

No obstante, para la sustancia activa deltametrina, la entrada en vigor se producirá el día 1 de noviembre de 2003.

Madrid, 30 de mayo de 2003.

RAJOY BREY

Excmo. Sr. Ministro de Agricultura, Pesca y Alimentación y Excmas. Sras. Ministras de Sanidad y Consumo y de Medio Ambiente.

### ANEXO (\*)

39. Condiciones de la inclusión de la sustancia activa flumioxazina.

Características:

Nombre común: Flumioxazina.

N.º CAS: 103361-09-7.

N.º CIPAC: 578.

Nombre químico (IUPAC): N-(7-fluoro-3,4-dihidro-3-oxo-4-prop-2-inil-2H-1,4-benzoxazin-6-il)ciclohex-1-eno-1,2-dicarboximida.

Pureza mínima de la sustancia: 960 g/kg de producto técnico.

Condiciones de la inclusión:

Usos: Sólo podrá ser utilizado como herbicida.

En la evaluación global, según los principios uniformes, atendiendo al informe de revisión de la Comisión Europea, aprobado por el Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal en su reunión de 28 de junio de 2002, se deberá atender especialmente a:

El riesgo para las plantas acuáticas y las algas e incluir, como condición en las correspondientes autorizaciones, cuando corresponda, medidas de reducción del riesgo.

Plazo de la inclusión: de 1 de enero de 2003 al 31 de diciembre de 2012.

Plazo para la aplicación de las condiciones de inclusión: 30 de junio de 2003.

Plazos para la aplicación de los principios uniformes: El 30 de junio de 2004, para formulaciones que contengan flumioxazina como única sustancia activa, o bien como una de varias sustancias activas incluidas en su totalidad en el anexo I del Real Decreto 2163/1994 para el 1 de enero de 2003.

Protección de datos: por ser la flumioxazina una sustancia activa nueva, se aplicará el régimen correspondiente de protección de datos previsto en el artículo 30 del Real Decreto 2163/1994.

40. Condiciones de la inclusión de la sustancia activa deltametrina.

Características:

Nombre común: Deltametrina.

N.º CAS: 52918-63-5.

N.º CIPAC: 333.

Nombre químico (IUPAC): (1R,3R)-3-(2,2-dibromovinil)-2,2-dimetilciclopropano-carboxilato de (S)- $\alpha$ -ciano-3-fenoxibencilo.

Pureza mínima de la sustancia: 980 g/kg de producto técnico.

Condiciones de la inclusión:

Usos: Sólo podrá ser utilizado como insecticida.

En la evaluación global, según los principios uniformes, atendiendo al informe de revisión de la Comisión

Europea, aprobado por el Comité Permanente de la Cadena Alimentaria y de Sanidad Animal en su reunión de 18 de octubre de 2002, se deberá atender especialmente a:

a) La seguridad de los operarios, e incluir como condición en las correspondientes autorizaciones, cuando corresponda, medidas adecuadas de protección.

b) La situación de la exposición alimentaria aguda de los consumidores con vistas a revisar en el futuro los límites máximos de residuos.

c) La protección de los organismos acuáticos, abejas y artrópodos beneficiosos, e incluir como condición en las correspondientes autorizaciones, cuando corresponda, medidas de reducción del riesgo.

Plazo de la inclusión: de 1 de noviembre de 2003 al 31 de octubre de 2013.

Plazo para la aplicación de las condiciones de inclusión: 30 de abril de 2004.

Plazos para la aplicación de los principios uniformes: El 31 de octubre de 2007, para formulaciones que contengan deltametrina como única sustancia activa, o bien, como una de varias sustancias activas incluidas en el anexo I del Real Decreto 2163/1994 para el 31 de octubre de 2003.

Protección de datos: Por ser la deltametrina una sustancia activa antigua se aplicará el régimen correspondiente de protección de datos previsto en el artículo 30 del Real Decreto 2163/1994.

## MINISTERIO DE SANIDAD Y CONSUMO

**11265** *REAL DECRETO 604/2003, de 23 de mayo, por el que se establecen los métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial de las dioxinas y la determinación de policlorobifenilos (PCB) similares a las dioxinas en los productos alimenticios.*

La Directiva 2002/69/CE de la Comisión, de 26 de julio de 2002, por la que se fijan los métodos de muestreo y de análisis para el control oficial de dioxinas y la determinación de PCB similares a las dioxinas en los productos alimenticios, establece los métodos de toma de muestras que se deben aplicar para el control oficial, para la preparación de las muestras y el método de análisis del contenido de dioxinas y la determinación de PCB similares a las dioxinas en los productos alimenticios. Es decir, se establecen criterios generales que deben cumplir la toma de muestras y los métodos de análisis, en esta materia, para que los responsables encargados del control oficial realicen muestreos representativos de los productos alimenticios susceptibles de ser contaminados y para que los laboratorios encargados de los controles oficiales utilicen métodos analíticos de características comparables y, además, adaptados a la evolución de los conocimientos científicos y técnicos.

