiciones, así como un cuadro de correspondencias entre las mismas y la presente Directiva.

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

⁽¹⁾ DO L 372 de 31.12.1985, p. 50.

⁽²⁾ DO L 284 de 31.10.2003, p. 1.

⁽³⁾ DO L 77 de 16.3.2001, p. 1.

⁽⁴⁾ Véase la página 3 del presente Diario Oficial.

⁽⁵⁾ DO L 290 de 24.11.1993, p. 14.

Artículo 4

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 12 de febrero de 2004.

Por la Comisión

David BYRNE

Miembro de la Comisión

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 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, por lo que se refiere a los contenidos máximos fijados en el Reglamento (CE) nº 466/2001 de la Comisión, se determinará en función del contenido encontrado en las muestras de laboratorio.

2. Definiciones

- 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.
- 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 tomada en un único punto del lote o sublote.
- Muestra global: Agregación 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. Material objeto de muestreo

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 estaño, 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.

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 deberán proceder 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

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.

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.

De cada toma de muestras deberá establecerse 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.

4.1. 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 muestras elementales tomadas de cada lata serán de un peso similar y constituirán una muestra global (véase el punto 3.5).

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.

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

El laboratorio de control analizará la muestra de laboratorio tomada para garantizar el cumplimiento de la normativa en dos análisis independientes como mínimo y calculará la media de los resultados.

El lote será aceptado si la media no supera el contenido máximo respectivo [establecido en el Reglamento (CE) nº 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) nº 466/2001] si la media supera el contenido máximo, fuera de toda duda razonable, teniendo en cuenta la incertidumbre de medición y la corrección en función de la recuperación.

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**

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

El analista 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 en 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.

La totalidad del material de muestra recibido por el laboratorio deberá usarse para la preparación del material de prueba. Sólo las muestras muy finamente homogeneizadas dan resultados reproducibles.

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 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 garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines de defensa del comercio

Las muestras idénticas tomadas para garantizar el cumplimiento de la normativa, o con fines de defensa del comercio o de arbitraje deberán proceder 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 deberá utilizar 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 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: $r = 2,8 \times s_r$.

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 $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, donde \bar{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 %); $R = 2,8 \times s_R$.

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 $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

$HORRAT_r$ = 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 (referencia 2).

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

4.2. *Requisitos generales*

Los métodos de análisis utilizados para el control de los productos alimenticios deben cumplir las disposiciones de los puntos 1 y 2 del anexo de 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.

4.3. *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) nº 242/2004
Límite de detección	No más de 5 mg/kg
Límite de cuantificación	No más de 10 mg/kg
Precisión	Valores HORRAT _r o HORRAT _R inferiores a 1,5 en el ensayo colectivo de validación
Recuperación	80 % – 105 % (como se indica en el ensayo colectivo)
Especificidad	Sin interferencias de la matriz o espectrales

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 producirá resultados con una incertidumbre estándar máxima, que se puede calcular por medio de la siguiente fórmula:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,1C)^2}$$

donde:

U_f 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 2.

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

El resultado analítico se registrará en forma corregida o sin corregir en función de la recuperación. Deberá indicarse la forma de registro y la tasa 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 deberá tener 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 de medición.

4.5. *Normas de calidad aplicables a los laboratorios*

Los laboratorios deberán ajustarse a las disposiciones de la Directiva 93/99/CEE del Consejo, de 29 de octubre de 1993, sobre medidas adicionales relativas al control oficial de los productos alimenticios.

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 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 SnO₂, Sn(OH)₄, SnO₂·H₂O).

Las muestras preparadas deben conservarse en 5 mol/l HCl. No obstante, como el SnCl₄ 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 Foods 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 y R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.
-