

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

► **B**

► **M2** REGLAMENTO (CE) N° 333/2007 DE LA COMISIÓN

de 28 de marzo de 2007

por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control de los niveles de elementos traza y de los contaminantes de proceso en los productos alimenticios ◀

(Texto pertinente a efectos del EEE)

(DO L 88 de 29.3.2007, p. 29)

Modificado por:

		Diario Oficial		
		n°	página	fecha
► <u>M1</u>	Reglamento (UE) n° 836/2011 de la Comisión de 19 de agosto de 2011	L 215	9	20.8.2011
► <u>M2</u>	Reglamento (UE) 2016/582 de la Comisión de 15 de abril de 2016	L 101	3	16.4.2016

▼B▼M2**REGLAMENTO (CE) N° 333/2007 DE LA COMISIÓN****de 28 de marzo de 2007****por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control de los niveles de elementos traza y de los contaminantes de proceso en los productos alimenticios**▼B**(Texto pertinente a efectos del EEE)**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CE) n° 882/2004 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 29 de abril de 2004, sobre los controles oficiales efectuados para garantizar la verificación del cumplimiento de la legislación en materia de piensos y alimentos y la normativa sobre salud animal y bienestar de los animales ⁽¹⁾, y, en particular, su artículo 11, apartado 4,

Considerando lo siguiente:

- (1) El Reglamento (CEE) n° 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 que deben fijarse niveles máximos de determinados contaminantes en los productos alimenticios, a fin de proteger la salud pública.
- (2) El Reglamento (CE) n° 1881/2006 de la Comisión, de 19 de diciembre de 2006, por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios ⁽³⁾, establece niveles máximos para el plomo, el cadmio, el mercurio, el estaño inorgánico, el 3-MCPD y el benzo(a)pireno en determinados productos alimenticios.
- (3) El Reglamento (CE) n° 882/2004 establece principios generales para el control oficial de los productos alimenticios. Sin embargo, en algunos casos son necesarias disposiciones más específicas para que los controles oficiales se efectúen de forma armonizada en la Comunidad.
- (4) Los métodos de muestreo y análisis que deben emplearse para el control oficial de los niveles de plomo, cadmio, mercurio, 3-MCPD, estaño inorgánico y benzo(a)pireno en determinados productos alimenticios se establecen, respectivamente, en 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-MCPD en los productos alimenticios ⁽⁴⁾, la Directiva 2004/16/CE de la Comisión, de 12 de febrero de 2004, por la

⁽¹⁾ DO L 165 de 30.4.2004, p. 1. Versión corregida en el DO L 191 de 28.5.2004, p. 1. Reglamento modificado por el Reglamento (CE) n° 1791/2006 de la Comisión (DO L 363 de 20.12.2006, p. 1).

⁽²⁾ DO L 37 de 13.2.1993, p. 1. Reglamento modificado por el Reglamento (CE) n° 1882/2003 del Parlamento Europeo y del Consejo (DO L 284 de 31.10.2003, p. 1).

⁽³⁾ DO L 364 de 20.12.2006, p. 5.

⁽⁴⁾ DO L 77 de 16.3.2001, p. 14. Directiva modificada en último lugar por la Directiva 2005/4/CE (DO L 19 de 21.1.2005, p. 50).

▼B

que se fijan métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido máximo de estaño en los alimentos enlatados ⁽¹⁾, y la Directiva 2005/10/CE de la Comisión, de 4 de febrero de 2005, por la que se establecen los métodos de muestreo y de análisis para el control oficial del contenido de benzo(a)pireno en los productos alimenticios ⁽²⁾.

- (5) Muchas de las disposiciones relativas al muestreo y el análisis para el control oficial de los niveles de plomo, cadmio, mercurio, estaño inorgánico, 3-MCPD y benzo(a)pireno en los productos alimenticios son similares. Por tanto, en aras de la claridad de la legislación, conviene fundir dichas disposiciones en un único acto legislativo.
- (6) En consecuencia, las Directivas 2001/22/CE, 2004/16/CE y 2005/10/CE deben derogarse y sustituirse por un nuevo reglamento.
- (7) Las medidas establecidas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal.