En cuanto a los productos alimenticios implicados en la Directiva 2002/69/CE citada, aparecen recogidos en el anexo del Reglamento (CE) n.º 2375/2001 del Consejo, de 29 de noviembre de 2001, por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios.

(\*) La numeración de los epígrafes corresponde a la codificación efectuada por la Directiva 2000/80/CE.

Por otra 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 los criterios de funcionamiento de los laboratorios para poder realizar dichos controles oficiales.

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

El control oficial, según se recoge en el Real Decreto 50/1993, de 15 de enero, por el que se regula el control oficial de los productos alimenticios, incluye, entre otras operaciones, la toma de muestras y el análisis de los productos alimenticios. La operación de toma de muestras desempeña un papel primordial en la determinación del contenido de dioxinas y PCB similares a las dioxinas, dado que estos contaminantes se distribuyen de manera muy heterogénea en los diferentes alimentos que las contienen.

Por ello, es importante la armonización de los métodos de muestreo y de análisis a escala comunitaria, consiguiéndose, de esta forma, la aplicación de métodos uniformes y representativos en todos los Estados miembros y la obtención de resultados analíticos similares en todo el territorio comunitario.

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 2002/69/CE citada, que se incorpora al ordenamiento jurídico mediante esta disposición.

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 149.1.10.<sup>a</sup> y 16.<sup>a</sup> de la Constitución, 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 23 de mayo de 2003,

## DISPONGO:

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

La toma de muestras para el control oficial del contenido de dioxinas y policlorobifenilos (PCB) similares a las dioxinas 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 para el control oficial del contenido de dioxinas y PCB similares a las dioxinas 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 se dicta al amparo de lo dispuesto en el artículo 149.1.10.<sup>a</sup> y 16.<sup>a</sup> de la Constitución, 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 23 de mayo 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 dioxinas (PCDD/PCDF) y la determinación de PCB similares a las dioxinas en determinados productos alimenticios

#### 1. Objeto y ámbito de aplicación

Las muestras destinadas al control oficial de los niveles de dioxinas (PCDD/PCDF), así como a la determinación del contenido de PCB (1) similares a las dioxinas en los productos alimenticios, se tomarán de conformidad con los métodos descritos a continuación. Las muestras globales así obtenidas se considerarán representativas de los lotes o sublotes de los que se obtengan.

El cumplimiento de lo establecido en el Reglamento (CE) n.º 466/2001, por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios, se determinará en función de los niveles hallados en las muestras de laboratorio.

#### 2. Definiciones

a) Lote: cantidad de producto alimenticio identificable, entregada en una misma vez y que presenta, a juicio del agente responsable, características comunes, tales como el origen, la variedad, el tipo de embalaje, el envasador, el expedidor o el etiquetado.

En el caso del pescado y de los productos pesqueros también deberá ser comparable su tamaño.

b) Sublote: parte designada de un gran lote, 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 sublote.

d) Muestra global: el total combinado de todas las muestras elementales tomadas del lote o sublote.

e) Muestra de laboratorio: una parte/cantidad representativa de la muestra global destinada al laboratorio.

(1) Cuadro FET fijado por la OMS a fines de la evaluación del riesgo para la salud humana, basado en las conclusiones de la reunión de la OMS celebrada en Estocolmo (Suecia) del 15 al 18 de Junio de 1997 [Van den Berg y otros, (1998). Factores de equivalencia tóxica (FET) para los PCB, PCDD y PCDF en seres humanos y animales. Environmental Health Perspectives 106(12), 775].

Congéneres	Valor FET	Congéneres	Valor FET
Dibenzo-p-dioxinas («PCDD»)		PCB «similares a las dioxinas»	PCB no-orto +
2,3,7,8-TCDD	1	PCB mono-orto	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB no-orto	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001		
Dibenzofuranos («PCDF»)		PCB mono-orto	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Abreviaturas utilizadas: T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa Hp = hepta; O = octo  
CDD = Clorodibenzodioxina; CDF = Clorodibenzofurano; CB = clorobifenilo

### 3. Disposiciones generales

#### 3.1 Autoridad competente.

El Ministerio de Sanidad y Consumo para el comercio extracomunitario y los órganos competentes de las comunidades autónomas para el mercado interior, sin perjuicio, en este último caso, de las competencias del Ministerio de Defensa cuando las disposiciones de este real decreto afecten a unidades, centros u órganos militares.

#### 3.2 Personal.

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

#### 3.3 Muestreo del producto.

Todo lote para analizar será objeto de un muestreo separado.

#### 3.4 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 en dioxinas y PCB similares a las dioxinas, o afectar a los análisis o a la representatividad de la muestra global.

