

**REGLAMENTO (CE) N° 627/2006 DE LA COMISIÓN**

**de 21 de abril de 2006**

**por el que se aplica el Reglamento (CE) n° 2065/2003 del Parlamento Europeo y del Consejo en lo relativo a los criterios de calidad de los métodos analíticos validados para el muestreo, la identificación y la caracterización de los productos primarios de humo**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

la propuesta de un método validado de muestreo, identificación y caracterización del producto primario.

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

(6) En 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 <sup>(2)</sup>, se establecen los requisitos generales para los métodos de muestreo y análisis.

Visto el Reglamento (CE) n° 2065/2003 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 10 de noviembre de 2003, sobre los aromas de humo utilizados o destinados a ser utilizados en los productos alimenticios o en su superficie <sup>(1)</sup>, y, en particular, su artículo 17, apartado 3,

(7) El Comité científico de la alimentación humana emitió el 4 de diciembre de 2002 un dictamen sobre los riesgos para la salud humana de los HAP en los alimentos <sup>(3)</sup>, en el que consideraba quince HAP posiblemente genotóxicos y carcinógenos para las personas. Representan un grupo prioritario para la evaluación del riesgo de posibles efectos adversos a largo plazo derivados de la ingesta alimentaria de HAP. Por consiguiente, la presencia de estos en los productos primarios debe analizarse.

Considerando lo siguiente:

(1) En el Reglamento (CE) n° 2065/2003 se establecen disposiciones para elaborar una lista de productos primarios autorizados en la Comunidad para ser utilizados como tales en los productos alimenticios o en su superficie y en la producción de aromas de humo utilizados en los productos alimenticios o en su superficie. Dicha lista incluirá, entre otras cosas, una descripción y una caracterización claras de cada producto primario.

(8) El Instituto de Materiales y Medidas de Referencia (IRMM en sus siglas inglesas) del Centro Común de Investigación de la Comisión llevó a cabo estudios colaborativos para analizar la composición química de productos primarios y cuantificar la concentración en ellos de los quince HAP. Los resultados de dichos análisis están publicados parcialmente en el Informe sobre el estudio colaborativo para la validación de dos métodos de cuantificación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en condensados primarios de humo <sup>(4)</sup>.

(2) Para la evaluación científica se necesita información detallada sobre la composición química cualitativa y cuantitativa del producto primario. Deberían ser lo más pequeñas posible las partes no identificadas, es decir, la cantidad de sustancias con estructura química desconocida.

(9) Para describir la precisión del método, se necesita la desviación estándar de repetibilidad tal como la define la norma ISO 5725-1 <sup>(5)</sup>. Debería calcularse con datos procedentes de una validación por análisis en un solo laboratorio que ofrezca el valor  $S_i$  tal como se describe en las Directrices armonizadas para la validación de métodos de análisis en un único laboratorio <sup>(6)</sup>, o bien en un ensayo multicéntrico que ofrezca los valores  $S_r$  y  $S_R$  tal como se describen en el Protocolo de diseño, realización e interpretación de los estudios sobre el desempeño de los métodos <sup>(7)</sup>.

(3) Por ello, es preciso establecer criterios mínimos de rendimiento, denominados criterios de calidad en este contexto, que deberá cumplir el método de análisis para garantizar que los laboratorios empleen métodos con el nivel necesario de rendimiento.

(4) Los alimentos ahumados, en general, son fuente de preocupación sanitaria, especialmente por la posibilidad de que contengan hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP).

(5) Quienes desean comercializar productos primarios han de presentar toda la información necesaria para la evaluación de la inocuidad. Dicha información debe incluir

<sup>(2)</sup> DO L 191 de 28.5.2004, p. 1.

<sup>(3)</sup> SCF/CS/CNTM/PAH/29 final de 4.12.2002.

<sup>(4)</sup> Informe de la UE LA-NA-21679-EN-C, ISBN 92-894-9629-0.

<sup>(5)</sup> ISO 5725-1: Exactitud (veracidad y precisión) de los métodos de medición y sus resultados — Parte 1: Principios y procedimientos generales, Ginebra, 1994.

<sup>(6)</sup> Thompson, M., Ellison, S.L.R. y Wood, R.: «Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis», *Pure and Applied Chemistry*, 74(5), 2002, pp. 835-855.

<sup>(7)</sup> Horwitz, W.: «Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies», *Pure and Applied Chemistry*, 67(2), 1995, pp. 331-343.