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

▼M2

1. El muestreo y el análisis para el control de los niveles de plomo, cadmio, mercurio, estaño inorgánico, arsénico inorgánico, 3-MCPD e hidrocarburos aromáticos policíclicos («HAP») que figuran en las secciones 3, 4 y 6 del anexo del Reglamento (CE) n.º 1881/2006 se llevarán a cabo de conformidad con el anexo del presente Reglamento.

▼B

2. El apartado 1 se aplicará sin perjuicio de lo dispuesto en el Reglamento (CE) n.º 882/2004.

Artículo 2

Quedan derogadas las Directivas 2001/22/CE, 2004/16/CE y 2005/10/CE.

Las referencias a las Directivas derogadas se entenderán hechas al presente Reglamento.

Artículo 3

El presente Reglamento entrará en vigor el vigésimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de la Unión Europea*.

Será aplicable a partir del 1 de junio de 2007.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

⁽¹⁾ DO L 42 de 13.2.2004, p. 16.

⁽²⁾ DO L 34 de 8.2.2005, p. 15.

▼B*ANEXO*

PARTE A

DEFINICIONES

A los efectos del presente anexo se aplicarán las siguientes definiciones:

- «lote»: cantidad identificable de alimento entregada de una sola vez y que presenta, a juicio del agente responsable, características comunes, (tales 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 su tamaño;
- «sublote»: parte de un lote grande designada para aplicar en ella el método de muestreo; 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; las muestras globales se considerarán representativas de los lotes o sublotes de los que se obtengan;
- «muestra de laboratorio»: muestra destinada al laboratorio.

PARTE B

MÉTODOS DE MUESTREO

B.1. DISPOSICIONES GENERALES

B.1.1. **Personal**

La toma de muestras será efectuada por una persona autorizada designada por el Estado miembro.

B.1.2. **Material objeto de muestreo**

Todo lote o sublote que deba examinarse será objeto de un muestreo aparte.

B.1.3. **Precauciones que deben tomarse**

Durante el muestreo, deberán tomarse precauciones para evitar toda alteración que pueda afectar a los niveles de contaminantes, influir negativamente en la determinación analítica o hacer que las muestras globales dejen de ser representativas.

B.1.4. **Muestras elementales**

En la medida de lo posible, las muestras elementales se tomarán en distintos puntos del lote o sublote. Cuando no se siga este procedimiento, deberá indicarse en el acta contemplada en el punto B.1.8 del presente anexo.

B.1.5. **Preparación de la muestra global**

La muestra global se obtendrá agrupando las muestras elementales.

▼B**B.1.6. Muestras tomadas para velar por el cumplimiento de la normativa, o con fines de defensa o arbitraje**

Las muestras tomadas para velar por el cumplimiento de la normativa, o con fines de defensa o arbitraje, se extraerán de la muestra global homogeneizada, a menos que ello contravenga la normativa de los Estados miembros relativa a los derechos del explotador de la empresa alimentaria.

B.1.7. Embalaje y envío de las muestras

Toda muestra deberá colocarse en un recipiente limpio e inerte que ofrezca una protección adecuada contra la contaminación, contra la pérdida de analitos por adsorción en su pared interna y contra daños durante el transporte. Se tomarán todas las precauciones necesarias para evitar que se modifique la composición de la muestra durante el transporte o el almacenamiento.

▼M1

En caso de toma de muestras para analizar HAP deberán evitarse, en la medida posible, los recipientes de plástico, ya que podrían alterar el contenido de HAP de la muestra. Siempre que sea posible, se utilizarán recipientes de vidrio sin HAP e inertes, protegiendo la muestra adecuadamente de la luz. Cuando esto resulte prácticamente imposible, al menos deberá evitarse el contacto directo de la muestra con los plásticos. Por ejemplo, en caso de muestras sólidas, pueden envolverse en papel de aluminio antes de ponerlas en el recipiente de muestreo.