#### 3.5 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 contemplada en el apartado 3.9.

#### 3.6 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.

#### 3.7 Subdivisión de la muestra global en muestras de laboratorio.

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 susceptibles de servir a efectos de control oficial será suficiente para que puedan hacerse al menos dos análisis.

#### 3.8 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 globales y de laboratorio que pudiera ocurrir durante el transporte o el almacenamiento.

### 3.9 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 dispuesto en el Real Decreto 1945/1983 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 e identificar 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.

##### Número de muestras elementales

En el caso de la leche y los aceites, para los que se supone una distribución homogénea de los contaminantes en cuestión en un lote determinado, bastará con tomar tres muestras elementales para cada lote que forme la muestra global. Deberá indicarse el número de lote. Para los demás productos, el número mínimo de muestras elementales que deben tomarse del lote será el indicado en el cuadro 1.

El peso de la muestra global, que incluye todas las muestras elementales, deberá ser de al menos 1 kg, conforme a lo indicado en el apartado 3.6. Las muestras elementales serán de un peso similar. El peso de la muestra elemental deberá ser de al menos 100 gramos, y depende del tamaño de las partículas del lote. Toda excepción a esta norma debe señalarse en el acta contemplada en el apartado 3.9. Con arreglo a lo dispuesto en la Decisión 97/747/CE de la Comisión, de 27 de Octubre de 1997, por la que se fijan los niveles y frecuencias de muestreo, previstas en el Real Decreto 1749/1998, de 31 de julio, por el que se establecen las medidas de control aplicables a determinadas sustancias y sus residuos en los animales vivos y sus productos, con vistas al control de determinadas sustancias y sus residuos en determinados productos animales (1), el tamaño de la muestra para los huevos de gallina es de 12 huevos o más (para lotes a granel, así como para paquetes individuales conforme a lo indicado en los cuadros 1 y 2).

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	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

#### 5. Conformidad del lote o sublote con la especificación

El laboratorio de control realizará sólo un análisis de la muestra de laboratorio destinada al control oficial, cuando el resultado obtenido de este primer análisis sea un valor inferior a un 20 % del límite máximo establecido en el Reglamento (CE) n.º 466/2001. En este caso, no habrá que realizar un segundo análisis y se aceptará el lote.

Si del resultado del primer análisis se obtiene un valor que excede el límite máximo, en cualquier porcentaje, o se encuentra dentro del 20 % por debajo del límite máximo establecido en el Reglamento (CE) n.º 466/2001, se realizará un segundo análisis y se calculará la media de los dos resultados. En este segundo caso el lote se aceptará si la media cumple lo establecido en el Reglamento (CE) n.º 466/2001.

#### ANEXO II

**Preparación de las muestras y criterios que deben cumplir los métodos de análisis utilizados en el control oficial de los niveles de dioxinas (PCDD/PCDF) y en la determinación de PCB similares a las dioxinas en determinados productos alimenticios**

##### 1. Objeto y ámbito de aplicación

Estos requisitos deberán aplicarse en el análisis de los productos alimenticios realizado a efectos del control oficial del nivel de dioxinas [dibenzo-p-dioxinas policloradas (PCDD) y dibenzofuranos policlorados (PCDF)] y de la determinación de PCB similares a las dioxinas.

El control de la presencia de dioxinas en los productos alimenticios puede efectuarse mediante una estrategia que incluya un método de detección selectiva, a fin de seleccionar las muestras cuyo contenido en dioxinas y PCB similares a las dioxinas sea menos de un 30-40 % inferior al nivel considerado o exceda de dicho nivel. El contenido de dioxinas en esas muestras deberá determinarse/confirmarse mediante un método de confirmación.

Los métodos de detección selectiva son los que se utilizan para detectar la presencia de dioxinas y PCB similares a dioxinas en el nivel considerado. Estos métodos se caracterizan por su capacidad de analizar un elevado número de muestras en poco tiempo, con el fin de detectar posibles positivos. Están específicamente diseñados para evitar resultados falsos negativos.

Son métodos de confirmación los que proporcionan una información completa o complementaria que permite la identificación y cuantificación inequívoca de las dioxinas y los PCB similares a las dioxinas en el nivel considerado.

## 2. Contexto

Habida cuenta de que las muestras ambientales y biológicas (incluidas las muestras de productos alimenticios) contienen, por lo general, mezclas complejas de diferentes congéneres de dioxinas, se ha desarrollado el concepto de factores de equivalencia tóxica (FET) a fin de facilitar la evaluación de los riesgos. Estos FET permiten expresar concentraciones de mezclas PCDD y PCDF sustituidos en posiciones 2,3,7 y 8, y, más recientemente, de algunas formas de PCB con cloros sustituidos en posiciones no-orto y mono-orto que presentan una actividad similar a las dioxinas en equivalentes tóxicos (EQT) de 2,3,7,8-TCDD, según se indica en la nota 1 del anexo I.

Las concentraciones de cada sustancia en una muestra dada se multiplican por sus respectivos FET y se suman a continuación para obtener la concentración total de compuestos similares a dioxinas expresados en EQT.