<sup>(1)</sup> DO L 309 de 26.11.2003, p. 1.

- (10) No puede alcanzarse la plena validación de los métodos para analizar la composición de los productos primarios con un máximo de compuestos identificados. El elevado número de análisis conlleva una carga de trabajo incalculable e impráctica. No obstante, si se recurre a la espectrometría de masas para detectar los compuestos, los espectros de masa resultantes pueden compararse con los datos publicados <sup>(1)</sup>, o con bibliotecas de espectros de masa, y puede llegarse a una identificación provisional.
- (11) A partir de los resultados obtenidos en el estudio de validación interlaboratorios sobre los HAP, y de conformidad con la Decisión 2002/657/CE de la Comisión <sup>(2)</sup>, se han propuesto criterios mínimos de calidad para los métodos adecuados de determinación analítica de los HAP en todos los productos primarios.
- (12) De conformidad con las recomendaciones dadas en las Directrices internacionales armonizadas sobre el uso de datos de recuperación en las mediciones analíticas de la ISO, la IUPAC y la AOAC, los resultados de los análisis deben corregirse con respecto a la recuperación.
- (13) La Autoridad Europea de Seguridad Alimentaria ha prestado asistencia científica y técnica para elaborar los criterios de calidad de métodos validados de identificación y

caracterización de los productos primarios de humo establecidos en el presente Reglamento.

- (14) Los criterios de calidad pueden adaptarse para tener en cuenta el progreso del conocimiento científico y tecnológico.
- (15) Las medidas previstas en la presente Decisión se ajustan al dictamen del Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal.

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

#### Artículo 1

Los criterios de calidad de los métodos analíticos validados para el muestreo, la identificación y la caracterización de los productos primarios de humo, a que se refiere el anexo II, punto 4, del Reglamento (CE) n° 2065/2003, serán los establecidos en el anexo del presente Reglamento.

#### Artículo 2

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

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

Hecho en Bruselas, el 21 de abril de 2006.

Por la Comisión  
Markos KYPRIANOU  
Miembro de la Comisión

<sup>(1)</sup> [http://www.irmm.jrc.be/html/activities/intense\\_sweeteners\\_and\\_smoke\\_flavourings/liquid\\_smoke\\_components.xls](http://www.irmm.jrc.be/html/activities/intense_sweeteners_and_smoke_flavourings/liquid_smoke_components.xls)  
Faix, O. et al.: *Holz als Roh- & Werkstoff*, **49**, 1991, pp. 213-219.  
Faix, O. et al.: *Holz als Roh- & Werkstoff*, **49**, 1991, pp. 299-304.  
Faix, O., Meier, D. y Fortmann, I.: *Holz als Roh- & Werkstoff*, **48**, 1990, pp. 281-285.  
Faix, O., Meier, D. y Fortmann, I.: *Holz als Roh- & Werkstoff*, **48**, 1990, pp. 351-354.

<sup>(2)</sup> DO L 221 de 17.8.2002, p. 8. Decisión modificada en último lugar por la Decisión 2004/25/CE (DO L 6 de 10.1.2004, p. 38).

## ANEXO

**Criterios de calidad de los métodos analíticos validados para el muestreo, la identificación y la caracterización de los productos primarios de humo****1. Muestreo**

El requisito básico es obtener una muestra de laboratorio representativa y homogénea.

El analista velará por que las muestras no se contaminen durante la preparación de la muestra. Los recipientes se lavarán con acetona o hexano de gran pureza (p.A., grado HLPC o equivalente) antes de utilizarlos, con el fin de minimizar el riesgo de contaminación. Siempre que sea posible, el instrumental que vaya a estar en contacto con la muestra estará fabricado con materiales inertes, como vidrio o acero inoxidable pulido. Se evitarán los plásticos como el polipropileno, porque puede darse una adsorción del análisis por estos materiales.

Para la preparación del material de ensayo se utilizará la totalidad del material de muestra recibido por el laboratorio. Sólo las muestras muy finamente homogeneizadas dan resultados reproducibles.

Existen muchos procedimientos específicos satisfactorios a los que puede recurrirse para la preparación de la muestra.

**2. Identificación y caracterización****2.1. Definiciones**

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

Masa libre de solvente: masa del material tras la separación del solvente, que suele ser agua.

Fracción volátil: parte de la masa libre de solvente que es volátil y analizable por cromatografía de gases.