▼B**B.1.8. Precintado y etiquetado de las muestras**

Toda muestra tomada para uso oficial se precintará en el lugar de muestreo y se identificará según las normas de los Estados miembros.

De cada toma de muestras deberá levantarse un acta que permita identificar sin ambigüedad cada lote o sublote (se indicará el número de lote) y que indique la fecha y el lugar del muestreo, así como toda información adicional que pueda resultar útil al analista.

▼M1**B.2. PLANES DE MUESTREO****B.2.1. Subdivisión de los lotes en sublotes**

Los lotes de gran tamaño se dividirán en sublotes, a condición de que estos puedan separarse físicamente. En el caso de productos que se comercialicen en partidas a granel (por ejemplo, cereales), será de aplicación el cuadro 1. En relación con otros productos será de aplicación el cuadro 2. Dado que el peso del lote no es siempre un múltiplo exacto del peso de los sublotes, estos podrán superar el peso indicado en un máximo del 20 %.

B.2.2. Número de muestras elementales

La muestra global será de al menos 1 kg o 1 l, salvo cuando no sea posible, como ocurre, por ejemplo, cuando la muestra se compone de un envase o una unidad.

El número mínimo de muestras elementales que deberán tomarse del lote o sublote será el indicado en el cuadro 3.

Cuando se trate de productos líquidos a granel, el lote o sublote se mezclará bien, en la medida de lo posible y siempre que ello no afecte a la calidad del producto, por medios manuales o mecánicos inmediatamente antes de procederse al muestreo. En este caso, se dará por hecho que los contaminantes están distribuidos homogéneamente en un lote o sublote determinado. Por tanto, bastará con tomar tres muestras elementales de un lote o sublote para formar la muestra global.

▼ **M1**

Las muestras elementales tendrán un peso o volumen parecidos. El peso o volumen de una muestra elemental deberá ser de 100 g o 100 ml como mínimo, lo que dará como resultado una muestra global de al menos 1 kg o 1 l aproximadamente. Cuando no se aplique este método, deberá indicarse en el acta contemplada en el punto B.1.8 del presente anexo.

*Cuadro 1***Subdivisión de los lotes en sublotos con productos que se comercializan en partidas a granel**

Peso del lote (t)	Peso o número de sublotos
$\geq 1\,500$	500 toneladas
$> 300 < 1\,500$	3 sublotos
$\geq 100 \text{ y } \leq 300$	100 toneladas
< 100	—

*Cuadro 2***Subdivisión de los lotes en sublotos con los demás productos**

Peso del lote (t)	Peso o número de sublotos
≥ 15	15-30 toneladas
< 15	—

*Cuadro 3***Número mínimo de muestras elementales que deben tomarse del lote o sublote**

Peso o volumen del lote/sublote (en kg o l)	Número mínimo de muestras elementales que deben tomarse
< 50	3
$\geq 50 \text{ y } \leq 500$	5
> 500	10

En el cuadro 4 se indica el número de envases o unidades que deberán tomarse para formar la muestra global en caso de que el lote o sublote esté formado por unidades o envases individuales.

*Cuadro 4***Número de envases o unidades (muestras elementales) que deberán tomarse para formar la muestra global si el lote o sublote está formado por envases individuales o unidades**

Número de envases o unidades del lote o sublote	Número de envases o unidades que deben tomarse
≤ 25	1 envase o unidad como mínimo
26 - 100	aproximadamente un 5 %, 2 envases o unidades como mínimo
> 100	aproximadamente un 5 %, 10 envases o unidades como máximo

▼ **M1**

Los niveles máximos de estaño inorgánico se aplican a los contenidos de cada lata, pero, por razones prácticas, es necesario utilizar muestras globales. Si el resultado de la prueba realizada sobre una muestra global de latas fuera inferior, aunque cercano, al nivel máximo de estaño inorgánico y se sospechara que las latas individuales podrían superar el nivel máximo, quizá fuera necesario llevar a cabo investigaciones complementarias.

