

**REGLAMENTO (CE) Nº 1883/2006 DE LA COMISIÓN****de 19 de diciembre de 2006****por el que se establecen métodos de muestreo y de análisis para el control oficial de los niveles de dioxinas y PCB similares a las dioxinas en determinados productos alimenticios****(Texto pertinente a efectos del EEE)**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CE) nº 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 <sup>(1)</sup>, y, en particular, su artículo 11, apartado 4,

Considerando lo siguiente:

- (1) El Reglamento (CE) nº 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 <sup>(2)</sup>, establece los niveles máximos de dioxinas y furanos, así como de la suma de dioxinas, furanos y PCB similares a las dioxinas en determinados productos alimenticios.
- (2) La Directiva 2002/69/CE de la Comisión, de 26 de julio de 2002, por la que se establecen los métodos de muestreo y de análisis para el control oficial de las dioxinas y la determinación de PCB similares a las dioxinas en los productos alimenticios <sup>(3)</sup>, establece disposiciones específicas sobre el procedimiento de muestreo y los métodos de análisis que deben utilizarse para el control oficial.
- (3) La aplicación de nuevos niveles máximos para la suma de dioxinas, furanos y PCB similares a las dioxinas exige que se modifique la Directiva 2002/69/CE. En aras de la claridad, conviene reemplazar la Directiva 2002/69/CE por el presente Reglamento.
- (4) Las disposiciones establecidas en el presente Reglamento se refieren únicamente al muestreo y al análisis de las dioxinas y los PCB similares a las dioxinas a efectos de la aplicación del Reglamento (CE) nº 1881/2006, y no afectan a la estrategia de muestreo ni a los niveles y la frecuencia de muestreo especificados en los anexos III y

IV de la Directiva 96/23/CE del Consejo, de 29 de abril de 1996, relativa las medidas de control aplicables respecto de determinadas sustancias y sus residuos en los animales vivos y sus productos y por la que se derogan las Directivas 85/358/CEE y 86/469/CEE y las Decisiones 89/187/CEE y 91/664/CEE <sup>(4)</sup>. Dichas disposiciones tampoco afectan a los criterios de selección relativos a la toma de muestras establecidos en la Decisión 98/179/CE de la Comisión, de 23 de febrero de 1998, por la que se fijan normas específicas relativas a la toma de muestras oficiales para el control de determinadas sustancias y sus residuos en los animales vivos y sus productos <sup>(5)</sup>.

- (5) Para seleccionar las muestras con niveles significativos de dioxinas y PCB similares a las dioxinas debe utilizarse un método analítico de cribado de productividad elevada, cuya validez se haya demostrado y sea ampliamente aceptable. Es necesario determinar los niveles de dioxinas y PCB similares a las dioxinas en estas muestras mediante un método analítico de confirmación. Conviene, por tanto, establecer requisitos estrictos para los métodos analíticos de confirmación y requisitos mínimos para el método de cribado.
- (6) Con respecto a la toma de muestras de peces muy grandes, es necesario establecer disposiciones específicas para el muestreo a fin de garantizar un enfoque armonizado en toda la Comunidad.
- (7) Tratándose de peces de la misma especie y originarios de la misma región, el nivel de dioxinas y PCB similares a las dioxinas puede variar en función del tamaño y la edad del animal. Además, el nivel de dioxinas y PCB similares a las dioxinas no es necesariamente el mismo en todas las partes del pescado. Por tanto, es necesario establecer disposiciones específicas para el muestreo y la preparación de las muestras de pescado, a fin de garantizar un enfoque armonizado en toda la Comunidad.
- (8) Es de vital importancia que los resultados analíticos se comuniquen e interpreten de manera uniforme, a fin de garantizar un enfoque armonizado en toda la Comunidad de las acciones encaminadas a hacer cumplir la normativa.
- (9) Las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal.

<sup>(1)</sup> 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) nº 776/2006 de la Comisión (DO L 136 de 24.5.2006, p. 3).

<sup>(2)</sup> Véase la página 5 del presente Diario Oficial.

<sup>(3)</sup> DO L 209 de 6.8.2002, p. 5. Directiva modificada en último lugar por la Directiva 2004/44/CE (DO L 113 de 20.4.2004, p. 17).