El concepto de «límite superior» exige la utilización del límite de cuantificación para la contribución de cada congénere no cuantificado al EQT.

El concepto de «límite inferior» exige la utilización de cero para la contribución de cada congénere no cuantificado al EQT.

El concepto de «límite intermedio» exige la utilización de la mitad del límite de cuantificación para calcular la contribución de cada congénere no cuantificado al EQT.

### 3. Requisitos de garantía de calidad que han de cumplirse en la preparación de las muestras

a) Deberán tomarse las medidas pertinentes para evitar la contaminación cruzada de cada fase del procedimiento de toma de muestras y de análisis.

b) Las muestras deberán ser almacenadas y transportadas en recipientes de vidrio, aluminio, polipropileno o polietileno. Deberán eliminarse del recipiente que contiene la muestra los restos de polvo de papel. Los recipientes de vidrio deberán lavarse con disolventes previamente sometidos a un control de detección de dioxinas.

c) El almacenamiento y el transporte de las muestras deberá realizarse de modo que se preserve la integridad de la muestra de producto alimenticio.

d) En la medida en que sea pertinente, cada muestra de laboratorio deberá triturarse finamente y mezclarse minuciosamente utilizando un procedimiento reconocido que garantice una homogeneización completa (por ejemplo, trituración que permita pasar a través de un tamiz de 1 mm); en caso de que el contenido de humedad sea demasiado elevado, las muestras deberán secarse antes de proceder a su trituración.

e) Efectuar un análisis en blanco, para lo cual se realizará todo el procedimiento analítico omitiendo únicamente la muestra.

f) El peso de la muestra utilizada para la extracción deberá ser el suficiente para que se cumplan los requisitos relativos a la sensibilidad.

g) Existen muchos procedimientos específicos para la preparación de muestras que son satisfactorios y pueden utilizarse para los productos considerados. Los procedimientos deberán ser validados con arreglo a las directrices aceptadas internacionalmente.

### 4. Requisitos que deben cumplir los laboratorios

a) Los laboratorios deberán demostrar la eficacia de un método en el nivel considerado, por ejemplo, 0,5, 1 y 2 veces el nivel considerado con un coeficiente de variación aceptable para análisis repetidos. Por lo que se refiere a los criterios de validez, véase el apartado 5.

b) El límite de cuantificación en un método de confirmación deberá situarse en un intervalo de aproximadamente un quinto del nivel considerado, a fin de garantizar coeficientes de variación aceptables en el intervalo de referencia.

c) Como medidas internas de garantía de calidad, deberán realizarse regularmente controles en blanco y experimentos con muestras enriquecidas o análisis de muestras de control (de preferencia, si existe, material de referencia certificado).

d) La participación con éxito en estudios entre laboratorios que evalúan la competencia del laboratorio es la mejor manera de demostrar la aptitud de éste para efectuar análisis específicos. No obstante, la participación con éxito en estudios entre laboratorios cuando se trata, por ejemplo, de muestras de suelos o de aguas residuales no prueba necesariamente la competencia en el ámbito de las muestras de alimentos o piensos, que presentan niveles de contaminación más bajos. Por lo tanto, la participación continua en estudios entre laboratorios para la detección de dioxinas y PCB similares a las dioxinas en las matrices de alimentos/piensos es obligatoria.

e) De conformidad con lo dispuesto 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, los laboratorios deberán estar acreditados por un organismo reconocido que opere de conformidad con la Guía ISO 58, a fin de garantizar que cumplan la garantía de calidad analítica. Dicha acreditación debe ser conforme a la norma ISO/IEC/17025:1999.

### 5. Requisitos para los procedimientos analíticos aplicables a las dioxinas y los PCB similares a las dioxinas

Requisitos básicos de aceptación de los procedimientos analíticos:

a) Sensibilidad elevada y límites de detección bajos. En el caso de los PCDD y PCDF, los umbrales de detección deben situarse en el picograma EQT ( $10^{-12}$  g), habida cuenta de la extrema toxicidad de algunos de estos compuestos. Se sabe que los PCB suelen presentarse en cantidades más elevadas que los PCDD y PCDF. Para la mayoría de los congéneres del grupo de los PCB, es suficiente una sensibilidad en el intervalo de nanogramos ( $10^{-9}$  g). No obstante, para medir los congéneres de PCB similares a las dioxinas más tóxicos (en particular, los congéneres sustituidos no-orto) es preciso conseguir la misma sensibilidad que para los PCDD y los PCDF.