Cuando no sea posible llevar a cabo el método de toma de muestras que figura en el presente capítulo por sus inaceptables consecuencias comerciales (por ejemplo, debido a las formas de envasado, los daños ocasionados al lote, etc.) o cuando resulte prácticamente imposible aplicar el método anteriormente mencionado, podrá aplicarse un método alternativo de muestreo a condición de que sea suficientemente representativo del lote o sublote objeto de muestreo y esté plenamente documentado.

B.2.3. Disposiciones específicas para el muestreo de peces grandes que lleguen en lotes grandes

En caso de que el lote o sublote que vaya a ser objeto de muestreo contenga peces grandes (cada uno con un peso superior a 1 kg, aproximadamente) y el lote o sublote pese más de 500 kg, la muestra elemental estará compuesta por la parte media del pescado. Cada muestra elemental deberá pesar como mínimo 100 g.

B.3. MUESTREO EN LA FASE DE COMERCIO MINORISTA

La toma de muestras de productos alimenticios en la fase de comercio minorista se realizará, siempre que sea posible, de conformidad con las normas de muestreo establecidas en el punto B.2.2 del presente anexo.

Cuando no sea posible llevar a cabo el método de toma de muestras que figura en el punto B.2.2 por sus inaceptables consecuencias comerciales (por ejemplo, debido a las formas de envasado, los daños ocasionados al lote, etc.) o cuando resulte prácticamente imposible aplicar el método anteriormente mencionado, podrá aplicarse un método alternativo de muestreo a condición de que sea suficientemente representativo del lote o sublote objeto de muestreo y esté plenamente fundamentado.

▼ **B**

PARTE C

PREPARACIÓN Y ANÁLISIS DE LAS MUESTRAS

C.1. NORMAS DE CALIDAD APLICABLES A LOS LABORATORIOS

Los laboratorios deberán cumplir lo dispuesto en el artículo 12 del Reglamento (CE) n° 882/2004 ► **M1** ————— ◀.

Los laboratorios participarán en planes apropiados de ensayos de aptitud que se ajusten al *International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories* ⁽¹⁾, elaborado bajo los auspicios de IUPAC/ISO/AOAC.

Los laboratorios deberán ser capaces de demostrar que siguen procedimientos internos de control de la calidad. Por ejemplo, las ISO/AOAC/IUPAC *Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories* ⁽²⁾.

Siempre que sea posible, se estimará la veracidad de los análisis incluyendo en ellos los adecuados materiales de referencia certificados.

⁽¹⁾ M. Thompson, S.L.R. Ellison y R. Wood: «The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories», *Pure Appl. Chem.*, 2006, 78, pp. 145-96.

⁽²⁾ Editadas por M. Thompson y R. Wood en *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, pp. 649-666.

▼B**C.2. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS****C.2.1. Precauciones y consideraciones generales**

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

El material de muestra recibido por el laboratorio deberá usarse en su totalidad para preparar la muestra de laboratorio.

El respeto de los niveles máximos establecidos en el Reglamento (CE) n° 1881/2006 se determinará sobre la base de los niveles encontrados en las muestras de laboratorio.

C.2.2. Procedimientos específicos de preparación de las muestras**▼M2****C.2.2.1. Procedimientos específicos para el plomo, el cadmio, el mercurio, el estaño inorgánico y el arsénico inorgánico**

El analista velará por que las muestras no se contaminen al prepararlas. Siempre que sea posible, el instrumental y el equipo que entren en contacto con la muestra no deberán contener los metales objeto de la determinación y deberán estar hechos de materiales inertes, por ejemplo plásticos como el polipropileno, el politetrafluoroetileno (PTFE), etc. Además, deberán limpiarse con ácido para minimizar el riesgo de contaminación. Podrá utilizarse acero inoxidable de alta calidad para los instrumentos cortantes.

Existen muchos procedimientos específicos para la preparación de muestras que son satisfactorios y pueden utilizarse con los productos en cuestión. Para los aspectos no cubiertos específicamente por el presente Reglamento, se han considerado satisfactorios los descritos en la norma CEN «Productos alimenticios. Determinación de elementos y sus especies químicas. Consideraciones generales y requisitos específicos»⁽¹⁾, pero otros métodos de preparación de la muestra pueden ser igualmente válidos.