<sup>(4)</sup> DO L 125 de 23.5.1996, p. 10. Directiva modificada en último lugar por el Reglamento (CE) nº 882/2004 del Parlamento Europeo y del Consejo (DO L 165 de 30.4.2004, p. 1).

<sup>(5)</sup> DO L 65 de 5.3.1998, p. 31. Decisión modificada por el Acta de adhesión de 2003.

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

*Artículo 1*

El muestreo para el control oficial de los niveles de dioxinas, furanos y PCB similares a las dioxinas en los productos alimenticios enumerados en la sección 5 del anexo del Reglamento (CE) n° 1881/2006 se realizará con arreglo a los métodos establecidos en el anexo I del presente Reglamento.

*Artículo 2*

La preparación de las muestras y los análisis para el control oficial de los niveles de dioxinas, furanos y PCB similares a las dioxinas en los productos alimenticios enumerados en la sección 5 del anexo del Reglamento (CE) n° 1881/2006 se

realizarán con arreglo a los métodos establecidos en el anexo II del presente Reglamento.

*Artículo 3*

Queda derogada la Directiva 2002/69/CE. Las referencias a la Directiva derogada se entenderán hechas al presente Reglamento.

*Artículo 4*

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 marzo de 2007.

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

Hecho en Bruselas, el 19 de diciembre de 2006.

*Por la Comisión*

Markos KYPRIANOU

*Miembro de la Comisión*

---

## ANEXO I

**MÉTODOS DE MUESTREO PARA EL CONTROL OFICIAL DE LOS NIVELES DE DIOXINAS (PCDD/PCDF) Y PCB SIMILARES A LAS DIOXINAS EN DETERMINADOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS****1. ÁMBITO DE APLICACIÓN**

Las muestras destinadas al control oficial de los niveles de dioxinas (PCDD/PCDF) y PCB similares a las dioxinas en los productos alimenticios se tomarán de conformidad con los métodos descritos en el presente anexo. Las muestras globales así obtenidas se considerarán representativas de los lotes o sublotes de los que se obtengan. El cumplimiento de los niveles máximos establecidos en el Reglamento (CE) n° 1881/2006, 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**

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 y de los productos pesqueros, también deberá ser comparable su tamaño. En caso de que el tamaño o el peso del pescado, o ambas cosas, no sean comparables dentro de una misma partida, esta podrá seguir considerándose un lote, pero habrá de aplicarse un procedimiento de muestreo específico.

— Sublote: parte de un lote más 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.

— Muestra de laboratorio: una parte o cantidad representativa de la muestra global destinada al laboratorio.

**3. DISPOSICIONES GENERALES****3.1. Personal**

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

**3.2. Material objeto de muestreo**

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

**3.3. Precauciones que deben tomarse**

Durante el muestreo y la preparación de las muestras, deberán tomarse precauciones para evitar toda alteración que pueda modificar el contenido en dioxinas y PCB similares a las dioxinas, afectar negativamente a los análisis o restar representatividad a 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. Cuando no se siga este procedimiento, deberá señalarse en el acta contemplada en el punto 3.8 del presente anexo.

**3.5. Preparación de la muestra global**

La muestra global se obtendrá agrupando las muestras elementales. Deberá pesar al menos 1 kg, a menos que no sea posible, como puede ocurrir si solo se han tomado muestras de un envase.

**3.6. Muestras idénticas**

Las muestras idénticas para acciones encaminadas a hacer cumplir la normativa, o con fines de defensa o de referencia, se tomarán de la muestra global homogeneizada, a menos que este procedimiento contravenga la normativa de los Estados miembros relativa a los derechos del explotador de la empresa alimentaria. El tamaño de las muestras de laboratorio para acciones encaminadas a hacer cumplir la normativa será suficiente para que puedan hacerse al menos dos análisis.

### 3.7. 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 a 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.

### 3.8. 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 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 (sub)lote que vaya a controlarse.

### 4.1. División de los lotes en sublotes

Los lotes de gran tamaño se dividirán en sublotes, a condición de que el sublote pueda separarse físicamente. En el caso de productos que se comercialicen en grandes partidas a granel (por ejemplo, aceites vegetales), 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 múltiplo exacto del peso de los sublotes, el peso de estos podrá superar el peso indicado en un 20 % como máximo.