b) Selectividad elevada (especificidad). Es necesario establecer una distinción entre los PCDD, los PCDF y los PCB similares a las dioxinas, y una multitud de otros compuestos extraídos simultáneamente de la muestra, capaces de interferir, y que están presentes en concentraciones de hasta varios órdenes de magnitud superiores a las de los analíticos considerados. Por lo que respecta a los métodos de cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS), es necesario distinguir entre varios congéneres, en particular entre los tóxicos (es decir, los diecisiete PCDD y PCDF sustituidos en 2,3,7 y 8 y los PCB similares a las dioxinas) y otros congéneres. Los bioensayos deberían permitir una determinación selectiva de los valores EQT como suma de PCDD, PCDF y PCB similares a las dioxinas.

c) Exactitud elevada (veracidad y precisión). La determinación debería proporcionar una estimación válida de la concentración real en una muestra. A fin de evitar que el resultado del análisis de una muestra sea rechazado debido a la escasa fiabilidad de la estimación de EQT, es necesario lograr un alto grado de exactitud (exactitud de la medición; grado de concordancia entre el resultado de la medición y el valor real o atribuido).

a la medición). La exactitud se expresa como veracidad (diferencia entre el valor medio medido para un analito en un material certificado y su valor certificado, expresado en porcentaje de dicho valor) y como precisión (la precisión suele calcularse como desviación típica; incluye la repetibilidad y reproducibilidad e indica la diferencia entre los resultados obtenidos aplicando varias veces el procedimiento experimental en condiciones establecidas).

Los métodos de cribado pueden incluir bioensayos y métodos GC/MS; los métodos de confirmación son métodos de cromatografía de gases de alta resolución/espectrometría de masas de alta resolución (HRGC/HRMS). Deben cumplirse los siguientes criterios para el valor EQT total:

	Métodos de cribado	Métodos de confirmación
Porcentaje de falsos negativos .....	< 1 %	- 20 % a + 20 %
Veracidad .....		
CV (coeficiente de variación) .....	< 30 %	< 15 %

#### 6. Requisitos específicos que deben cumplir los métodos CG/MS utilizados con fines de cribado o de confirmación

a) A fin de validar el procedimiento analítico, es preciso añadir patrones internos de PCDD/F marcados con  $^{13}\text{C}$  y con cloros sustituidos en 2,3,7 y 8 (y patrones internos de PCB similares a las dioxinas marcados con  $^{13}\text{C}$ , cuando sea necesario determinar los PCB similares a las dioxinas) desde el inicio o antes de comenzar el método analítico, por ejemplo previamente a la fase de extracción. Deberá añadirse al menos un congénere para cada grupo homólogo de PCDD/F tetra a octoclorados (y al menos un congénere para cada uno de los grupos homólogos de PCB similares a las dioxinas, cuando sea necesario determinar los PCB similares a las dioxinas) (alternativamente, deberá utilizarse para el control de PCDD/F y de PCB similares a las dioxinas al menos un congénere para cada función de registro de iones seleccionados para la espectrometría de masas). Se recomienda utilizar, sobre todo en los métodos de confirmación, el conjunto de los diecisiete patrones internos de PCDD/F sustituidos en 2,3,7 y 8 y marcados con  $^{13}\text{C}$ , así como la totalidad de los doce patrones internos de PCB similares a las dioxinas marcados con  $^{13}\text{C}$  (en caso de que sea necesario determinar los PCB similares a las dioxinas).

Habrán de determinarse asimismo los factores de respuesta relativos en el caso de los congéneres para los que no se añade ningún análogo marcado con  $^{13}\text{C}$ , mediante la utilización de soluciones de calibración apropiadas.

b) Para los productos alimenticios de origen vegetal y los productos alimenticios de origen animal con un contenido de grasa inferior al 10 %, es obligatorio añadir patrones internos antes de proceder a la extracción. Por lo que respecta a los productos alimenticios de origen animal con un contenido de grasa superior al 10 %, los patrones internos podrán añadirse antes de la fase de extracción o después de la extracción de grasas. Conviene validar adecuadamente la eficacia de la extracción, en función de la fase en la que se introduzcan los patrones internos y si los resultados notificados se refieren al producto o a las grasas.

c) Previamente al análisis mediante CG/MS, deberán añadirse uno o dos patrones de recuperación (sustituto).

d) Es preciso realizar un control de recuperación. Para los métodos de confirmación, los porcentajes de recuperación de cada patrón interno deberán situarse en un intervalo del 60 % al 120 %. En el caso de congéneres individuales, en particular para algunas dibenzodioxinas y dibenzofuranos hepta y octoclorados, podrían aceptarse porcentajes de recuperación inferiores o superiores, siempre y cuando su contribución al valor EQT no supere el 10 % del valor total de EQT (teniendo únicamente en cuenta los PCDD/F). Para los métodos de cribado los porcentajes de recuperación, deberán situarse en un intervalo del 30 % al 140 %.

e) Es conveniente separar las dioxinas de los compuestos clorados interferentes, tales como los PCB y los éteres difenílicos clorados, mediante técnicas de cromatografía adecuadas (de preferencia con una columna de florisil, alúmina y/o carbono).