En el caso del estaño inorgánico, deberá prestarse atención para que todo el material esté disuelto, pues se sabe que pueden producirse pérdidas con facilidad, en particular por la hidrólisis en especies hidratadas insolubles de óxidos de Sn(IV).

▼M1**C.2.2.2. Procedimientos específicos para los hidrocarburos aromáticos policíclicos**

El analista velará por que las muestras no se contaminen al prepararlas. Antes de utilizarlos, los recipientes deberán lavarse con acetona o hexano de gran pureza, a fin de minimizar el riesgo de contaminación. Siempre que sea posible, el instrumental y el equipo que vayan a estar en contacto con la muestra deberán estar fabricados con materiales inertes, como aluminio, vidrio o acero inoxidable pulido. Se evitarán plásticos como el polipropileno, el PTFE, etc., ya que los analitos pueden ser adsorbidos por estos materiales.

▼M2

Para el análisis de HAP en el cacao y en sus productos derivados, la determinación del contenido de materia grasa se realizará de conformidad con el Método Oficial 963.15 de la AOAC para la determinación del contenido de materia grasa de los granos de cacao y de sus productos derivados. Podrán aplicarse procedimientos equivalentes de determinación de materia grasa siempre que esté demostrado que el procedimiento de determinación de materia grasa utilizado proporciona un valor igual (equivalente) de contenido de materia grasa.

▼B**C.2.3. Tratamiento de la muestra recibida en el laboratorio**

La muestra global deberá triturarse finamente (cuando proceda) y mezclarse bien siguiendo un proceso con el que esté demostrado que se obtiene una completa homogeneización.

⁽¹⁾ Norma EN 13804:2013: «Productos alimenticios. Determinación de elementos y sus especies químicas. Consideraciones generales y requisitos específicos», CEN, Rue de Stassart 36, 1050 Bruselas (Bélgica).

▼ B**C.2.4. Muestras tomadas para velar por el cumplimiento de la normativa, o con fines de defensa o arbitraje**

Las muestras tomadas para velar por el cumplimiento de la normativa, o con fines de defensa o arbitraje, se extraerán del material homogeneizado, a menos que ello contravenga la normativa de los Estados miembros relativa a los derechos del explotador de la empresa alimentaria.

C.3. MÉTODOS DE ANÁLISIS**C.3.1. Definiciones**

Se entenderá por:

- «r» = Repetibilidad: valor por debajo del cual cabe esperar que la diferencia absoluta entre los resultados de 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) se sitúe dentro de los límites de una probabilidad específica (típicamente 95 %); de donde $r = 2,8 \times s_r$
- «s_r» = Desviación estándar calculada a partir de resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad
- «RSD_r» = Desviación estándar relativa calculada a partir de resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$
- «R» = Reproducibilidad: valor por debajo del cual cabe esperar que la diferencia absoluta entre 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) se sitúe dentro de los límites de una probabilidad específica (típicamente 95 %); $R = 2,8 \times s_R$
- «s_R» = Desviación estándar calculada a partir de resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad
- «RSD_R» = Desviación estándar relativa calculada a partir de resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$
- «LOD» = Límite de detección: el contenido medido mínimo del que es posible deducir la presencia del analito con una certeza estadística razonable. El límite de detección es numéricamente igual a tres veces la desviación estándar de la media de las determinaciones en blanco ($n > 20$)

▼ M2

- «LOQ» = Límite de cuantificación: el contenido mínimo de analito que puede medirse con una certeza estadística razonable. Si tanto la exactitud como la precisión son constantes en un rango de concentración próximo al límite de detección, el límite de cuantificación es numéricamente igual a diez veces la desviación estándar de la media de las determinaciones de matriz en blanco ($n \geq 20$)

▼ M1

- «HORRAT ⁽¹⁾» = La RSD_r observada dividida por el valor RSD_r estimado con la ecuación de Horwitz (modificada) ⁽²⁾ [véase el punto C.3.3.1 («Observaciones sobre los criterios de funcionamiento»)] utilizando la hipótesis $r = 0,66 R$.