Cuadro 1

#### Subdivisión de los lotes en sublotes para los productos que se comercializan en partidas a granel

Peso del lote (toneladas)	Peso de los sublotes o número de sublotes
$\geq 1\ 500$	500 toneladas
$> 300$ y $< 1\ 500$	3 sublotes
$\geq 50$ y $\leq 300$	100 toneladas
$< 50$	—

Cuadro 2

#### Subdivisión de los lotes en sublotes para los demás productos

Peso del lote (toneladas)	Peso de los sublotes o número de sublotes
$\geq 15$	15-30 toneladas
$< 15$	—

### 4.2. Número de muestras elementales

La muestra global que mezcle todas las muestras elementales deberá pesar, como mínimo, 1 kg (véase el punto 3.5 del presente anexo).

El número mínimo de muestras elementales que deberán tomarse del lote o sublote será el indicado en los cuadros 3 y 4.

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 supondrá 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.

Las muestras elementales tendrán un peso análogo. El peso de una muestra elemental deberá ser de al menos 100 gramos.

Cuando no se siga este procedimiento, deberá señalarse en el acta contemplada en el punto 3.8 del presente anexo. 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 la Directiva 96/23/CE del Consejo, con vistas al control de determinadas sustancias y sus residuos en determinados productos animales <sup>(1)</sup>, el tamaño de la muestra global para los huevos de gallina será de doce huevos como mínimo (para lotes a granel y para lotes consistentes en envases individuales, cuadros 3 y 4).

<sup>(1)</sup> DO L 303 de 6.11.1997, p. 12.

Cuadro 3

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

Volumen o peso del lote/sublote (expresados en kg o l)	Número mínimo de muestras elementales que deben tomarse
< 50	3
50 a 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 envases individuales o unidades.

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
1 a 25	1 envase o unidad como mínimo
26 a 100	aproximadamente un 5 %, 2 envases o unidades como mínimo
> 100	aproximadamente un 5 %, 10 envases o unidades como máximo

#### 4.3. Disposiciones específicas para el muestreo de lotes que contengan peces enteros de tamaño y peso comparables

Se considera que los peces tienen un tamaño y un peso comparables si las diferencias a este respecto no superan el 50 %, aproximadamente.

El número de muestras elementales que deberán tomarse del lote se establece en el cuadro 3. La muestra global que reúna todas las muestras elementales deberá pesar, como mínimo, 1 kg (véase el punto 3.5).

— En caso de que el lote que vaya a ser objeto de muestreo contenga peces pequeños (cada uno con un peso inferior a 1 kg, aproximadamente), se tomará el pez entero como muestra elemental para formar la muestra global. En caso de que la muestra global resultante pese más de 3 kg, las muestras elementales podrán estar compuestas por la parte media, con un peso mínimo de 100 gramos, de los peces que formen la muestra global. La parte completa a la que sea aplicable el nivel máximo se utilizará para homogeneizar la muestra.

La parte media del pez es aquella donde se encuentra el centro de gravedad. En la mayoría de los casos, está situada en la aleta dorsal (en caso de que el pez tenga esta aleta) o a medio camino entre las branquias y el ano.

— En caso de que el lote que vaya a ser objeto de muestreo contenga peces de mayor tamaño (cada uno con un peso superior a 1 kg, aproximadamente), la muestra elemental estará compuesta por la parte media del pez. Cada muestra elemental deberá pesar, como mínimo, 100 gramos.

En los peces de tamaño intermedio (entre 1 y 6 kg, aproximadamente), la muestra elemental se tomará en forma de loncha desde la columna vertebral hacia el vientre, en la parte media del pescado.

En el caso de peces muy grandes (por ejemplo, de más de 6 kg, aproximadamente), la muestra elemental se tomará de la carne del músculo dorsolateral derecho (vista frontal) en la parte media del pez. Si la toma de esa muestra en la parte media del pez supusiera un daño económico significativo, podrá considerarse suficiente la toma de tres muestras elementales de 350 gramos cada una, con independencia del tamaño del lote o, alternativamente, podrá tomarse una parte equivalente de la carne del músculo próxima a la cola y la carne del músculo próxima a la cabeza de un pez para formar la muestra elemental que sea representativa en relación con el nivel de dioxinas del pez entero.