La separación de los isómeros por cromatografía de gases debería ser suficiente (< 25 % de pico a pico entre 1,2,3,4,7,8-HxCDF y 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

f) La determinación deberá realizarse con arreglo al método EPA 1613, revisión B: dioxinas y furanos tetra a octoclorados por dilución de isótopos con HRGC/HRMS u otro método con criterios de realización equivalentes.

g) La diferencia entre el límite superior y el límite inferior de determinación no debe exceder el 20 % para los productos alimenticios cuya contaminación por dioxinas sea de aproximadamente 1 pg EQT-OMS/g grasa (teniendo únicamente en cuenta los PCDD/PCDF). En el caso de los productos alimenticios con bajo contenido de grasa, deberán aplicarse los mismos requisitos para niveles de contaminación del orden de 1 pg EQT-OMS/g de producto. Para niveles de contaminación inferiores, por ejemplo 0,50 pg de producto EQT-OMS/g, la diferencia entre el límite superior y el límite inferior podrá situarse en un intervalo del 25 % al 40 %.

#### 7. Métodos analíticos de detección selectiva

##### 7.1 Introducción.

Es posible aplicar distintos enfoques analíticos en un método de detección selectiva: un enfoque exclusivamente de cribado y un enfoque cuantitativo.

##### Técnica de cribado

La respuesta de las muestras se compara con la de una muestra de referencia en el nivel considerado. Las muestras cuya respuesta es inferior a la de la muestra de referencia se consideran negativas, y las muestras cuya respuesta es superior se consideran positivas. Requisitos:

1.º En cada serie de ensayos deberán utilizarse blancos y muestras de referencia, extraídas y analizadas al mismo tiempo y en condiciones idénticas. La respuesta de la muestra de referencia debe ser claramente superior a la del blanco.

2.º Deberán incluirse otras muestras de referencia con una concentración equivalente a 0,5 veces y 2 veces el nivel considerado, a fin de demostrar la eficacia del ensayo en el intervalo de referencia para el control del nivel considerado.

3.º Cuando se analicen otras matrices, deberá demostrarse la validez de las muestras de referencia, utilizando con preferencia muestras cuya concentración en EQT, establecida mediante un método HRGC/HRMS, sea similar a la de la muestra de referencia o, en su

defecto, de un blanco enriquecido hasta concentraciones del mismo orden.

4.º Puesto que en los bioensayos no pueden utilizarse patrones internos, las pruebas de repetibilidad son muy importantes para obtener datos sobre la desviación típica en una serie de ensayos. El coeficiente de variación debe ser inferior al 30 %.

5.º En el caso de los bioensayos, deberán identificarse claramente los compuestos diana, las posibles interferencias y los niveles máximos tolerables de blanco.

#### Enfoque cuantitativo

El enfoque cuantitativo exige varias series de diluciones del patrón, procesos de limpieza y mediciones dobles o triples, así como ensayos en blanco y controles de recuperación. El resultado podrá expresarse en EQT, dando por sentado que los compuestos responsables de la señal cumplen el principio de EQT. Para ello, puede utilizarse el TCDD (o una mezcla de patrones de dioxinas/furanos), a fin de producir una curva de calibración que permita calcular el nivel de EQT en el extracto y, por lo tanto, en la muestra. A continuación, este resultado se corrige con el nivel de EQT calculado para un blanco (para tener en cuenta las impurezas procedentes de los disolventes o productos químicos utilizados) y para la recuperación (calculada a partir del nivel de EQT en una muestra de control de calidad próxima al límite considerado). Es fundamental tener en cuenta que parte de la pérdida de recuperación aparente puede deberse a efectos matriciales y/o a diferencias entre los valores de FET en los bioensayos y los valores oficiales de FET definidos por la OMS.

7.2 Requisitos aplicables a los métodos analíticos de cribado.

1.º El cribado puede realizarse utilizando métodos analíticos GC/MS o bioensayos. Para los métodos GC/MS deben utilizarse los criterios establecidos en el apartado 6. Por lo que se refiere a los bioensayos celulares y los bioensayos realizados con kits, los requisitos específicos aplicables figuran, respectivamente, en los apartados 7.3 y 7.4.

2.º Es necesario proporcionar información sobre el número de resultados falsos positivos y falsos negativos obtenidos para una amplia serie de muestras por debajo y por encima del nivel máximo o umbral de intervención, en comparación con el contenido en EQT determinado mediante un método analítico de confirmación. Los porcentajes reales de falsos negativos deben ser inferiores al 1 %. La tasa de falsas muestras positivas debe ser lo suficientemente baja para que el método de cribado resulte eficaz.

3.º Los resultados positivos deberán confirmarse siempre mediante un método analítico de confirmación (HRGC/HRMS). Además, las muestras correspondientes a una amplia gama de EQT deberán ser confirmadas por un método HRGC/HRMS (aproximadamente del 2 % al 10 % de las muestras negativas). Deberá facilitarse información sobre la correspondencia entre los resultados de los bioensayos y los del método HRGC/HRMS.

7.3 Requisitos específicos aplicables a los bioensayos celulares.

1.º Cuando se efectúe un bioensayo, deberá utilizarse en cada prueba una serie de concentraciones de referencia de TCDD o una mezcla de dioxinas/furanos (curva de respuesta con  $R^2 > 0,95$  para una dosis completa). Sin embargo, a efectos del cribado, puede utilizarse en el análisis de las muestras de baja concentración una curva detallada en los niveles bajos.

2.º Para los resultados del bioensayo en un intervalo de tiempo constante, conviene utilizar una concentración de referencia de TCDD (aproximadamente 3 veces el límite de cuantificación) en una ficha de control de calidad. Otra posibilidad sería utilizar la respuesta relativa de una muestra de referencia comparada con una línea de calibración de TCDD, habida cuenta de que la respuesta de las células depende de múltiples factores.

3.º Se recomienda registrar y verificar los gráficos de control de calidad (QC) para cada tipo de material de referencia, a fin de garantizar que el resultado es conforme a las indicaciones establecidas.

4.º El punto de entrada de la dilución de la muestra utilizada debe situarse en la parte lineal de la curva de respuesta, en particular para los cálculos cuantitativos. Las muestras situadas por encima de la parte lineal de la curva de respuesta deberán diluirse y analizarse de nuevo. Por esta razón, se aconseja realizar el análisis con tres o más diluciones a la vez.

5.º La desviación típica no debe ser superior al 15 % cuando se lleva a cabo una determinación en triplicado para cada dilución de la muestra, ni superior al 30 % para tres análisis independientes.

6.º El límite de detección podrá fijarse en 3 veces la desviación típica del blanco de disolvente o de la respuesta de fondo. Otro método consistiría en aplicar una respuesta superior a la respuesta de fondo (factor de inducción 5 veces superior al blanco de disolvente) calculada a partir de la curva de calibración del día. El límite de cuantificación podrá fijarse en 5 a 6 veces la desviación típica del blanco de disolvente o de la respuesta de fondo o aplicar una respuesta superior a la respuesta de fondo (factor de inducción 10 veces superior al blanco de disolvente) calculada a partir de la curva de calibración del día.

7.4 Requisitos específicos aplicables a los bioensayos realizados por medio de kits (2).

1.º Deberán respetarse las instrucciones del fabricante por lo que respecta a la preparación de las muestras y los análisis.

2.º No deberán utilizarse los kits después de la fecha de caducidad indicada.

3.º No deberán utilizarse materiales o componentes previstos para otros kits.

4.º Los kits deberán conservarse y utilizarse en las condiciones de temperatura de conservación y de utilización indicadas.

5.º El límite de detección aceptable para los inmunoensayos se define como 3 veces la desviación típica, para una serie de diez análisis repetidos del blanco, dividido por el valor de la pendiente de la ecuación de regresión lineal.

6.º Conviene utilizar patrones de referencia para los análisis de laboratorio, a fin de garantizar que la capacidad de respuesta al patrón se sitúa en un intervalo aceptable.

#### 8. Notificación de los resultados

En la medida en que el procedimiento analítico lo permita, los resultados del análisis deberán incluir los niveles de los congéneres individuales de PCDD/F y PCB e indicarse como límite inferior, límite superior y límite intermedio, a fin de incluir el máximo de información posible en la notificación de los resultados. Ello permitirá

(2) Hasta la fecha, los bioensayos realizados mediante kits disponibles en el mercado no han demostrado la suficiente sensibilidad y fiabilidad para poder ser utilizados a fines de detección de la presencia de dioxinas en los niveles exigidos para las muestras de productos alimenticios y de piensos.

interpretar los resultados en función de los requisitos específicos.

El informe deberá indicar asimismo el contenido en lípidos de la muestra, así como el método utilizado para su extracción.

Deberán indicarse los porcentajes de recuperación de cada patrón interno en caso de que dichos porcentajes estén fuera del intervalo mencionado en el apartado 6, en caso de que se supere el nivel máximo, y en los demás casos cuando se soliciten.

#### GLOSARIO DE SIGLAS

Español	Significado	Inglés
PCDD	Policlorodibenzo - p - dioxinas.	PCDD
PCDF	Policlorodibenzofuranos.	PCDF
PCB	Policlorobifenilos.	PCB
FET	Factores de equivalencia tóxica.	TEF
CDD	Clorodibenzodioxina.	CDD
CDF	Clorodibenzofurano.	CDF
CB	Clorobifenilo.	CB
EQT	Equivalentes tóxicos.	TEQ
CV	Coefficiente de variación.	CV

### 11266 REAL DECRETO 605/2003, de 23 de mayo, por el que se establecen medidas para el tratamiento homogéneo de la información sobre las listas de espera en el Sistema Nacional de Salud.

La Constitución Española, que en su artículo 43 consagra el derecho de todos los ciudadanos a la protección de la salud, atribuye al Estado competencias exclusivas en materia de bases y coordinación general de la sanidad, de acuerdo con el artículo 149.1.16.<sup>a</sup>

La Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad, diseñó el Sistema Nacional de Salud coherentemente con la organización territorial del Estado contenida en la Constitución y la distribución competencial en materia de sanidad, y configuró un sistema descentralizado, con autonomía de gestión en el ejercicio de sus competencias por parte de las comunidades autónomas. Esta configuración descentralizada del Sistema Nacional de Salud hace necesario que se establezcan los mecanismos en virtud de los cuales se garanticen los derechos a la protección de la salud y a la asistencia sanitaria en condiciones de igualdad efectiva en el conjunto del sistema, de acuerdo con lo establecido en el propio texto constitucional y en la Ley General de Sanidad.

A tal fin, el Real Decreto 63/1995, de 20 de enero, de ordenación de las prestaciones sanitarias del Sistema Nacional de Salud, reglamentó los derechos de los ciudadanos respecto a las prestaciones que el sistema debe ofrecerles como mínimo en todos los servicios de salud.

Por otra parte, la Ley General de Sanidad, en su artículo 3.2, determina que el acceso a las prestaciones sanitarias se realizará en condiciones de igualdad efectiva que, en aplicación del artículo 9.2 de la Constitución, deben promover los poderes públicos, correspondiendo al Estado la regulación de las condiciones básicas que garanticen dicha igualdad. Asimismo, en su artículo 10.2, la Ley General de Sanidad establece el derecho a la información sobre los servicios sanitarios a que se puede acceder y sobre los requisitos necesarios para su uso.

En este sentido, la Ley General de Sanidad, en su artículo 40, apartados 13, 15 y 16, atribuye a la Admi-

nistración General del Estado, sin menoscabo de las competencias de las comunidades autónomas, el establecimiento de sistemas de información sanitaria y la realización de estadísticas de interés general supracomunitario, la elaboración de informes generales sobre la salud pública y la asistencia sanitaria, y el establecimiento de medios y de sistemas de relación que garanticen la información y la comunicación recíprocas entre la Administración sanitaria del Estado y la de las comunidades autónomas en las materias objeto de la ley. Finalmente, en su artículo 70.2.d), determina que la coordinación general sanitaria incluirá el establecimiento, con carácter general, de criterios mínimos, básicos y comunes de evaluación de la eficacia y el rendimiento de los programas, centros o servicios sanitarios.

En el marco de las actuaciones derivadas de la debida coordinación y cooperación sanitarias y para la mejora de la organización de la asistencia sanitaria, es necesario diseñar una serie de instrumentos, medidas o mecanismos que potencien y aseguren el sistema de información sanitaria sobre las listas de espera en el Sistema Nacional de Salud, que asegure la disponibilidad de la información y la comunicación recíprocas entre la Administración sanitaria del Estado y la de las comunidades autónomas, para garantizar, en definitiva, el funcionamiento cohesionado y la calidad de la asistencia sanitaria dentro del sistema.

Este real decreto establece los criterios, indicadores y requisitos mínimos, básicos y comunes en materia de listas de espera, con el fin de lograr un tratamiento homogéneo de éstas en el conjunto del Sistema Nacional de Salud, que permita el análisis de los resultados y las necesidades y, asimismo, conseguir una evaluación de su funcionamiento, garantizando la transparencia y la uniformidad de la información facilitada al ciudadano.

Esta disposición, que ha sido objeto del pertinente acuerdo del Consejo Interterritorial del Sistema Nacional de Salud, se dicta al amparo del artículo 149.1.16.<sup>a</sup> de la Constitución Española y de acuerdo con lo previsto en el artículo 40.13, 15 y 16 de la Ley 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 23 de mayo de 2003,

#### DISPONGO:

##### Artículo 1. Objeto.

1. Este real decreto tiene por objeto establecer los criterios, indicadores y requisitos mínimos, básicos y comunes en materia de información sobre las listas de espera de consultas externas, pruebas diagnósticas/terapéuticas e intervenciones quirúrgicas correspondientes a los centros y servicios del Sistema Nacional de Salud, a fin de alcanzar un tratamiento homogéneo de éstas para el conjunto del sistema que permita el análisis y evaluación de sus resultados, necesidades y funcionamiento, garantizando la transparencia y uniformidad en la información facilitada al ciudadano.

2. A los anteriores efectos, se adoptarán las siguientes medidas:

a) La implantación de un sistema de información en materia de listas de espera para consultas externas, pruebas diagnósticas/terapéuticas e intervenciones quirúrgicas en el Sistema Nacional de Salud.

b) La definición de los criterios e indicadores básicos, mínimos y comunes para una adecuada indicación y priorización de los pacientes en lista de espera en el Sistema Nacional de Salud.