⁽¹⁾ Horwitz W. y Albert, R., 2006, «The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision», *Journal of AOAC International*, Vol. 89, pp. 1095-1109.

⁽²⁾ M. Thompson, *Analyst*, 2000, pp. 125 y 385-386.

▼ M1

«HORRAT ⁽¹⁾_R» = La RSD_R observada dividida por el valor RSD_R estimado con la ecuación de Horwitz (modificada) ⁽²⁾ [véase el punto C.3.3.1 («Observaciones sobre los criterios de eficacia»)].

«u» = Incertidumbre estándar combinada de medida obtenida utilizando las incertidumbres estándar combinadas de medida asociadas con las cantidades de insumos en un modelo de medida ⁽³⁾.

▼ B

«U» = La incertidumbre ampliada de medida, aplicando un factor de cobertura de 2 que da un nivel de confianza del 95 % aproximadamente ($U = 2u$)

«Uf» = Incertidumbre estándar máxima de medida.

▼ M2**C.3.2. Requisitos generales**

Los métodos de análisis utilizados para el control de los alimentos deben cumplir las disposiciones del anexo III del Reglamento (CE) n.º 882/2004.

Los métodos de análisis para el estaño total son apropiados para el control de los niveles de estaño inorgánico.

Para el análisis del plomo en el vino, son aplicables los métodos y normas establecidos por la OIV ⁽⁴⁾ con arreglo al artículo 80, apartado 5, del Reglamento (UE) n.º 1308/2013 del Consejo ⁽⁵⁾.

Los métodos de análisis para el arsénico total son apropiados con fines de cribado para el control de los niveles de arsénico inorgánico. Si la concentración de arsénico total es inferior al nivel máximo de arsénico inorgánico, no se exigirán ensayos adicionales y se considerará que la muestra respeta el nivel máximo de arsénico inorgánico. Si la concentración de arsénico total es igual o superior al nivel máximo de arsénico inorgánico, se llevarán a cabo pruebas posteriores para determinar si la concentración de arsénico inorgánico es superior al nivel máximo de arsénico inorgánico.

▼ B**C.3.3. Requisitos específicos****▼ M1****C.3.3.1. Criterios de funcionamiento**

Cuando no se haya prescrito a nivel de la Unión Europea ningún método específico para la determinación de la presencia de contaminantes en productos alimenticios, los laboratorios podrán escoger cualquier método de análisis validado para la matriz correspondiente, siempre que el método seleccionado cumpla los criterios de funcionamiento específicos que se establecen en los cuadros 5, 6 y 7.

Se recomienda la utilización de métodos plenamente validados (es decir, métodos validados por ensayo colectivo para la matriz correspondiente) cuando resulte oportuno y posible. También pueden utilizarse otros métodos validados adecuados (por ejemplo, métodos validados internamente para la matriz correspondiente) siempre que cumplan los criterios de funcionamiento establecidos en los cuadros 5, 6 y 7.

⁽¹⁾ Horwitz W. y Albert, R., 2006, «The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision», *Journal of AOAC International*, Vol. 89, pp. 1095-1109.

⁽²⁾ M. Thompson, *Analyst*, 2000, p. 125 y 385-386.

⁽³⁾ *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*, JCGM 200:2008.

⁽⁴⁾ Organización Internacional de la Viña y el Vino.

⁽⁵⁾ Reglamento (UE) n.º 1308/2013 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 17 de diciembre de 2013, por el que se crea la organización común de mercados de los productos agrarios y por el que se derogan los Reglamentos (CEE) n.º 922/72, (CEE) n.º 234/79, (CE) n.º 1037/2001 y (CE) n.º 1234/2007 (DO L 347 de 20.12.2013, p. 671).

▼ **M1**

Cuando sea posible, la validación de métodos validados internamente incluirá material de referencia certificado.