#### 4.4. Muestreo de lotes de pescado formados por peces enteros de distintos tamaños o pesos

- Serán aplicables las disposiciones del punto 4.3 con respecto a la constitución de las muestras.
- En caso de que predomine una clase o categoría de tamaño o peso (en torno al 80 % o más del lote), la muestra se tomará de peces que tengan el tamaño o peso predominantes. Se considerará que dicha muestra es representativa de todo el lote.
- Si no predomina ninguna clase o categoría de tamaño o peso, deberá garantizarse que los peces seleccionados para la muestra sean representativos de la partida. El documento «Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight» ofrece orientaciones específicas sobre el muestreo de lotes de pescado formados por peces enteros de distintos tamaños o pesos <sup>(1)</sup>.

#### 4.5. 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 4.2 del presente anexo.

Cuando no sea posible, podrá emplearse en la fase minorista un método de muestreo alternativo, siempre que garantice una representatividad suficiente del lote o sublote objeto de muestreo.

### 5. CONFORMIDAD DEL LOTE O SUBLOTE CON LA ESPECIFICACIÓN

El lote se aceptará si el resultado analítico de un único análisis no supera el respectivo nivel máximo de dioxinas y de la suma de dioxinas y PCB similares a las dioxinas establecido en el Reglamento (CE) n° 1881/2006, teniendo en cuenta la incertidumbre de la medición.

Se considerará que el lote incumple el nivel máximo establecido en el Reglamento (CE) n° 1881/2006 si el resultado analítico del límite superior <sup>(2)</sup>, confirmado por el análisis por duplicado <sup>(3)</sup>, supera el nivel máximo más allá de cualquier duda razonable, teniendo en cuenta la incertidumbre de la medición.

La incertidumbre de la medición podrá tenerse en cuenta con arreglo a uno de los enfoques siguientes:

- calculando la incertidumbre expandida utilizando un factor de cobertura de 2, que da un nivel de confianza del 95 % aproximadamente. Un lote o sublote no será conforme si el valor medido menos U está por encima del nivel permitido establecido. En caso de que se determinen por separado las dioxinas y los PCB similares a las dioxinas, para la suma de ambos deberá emplearse la suma de la incertidumbre expandida calculada correspondiente a los resultados analíticos obtenidos por separado para las dioxinas y los PCB similares a las dioxinas,
- estableciendo el límite de decisión (CCa) con arreglo a las disposiciones de la Decisión 2002/657/CE de la Comisión, de 12 de agosto de 2002, por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados <sup>(4)</sup> (punto 3.1.2.5 del anexo: sustancias para las que se ha establecido un límite permitido). Un lote o sublote no será conforme si el valor medido es igual o superior al CCa.

Las presentes normas de interpretación se aplican al resultado analítico obtenido con la muestra para control oficial. En caso de análisis con fines de defensa o referencia, se aplicarán las normas nacionales.

<sup>(1)</sup> [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins\\_en.htm](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm)

<sup>(2)</sup> El concepto de «límite superior» exige suponer que la contribución de cada congénere no cuantificado al equivalente tóxico (EQT) es igual al límite de cuantificación.

El concepto de «límite inferior» exige suponer que la contribución de cada congénere no cuantificado al EQT es igual a cero. El concepto de «límite intermedio» exige suponer que la contribución de cada congénere no cuantificado al EQT es igual a la mitad del límite de cuantificación.

<sup>(3)</sup> El análisis por duplicado es necesario para descartar la posibilidad de una contaminación cruzada interna o una mezcla accidental de muestras. El primer análisis, que se realiza teniendo en cuenta la incertidumbre de la medición, se emplea para verificar el cumplimiento.

Si el análisis se realiza en el marco de un incidente de contaminación con dioxinas, la confirmación mediante análisis por duplicado puede omitirse si las muestras seleccionadas para el análisis se pueden relacionar, merced a la trazabilidad, con dicho incidente.

<sup>(4)</sup> DO L 221 de 17.8.2002, p. 8. Decisión modificada por la Decisión 2004/25/CE (DO L 6 de 10.1.2004, p. 38).