**Identificación**

de un producto primario: resultados de un análisis descriptivo en el que se identifican las sustancias presentes en el producto primario.

**Caracterización**

de un producto primario: identificación de las fracciones físico-químicas más importantes, y cuantificación e identificación de los constituyentes químicos.

LDC: límite de cuantificación.

LDD: límite de detección.

$S_i$ : desviación estándar en un solo laboratorio, calculada a partir de los resultados generados en condiciones de repetibilidad tal como se definen en la norma ISO 5725-1 <sup>(1)</sup> [= desviación estándar de la repetibilidad calculada en un solo laboratorio, de conformidad con las Directrices armonizadas para la validación de métodos de análisis en un único laboratorio <sup>(2)</sup>].

$S_r$ : desviación estándar media en laboratorio, calculada a partir de los resultados generados en condiciones de repetibilidad tal como se definen en la norma ISO 5725-1 <sup>(1)</sup> en un estudio multicéntrico de un mínimo de ocho laboratorios, de conformidad con el Protocolo de diseño, realización e interpretación de los estudios sobre el desempeño de los métodos <sup>(3)</sup>.

$S_R$ : desviación estándar entre laboratorios, calculada a partir de los resultados generados en condiciones de reproducibilidad tal como se definen en la norma ISO 5725-1 <sup>(1)</sup> y de conformidad con el Protocolo de diseño, realización e interpretación de los estudios sobre el desempeño de los métodos <sup>(3)</sup>.

$RSD_i$ : desviación estándar de la repetibilidad relativa en un solo laboratorio ( $S_i$  expresada en porcentaje del valor medido).

$RSD_r$ : desviación estándar de la repetibilidad media relativa ( $S_r$  expresada en porcentaje del valor medido).

$RSD_R$ : desviación estándar de la reproducibilidad relativa ( $S_R$  expresada en porcentaje del valor medido).

<sup>(1)</sup> ISO 5725-1: Exactitud (veracidad y precisión) de los métodos de medición y sus resultados — Parte 1: Principios y procedimientos generales, Ginebra, 1994.

<sup>(2)</sup> Thompson, M., Ellison, S.L.R. y Wood, R.: «Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis», *Pure and Applied Chemistry*, **74**(5), 2002, pp. 835-855.

<sup>(3)</sup> Horwitz, W.: «Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies», *Pure and Applied Chemistry*, **67**(2), 1995, pp. 331-343.

## 2.2. Requisitos

Sin perjuicio del artículo 11 del Reglamento (CE) n° 882/2004, el método validado de identificación y caracterización que escoja el laboratorio cumplirá los criterios de calidad que se indican en los cuadros 1 y 2.

Cuadro 1

**Criterios de calidad para los métodos de identificación y cuantificación de los constituyentes químicos de la masa libre de solvente y de la fracción volátil de los productos primarios**

Parámetro	Valor/Comentario
Masa libre de solvente	Se identificará y cuantificará, como mínimo, un 50 % de la masa
Fracción volátil	Se identificará y cuantificará, como mínimo, un 80 % de la masa

Cuadro 2

**Criterios de calidad mínimos para el método de análisis de hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP)**

HAP por analizar	RSD <sub>i</sub> (*)	RSD <sub>f</sub> (*)	RSD <sub>R</sub> (*)	LDD (***)	LDC (***)	Gama analítica (***)	Recuperación (*)
	%	%	%	µg/kg	µg/kg	µg/kg	%
benzo[a]pireno	20	20	40	1,5	5,0	5,0-15	75-110
benzo[a]antraceno	20	20	40	3,0	10	10-30	75-110
ciclopenta[cd]pireno (**) dibenzo[a,e]pireno (**) dibenzo[a,i]pireno (**) dibenzo[a,h]pireno (**)	35	35	70	5,0	15	15-45	50-110
criseno 5-metilcriseno benzo[b]fluoranteno benzo[j]fluoranteno benzo[k]fluoranteno indeno[123-cd]pireno dibenzo[a,h]antraceno benzo[ghi]perileno dibenzo[a,l]pireno	25	25	50	5,0	15	10-30	60-110

(\*) En toda la gama analítica.

(\*\*) Los valores RSD<sub>i</sub>, RSD<sub>f</sub> y RSD<sub>R</sub> son relativamente elevados debido a la reducida estabilidad de los análisis en los condensados primarios de humo.

(\*\*\*) Corregido con respecto a la recuperación.