▼ **M2**

- a) Criterios de funcionamiento aplicables a los métodos de análisis para el plomo, el cadmio, el mercurio, el estaño inorgánico y el arsénico inorgánico

Cuadro 5

Parámetro	Criterio				
Aplicabilidad	Alimentos especificados en el Reglamento (CE) n.º 1881/2006				
Especificidad	Libre de interferencias matriciales o espectrales				
Repetibilidad (RSD _r)	HORRAT _r inferior a 2				
Reproducibilidad (RSD _R)	HORRAT _R inferior a 2				
Recuperación	Se aplica lo dispuesto en el punto D.1.2.				
LOD	= tres décimos de LOQ				
LOQ	Estaño inorgánico	≤ 10 mg/kg			
	Plomo	Nivel máximo ≤ 0,01 mg/kg	0,01 < nivel máximo ≤ 0,02 mg/kg	0,02 < nivel máximo < 0,1 mg/kg	Nivel máximo ≥ 0,1 mg/kg
		≤ nivel máximo	≤ dos tercios del nivel máximo	≤ dos quintos del nivel máximo	≤ un quinto del nivel máximo
	Cadmio, mercurio, arsénico inorgánico	Nivel máximo < 0,100 mg/kg		Nivel máximo ≥ 0,100 mg/kg	
		≤ dos quintos del nivel máximo		≤ un quinto del nivel máximo	

▼ **M1**

- b) Criterios de funcionamiento aplicables a los métodos de análisis para el 3-MCPD:

Cuadro 6

Parámetro	Criterio
Aplicabilidad	Alimentos especificados en el Reglamento (CE) n.º 1881/2006
Especificidad	Libre de interferencias de la matriz o del espectro
Blancos de campo	Inferior al LOD
Repetibilidad (RSD _r)	0,66 veces la RSD _R derivada de la ecuación de Horwitz (modificada)
Reproducibilidad (RSD _R)	Derivada de la ecuación de Horwitz (modificada)
Recuperación	75-110 %
LOD	≤ 5 µg/kg (en materia seca)
LOQ	≤ 10 µg/kg (en materia seca)

- c) Criterios de funcionamiento aplicables a los métodos de análisis para los hidrocarburos aromáticos policíclicos:

Los cuatro hidrocarburos aromáticos policíclicos a los que son aplicables estos criterios son el benzo(a)pireno, el benzo(a)antraceno, el benzo(b)fluoranteno y el criseno.

▼ **M1**

Cuadro 7

Parámetro	Criterio
Aplicabilidad	Alimentos especificados en el Reglamento (CE) n° 1881/2006
Especificidad	Libre de interferencias de la matriz o del espectro, verificación de detección positiva
Repetibilidad (RSD _r)	HORRAT _r inferior a 2
Reproducibilidad (RSD _R)	HORRAT _R inferior a 2
Recuperación	50-120 %
LOD	≤ 0,30 µg/kg para cada una de las cuatro sustancias
LOQ	≤ 0,90 µg/kg para cada una de las cuatro sustancias

d) Observaciones sobre los criterios de funcionamiento:

La ecuación de Horwitz ⁽¹⁾ (para concentraciones $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) y la ecuación de Horwitz modificada ⁽²⁾ (para concentraciones $C < 1,2 \times 10^{-7}$) son ecuaciones de precisión generalizada independientes del analito y de la matriz, y dependientes únicamente de la concentración en la mayoría de los métodos habituales de análisis.

Ecuación de Horwitz modificada para concentraciones $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

donde:

— RSDR es la desviación estándar relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C es la tasa de concentración (es decir, 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). La ecuación de Horwitz modificada es aplicable a las concentraciones $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Ecuación de Horwitz para concentraciones $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

donde:

— RSDR es la desviación estándar relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$

— C es la tasa de concentración (es decir, 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). La ecuación de Horwitz es aplicable a las concentraciones $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

⁽¹⁾ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, *J.Assoc.Off.Analy.Chem.*, 1980, 63, 1344.

⁽²⁾ M. Thompson, *Analyst*, 2000, pp. 125 y 385-386.