## ANEXO II

**PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS Y REQUISITOS APLICABLES A LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS UTILIZADOS EN EL CONTROL OFICIAL DE LOS NIVELES DE DIOXINAS (PCDD/PCDF) Y PCB SIMILARES A LAS DIOXINAS EN DETERMINADOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS**

## 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Los requisitos establecidos en el presente anexo 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 PCB similares a las dioxinas.

El control de la presencia de dioxinas en los productos alimenticios podrá efectuarse mediante una estrategia que incluya un método de cribado para seleccionar aquellas muestras cuyo nivel de dioxinas y PCB similares a las dioxinas sea menos de un 25 % inferior al nivel máximo o exceda de dicho nivel. La concentración de dioxinas y de la suma de dioxinas y PCB similares a las dioxinas en esas muestras con niveles significativos deberá determinarse o confirmarse mediante un método de confirmación.

Los métodos de cribado son los que se utilizan para detectar la presencia de dioxinas y PCB similares a las dioxinas con el nivel considerado. Estos métodos deberán ser capaces de analizar un elevado número de muestras en poco tiempo con el fin de detectar posibles positivos. Estarán específicamente diseñados para evitar 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 con el nivel considerado.

## 2. CONTEXTO

Las concentraciones de cada sustancia en una muestra dada se multiplicarán por sus respectivos factores de equivalencia tóxica (FET), establecidos por la Organización Mundial de la Salud y enumerados en el apéndice del presente anexo, y se sumarán a continuación para obtener la concentración total de compuestos similares a dioxinas expresados en equivalentes tóxicos (EQT).

A los efectos del presente Reglamento, el límite específico aceptado de cuantificación de un congénere individual será la concentración de un analito en el extracto de una muestra que produzca una respuesta instrumental a dos iones diferentes, que se controlarán con una relación señal/ruido (S/R) de 3:1 para la señal menos sensible, y que cumpla los requisitos básicos tales como, por ejemplo, el tiempo de retención y la relación isotópica con arreglo al procedimiento de determinación descrito en el método EPA 1613, revisión B.

## 3. REQUISITOS DE ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD QUE HABRÁN DE CUMPLIRSE EN LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

- Deberán tomarse las medidas pertinentes para evitar la contaminación cruzada en cada fase del procedimiento de toma de muestras y de análisis.
- 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 que, conforme al correspondiente certificado, no contengan dioxinas, o que previamente hayan sido sometidos a un control de detección de dioxinas.
- El almacenamiento y el transporte de las muestras deberá realizarse de modo que se preserve la integridad de la muestra de producto alimenticio.
- En la medida que sea pertinente, cada muestra de laboratorio deberá triturarse finamente y mezclarse minuciosamente utilizando un procedimiento con el que esté demostrado que se obtiene una homogeneización completa (por ejemplo, trituración hasta el paso por 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.
- Efectuar un análisis en blanco llevando a cabo todo el procedimiento analítico, omitiendo únicamente la muestra.
- El peso de la muestra utilizada para la extracción deberá ser suficiente para que se cumplan los requisitos relativos a la sensibilidad.
- Los procedimientos concretos de preparación de muestras que se empleen para los productos en cuestión deberán validarse conforme a directrices aceptadas a nivel internacional.

— En el caso del pescado, deberá retirarse la piel, pues el nivel máximo se aplica a la carne del músculo sin piel. Sin embargo, todos los restos de carne del músculo y de tejido adiposo adheridos a la cara interna de la piel deberán rascarse cuidadosamente para retirarlos por completo y añadirlos a la muestra que vaya a analizarse.

#### 4. REQUISITOS QUE DEBERÁN CUMPLIR LOS LABORATORIOS

— Los laboratorios deberán demostrar la eficacia de un método en el intervalo del nivel considerado, por ejemplo cero coma cinco, una y dos veces el nivel considerado con un coeficiente de variación aceptable para análisis repetidos. Por lo que se refiere a los criterios de aceptación, véase el punto 5.

— El límite de cuantificación en un método de confirmación deberá situarse en un intervalo de aproximadamente un quinto del nivel considerado.

— Como medidas internas de control 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).

— La aptitud del laboratorio vendrá demostrada por la participación continua y eficaz en estudios interlaboratorios para la determinación del contenido de dioxinas y PCB similares a las dioxinas en las matrices pertinentes de piensos o alimentos.

— De conformidad con lo dispuesto en el Reglamento (CE) nº 882/2004, los laboratorios deberán estar acreditados por un organismo reconocido que opere de conformidad con la Guía ISO 58, de modo que esté garantizado que aplican un aseguramiento de la calidad analítica. Dicha acreditación deberá efectuarse conforme a la norma EN ISO/IEC 17025.

#### 5. REQUISITOS QUE DEBERÁN CUMPLIR LOS PROCEDIMIENTOS ANALÍTICOS APLICABLES A LAS DIOXINAS Y A LOS PCB SIMILARES A LAS DIOXINAS

##### Requisitos básicos de aceptación de los procedimientos analíticos

— *Sensibilidad elevada y límites de detección bajos.* En el caso de las PCDD y los PCDF, los umbrales de detección deberán situarse en el intervalo de picogramos 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 las PCDD y los 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), será preciso conseguir la misma sensibilidad que para las PCDD y los PCDF.

— *Selectividad elevada (especificidad).* Será necesario establecer una distinción entre las PCDD, los PCDF y los PCB similares a las dioxinas y una multitud de otros compuestos extraídos simultáneamente de la muestra, que posiblemente interfieran y que están presentes en concentraciones de hasta varios órdenes de magnitud superiores a las de los analitos considerados. Por lo que respecta a los métodos de cromatografía de gases/espectrometría de masas (GC/MS), será necesario distinguir entre varios congéneres, en particular entre los tóxicos (es decir, los 17 PCDD y PCDF sustituidos en 2,3,7 y 8 y los PCB similares a las dioxinas) y otros congéneres. Los bioensayos deberán permitir una determinación selectiva de los valores EQT como suma de PCDD, PCDF y PCB similares a las dioxinas.

— *Exactitud elevada (veracidad y precisión).* La determinación deberá 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, será 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 de la medición). La exactitud se expresa como veracidad (diferencia entre el valor medio medido de un analito en un material certificado y su valor certificado, expresado como porcentaje de este valor) y precisión (desviación típica relativa  $RSD_R$ , calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad).

Los métodos de cribado podrán incluir bioensayos y métodos de GC/MS; los métodos de confirmación serán métodos de cromatografía de gases de alta resolución/espectrometría de masas de alta resolución (HRGC/HRMS). Deberán cumplirse los siguientes criterios con respecto al valor EQT total:

	Métodos de cribado	Métodos de confirmación
Porcentaje de falsos negativos	< 1 %	
Veracidad		- 20 % a + 20 %
Precisión ( $RSD_R$ )	< 30 %	< 15 %

## 6. REQUISITOS ESPECÍFICOS QUE DEBERÁN CUMPLIR LOS MÉTODOS GC/MS UTILIZADOS CON FINES DE CRIBADO O DE CONFIRMACIÓN

— A fin de validar el procedimiento analítico, será preciso añadir, desde el mismo comienzo del método analítico —por ejemplo, antes de la extracción—, 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  $^{13}\text{C}$ . Deberá añadirse al menos un congénere por cada grupo homólogo tetra a octoclorado de PCDD/F y al menos un congénere por cada grupo homólogo de PCB similares a las dioxinas (alternativamente, al menos un congénere por cada función de registro de iones seleccionados por espectrometría de masas utilizada para el control de PCDD/F y PCB similares a las dioxinas). Se utilizará preferiblemente, sobre todo en los métodos de confirmación, el conjunto de los 17 patrones internos de PCDD/F marcados con  $^{13}\text{C}$  y sustituidos en 2,3,7 y 8, así como la totalidad de los doce patrones internos de PCB similares a las dioxinas marcados con  $^{13}\text{C}$ .

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

— Para los productos alimenticios de origen vegetal y los productos alimenticios de origen animal con un contenido de grasa inferior al 10 %, será 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 extracción o después de la extracción de grasas. Deberá validarse adecuadamente la eficacia de la extracción, en función de la fase en la que se introduzcan los patrones internos y de si los resultados notificados se refieren al producto o a las grasas.

— Con anterioridad al análisis mediante GC/MS, deberán añadirse uno o dos patrones de recuperación (sustituto).

— Será preciso realizar un control de la 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 en relación con algunas dibenzodioxinas y algunos dibenzofuranos hepta y octoclorados, podrán aceptarse porcentajes de recuperación inferiores o superiores, siempre y cuando su contribución al valor de EQT no supere el 10 % del valor total de EQT (basado en la suma de PCDD/F y PCB similares a las dioxinas). Para los métodos de cribado, los porcentajes de recuperación deberán situarse en un intervalo del 30 % al 140 %.

— Las dioxinas se separarán de los compuestos clorados interferentes, tales como los PCB no similares a las dioxinas y los éteres difenílicos clorados, mediante técnicas de cromatografía adecuadas (de preferencia con una columna de florisil, alúmina o carbono, o de varios de ellos).

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

— La determinación deberá realizarse con arreglo al método EPA 1613, revisión B: «Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS», u otro método con criterios de rendimiento equivalentes.

— La diferencia entre el límite superior y el límite inferior de determinación no deberá exceder del 20 % para los productos alimenticios cuya contaminación con dioxinas sea, aproximadamente, de 1 pg EQT-OMS/g de grasa (basándose en la suma de PCDD/PCDF y PCB similares a las dioxinas). En el caso de 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 EQT-OMS/g de producto, la diferencia entre el límite superior y el límite inferior podrá situarse en un intervalo del 25 % al 40 %.

## 7. MÉTODOS ANALÍTICOS DE CRIBADO

### 7.1. Introducción

Al aplicar un método de cribado podrán adoptarse distintos enfoques analíticos: un enfoque puramente de cribado y un enfoque cuantitativo.

#### *Enfoque de cribado*

La respuesta de las muestras se comparará con la de una muestra de referencia en el nivel considerado. Las muestras cuya respuesta sea inferior a la de la muestra de referencia se declararán negativas, mientras que las muestras cuya respuesta sea superior se considerarán, en principio, positivas. Requisitos:

— En cada serie de ensayos deberán utilizarse una muestra en blanco y una muestra de referencia, extraídas y analizadas al mismo tiempo y en condiciones idénticas. La respuesta de la muestra de referencia deberá ser claramente superior a la del blanco.

— Deberán incluirse otras muestras de referencia con una concentración equivalente a cero coma cinco y dos veces el nivel considerado, a fin de demostrar la eficacia del ensayo en el intervalo pertinente para el control del nivel considerado.

- Cuando se analicen otras matrices, deberá demostrarse la validez de las muestras de referencia, utilizando preferiblemente muestras cuyo nivel de EQT, determinado mediante HRGC/HRMS, sea similar, aproximadamente, al de la muestra de referencia o, en su defecto, un blanco enriquecido hasta ese nivel.
- Puesto que en los bioensayos no pueden utilizarse patrones internos, deberán efectuarse ensayos de repetibilidad para obtener datos sobre la desviación típica en una serie de ensayos. El coeficiente de variación deberá ser inferior al 30 %.
- 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 series de diluciones estándar, procesos de limpieza y medición dobles o triples, así como controles en blanco y de recuperación. El resultado podrá expresarse en EQT, suponiendo en tal caso que los compuestos responsables de la señal cumplen el principio de EQT. Para ello, podrá utilizarse el TCDD (o una mezcla patrón de dioxinas/furanos/PCB similares a las dioxinas) 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 corregirá con el nivel de EQT calculado para un blanco (a fin de tener en cuenta las impurezas procedentes de los disolventes y 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 o a diferencias entre los valores de los FET en los bioensayos y los valores oficiales de los FET establecidos por la OMS.

#### **7.2. Requisitos aplicables a los métodos analíticos de cribado**

- El cribado podrá realizarse utilizando métodos analíticos de GC/MS o bioensayos. Para los métodos de GC/MS deberán aplicarse los criterios establecidos en el punto 6. Por lo que se refiere a los bioensayos celulares y los bioensayos realizados con kits, los requisitos específicos aplicables figuran, respectivamente, en los puntos 7.3 y 7.4 del presente anexo.
- Será necesario proporcionar información sobre el número de resultados falsos positivos y falsos negativos obtenidos en una amplia serie de muestras por debajo y por encima del nivel máximo o umbral de intervención, en comparación con el contenido de EQT determinado mediante un método analítico de confirmación. Los porcentajes reales de falsos negativos deberán ser inferiores al 1 %. La tasa de falsas muestras positivas deberá ser lo suficientemente baja para que la herramienta de cribado resulte eficaz.
- 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 mediante 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 de HRGC/HRMS.

#### **7.3. Requisitos específicos aplicables a los bioensayos celulares**

- Cuando se efectúe un bioensayo, deberá utilizarse en cada prueba una serie de concentraciones de referencia de TCDD o una mezcla de dioxinas/furanos/PCB similares a las dioxinas (curva de respuesta con un  $R^2 > 0,95$  para una dosis completa). Sin embargo, a efectos de cribado, podrá utilizarse en el análisis de las muestras de baja concentración una curva detallada en los niveles bajos.
- Para los resultados del bioensayo en un intervalo de tiempo constante, deberá utilizarse una concentración de referencia de TCDD (aproximadamente tres veces el límite de cuantificación) en una ficha de control de calidad. Otra posibilidad será utilizar la respuesta relativa de una muestra de referencia comparada con la línea de calibración de TCDD, habida cuenta de que la respuesta de las células puede depender de múltiples factores.
- Se registrarán y verificarán los gráficos de control de calidad correspondientes a cada tipo de material de referencia, a fin de garantizar que el resultado es conforme con las directrices establecidas.
- La inducción de la dilución de la muestra utilizada deberá 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 tanto, deberán someterse a ensayo, como mínimo, tres diluciones a la vez.
- La desviación porcentual típica no deberá ser superior al 15 % cuando se lleve a cabo una determinación por triplicado por cada dilución de la muestra, ni superior al 30 % entre tres análisis independientes.
- El límite de detección podrá fijarse en tres veces la desviación típica del blanco de disolvente o de la respuesta de fondo. Otro método consiste en aplicar una respuesta superior a la respuesta de fondo (factor de inducción cinco veces superior al blanco de disolvente) calculada a partir de la curva de calibración del día. El límite de cuantificación podrá fijarse en cinco a seis veces la desviación típica del blanco de disolvente o de la respuesta de fondo, o bien podrá aplicarse una respuesta superior a la respuesta de fondo (factor de inducción diez 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 con kits

- Deberá estar garantizado que los bioensayos realizados con kits tienen la suficiente sensibilidad y son lo bastante fiables para ser empleados con alimentos.
- Deberán respetarse las instrucciones del fabricante por lo que respecta a la preparación de las muestras y los análisis.
- No deberán utilizarse los kits de ensayo después de la fecha de caducidad indicada.
- No deberán utilizarse materiales o componentes previstos para otros kits.
- Los kits de ensayo deberán conservarse y utilizarse a las temperaturas de almacenamiento y empleo indicadas.
- El límite de detección para los inmunoensayos se ha determinado en tres 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.
- 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 seguido 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, permitiendo así interpretarlos 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 estén fuera del intervalo mencionado en el punto 6 o de que se supere el nivel máximo, así como en otros casos cuando se solicite.

Puesto que, al decidir sobre la conformidad de una muestra, se ha de tener en cuenta la incertidumbre de la medición, también se indicará este parámetro. Así pues, los resultados analíticos deberán expresarse como  $x \pm U$ , donde  $x$  es el resultado analítico y  $U$  la incertidumbre expandida de la medición, aplicando un factor de cobertura de 2 que da un nivel de confianza aproximado del 95 %. En caso de que se determinen por separado las dioxinas y los PCB similares a las dioxinas, para la suma de ambos deberá emplearse la suma de la incertidumbre expandida calculada correspondiente a los resultados analíticos obtenidos por separado para las dioxinas y los PCB similares a las dioxinas.

Si la incertidumbre de la medición se tiene en cuenta aplicando el CC $\alpha$  (según se describe en el anexo I, punto 5), deberá indicarse este parámetro.

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

## Apéndice del anexo II

Cuadro relativo a los FET fijados por la OMS con fines de evaluación del riesgo para la salud humana, basados en las conclusiones de la reunión de la OMS celebrada en Estocolmo, Suecia, del 15 al 18 de junio de 1997 [Van den Berg *et al.* (1998), «Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife» (Factores de equivalencia tóxica [FET] para PCB, PCDD y PCDF en seres humanos y fauna), *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775]

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