▼M1**C.3.3.2. Enfoque de la adecuación a los fines**

Para los métodos validados internamente, como alternativa puede utilizarse un enfoque de la «adecuación a los fines»⁽¹⁾ para evaluar su adecuación para control oficial. Los métodos adecuados para el control oficial deben arrojar resultados con una incertidumbre estándar combinada de medida (u) inferior a la incertidumbre estándar máxima de medida calculada con la siguiente fórmula:

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

donde:

- U_f es la incertidumbre estándar máxima de medida ($\mu\text{g/kg}$),
- LOD es el límite de detección del método ($\mu\text{g/kg}$). El LOD debe cumplir los criterios de funcionamiento establecidos en el punto C.3.3.1. para la concentración de interés,
- C es la concentración de interés ($\mu\text{g/kg}$),
- α es un factor numérico que debe utilizarse según el valor de C . Los valores que han de utilizarse se presentan en el cuadro 8.

Cuadro 8

Valores numéricos que deben darse a α como constante de la fórmula establecida en el presente punto, dependiendo de la concentración de interés

C ($\mu\text{g/kg}$)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
$> 10\,000$	0,1

El analista deberá tener en cuenta el informe sobre la relación existente entre los resultados analíticos, la incertidumbre de medida, los factores de recuperación y las disposiciones establecidas en la legislación de la UE sobre alimentos y piensos⁽²⁾.

▼B**PARTE D****COMUNICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS****D.1. COMUNICACIÓN****D.1.1. Expresión de los resultados**

Los resultados deberán expresarse en las mismas unidades y con el mismo número de cifras significativas que los niveles máximos establecidos en el Reglamento (CE) n° 1881/2006.

D.1.2. Cálculo de la recuperación

Si el método analítico incluye una fase de extracción, deberá corregirse el resultado del análisis en función de la recuperación. En este caso deberá hacerse constar el nivel de recuperación.

⁽¹⁾ M. Thompson y R. Wood, *Accred. Qual. Assur.*, 2006, pp. 10 y 471-478.

⁽²⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf

▼M1

Si el método analítico no incluye ninguna fase de extracción (por ejemplo, en el caso de los metales), el resultado podrá comunicarse sin la corrección en función de la recuperación, si se demuestra, idealmente mediante un adecuado material de referencia certificado, que se alcanza la concentración certificada teniendo en cuenta la incertidumbre de medida (exactitud elevada de la medición), y que por lo tanto el método no está sesgado. Si el resultado se comunica sin la corrección en función de la recuperación, deberá indicarse.

▼B**D.1.3. Incertidumbre de medida**

El resultado analítico deberá expresarse como $x \pm U$, donde x es el resultado analítico y U la incertidumbre expandida de medida, aplicando un factor de cobertura de 2, que ofrece un nivel de confianza aproximado del 95 % ($U=2u$).

▼M1

El analista deberá tener en cuenta el informe sobre la relación existente entre los resultados analíticos, la incertidumbre de medida, los factores de recuperación y las disposiciones establecidas en la legislación de la UE sobre alimentos y piensos ⁽¹⁾.

▼B**D.2. INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS****D.2.1. Aceptación de un lote o sublote**

El lote o sublote se aceptará si el resultado analítico de la muestra de laboratorio no supera el nivel máximo respectivo establecido en el Reglamento (CE) n° 1881/2006, teniendo en cuenta la incertidumbre expandida de medida y la corrección del resultado en función de la recuperación si el método de análisis incluía una fase de extracción.

D.2.2. Rechazo de un lote o sublote

El lote o sublote se rechazará si el resultado analítico de la muestra de laboratorio supera, más allá de toda duda razonable, el nivel máximo respectivo establecido en el Reglamento (CE) n° 1881/2006, teniendo en cuenta la incertidumbre expandida de medida y la corrección del resultado en función de la recuperación si el método de análisis incluía una fase de extracción.

D.2.3. Aplicabilidad

Las presentes normas de interpretación se aplicarán al resultado analítico obtenido con la muestra tomada para velar por el cumplimiento de la normativa. En caso de análisis con fines de defensa o de referencia, serán de aplicación las normas nacionales.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf