



## **Protocolo de muestreo para el Estudio Coordinado sobre la determinación de presencia de sustancias perfluoroalquiladas (PFAS) en carne de pescado (EC 03 22 PFAS).**

### **1. Justificación y objetivos**

Las sustancias perfluoroalquiladas (PFAS) son un gran grupo de compuestos sintetizados químicamente que consisten en una cadena alquílica hidrofóbica con un grupo final hidrofílico. Debido a este carácter anfifílico, estas sustancias presentan una elevada estabilidad química y térmica, así como una elevada actividad superficial, por lo que tienen un amplio uso en aplicaciones industriales y de consumo que incluyen revestimientos antimanchas de tejidos y moquetas, pinturas y barnices, muebles, zapatos, revestimientos lipofóbicos destinados a productos de papel aptos para el contacto con los alimentos, espumas extintoras, tensioactivos para pozos de extracción minera o petrolífera, abrillantadores de suelos y fórmulas de insecticidas.

Un subgrupo importante son los agentes tensioactivos orgánicos (per) fluorados, al que pertenecen los sulfonatos de perfluorooctano (PFOS) y el ácido perfluorooctanoico (PFOA). Aunque su producción se ha restringido a nivel mundial, su liberación al entorno a partir de productos que los contienen, o su desecho inapropiado, hace que se detecten en el medio ambiente, los peces, las aves y los mamíferos.

La preocupación por las PFAS en salud pública surgió por los efectos toxicológicos mostrados en estudios en animales de experimentación, como hepatotoxicidad, neurotoxicidad, inmunotoxicidad, toxicidad en la reproducción, efectos hormonales, además de tener potencial genotóxico y carcinogénico. Sin embargo, no está claro que estos resultados tengan implicaciones para la salud humana.

El Panel científico sobre contaminantes de la cadena alimentaria adoptó un [dictamen científico sobre sulfonato de perfluorooctano \(PFOS\), ácido perfluorooctanoico \(PFOA\) y sus sales en 2008](#), en el que la EFSA recomendó que sería conveniente disponer de más datos sobre los niveles de PFAS en los alimentos y en los seres humanos, en particular con respecto al seguimiento de tendencias en la exposición.

Para ello, se publicó la Recomendación 2010/161/ UE de la Comisión, con el fin de recopilar datos adicionales sobre la presencia de varios PFAS en los alimentos.

Teniendo en cuenta la información recopilada a partir de esta Recomendación y la evidencia científica más reciente, en 2018 EFSA publica una opinión científica sobre el [Riesgo para la salud humana relacionado con la presencia de ácido perfluorooctano sulfónico y ácido perfluorooctanoico en alimentos](#), donde



establece una ingesta semanal tolerable (TWI) de 13 ng/kg de peso corporal (pc) por semana para PFOS y 6 ng/kg pc por semana para PFOA. En este dictamen de 2018 se derivan por separado ingestas semanales tolerables (TWI) para estos compuestos según los efectos observados en humanos, pero posteriormente, la Comisión solicita al Panel CONTAM que revisara la evaluación de riesgos, incluyendo la posibilidad de aplicar un enfoque mixto.

Por ello, en 2020 EFSA publica una [evaluación científica sobre los riesgos para la salud humana relacionados a la presencia de sustancias perfluoroalquiladas \(PFAS\) en los alimentos](#), para la suma de cuatro PFAS: PFOS, PFOA, PFNA (ácido perfluorononanoico) y PFHxS (ácido perfluorohexano sulfónico), asumiéndose las mismas potencias para estas cuatro PFAS. Se determinó una ingesta semanal tolerable (TWI) de 4.4 ng/kg pc por semana, concluyendo que una proporción de la **población europea supera este TWI**, lo que es **preocupante**.

De acuerdo con esta opinión de EFSA, la categoría de **“Carne de pescado”**, junto con la de **“Frutas y productos de frutas”** y **“Huevos y productos de huevo”**, son los **principales contribuyentes a la exposición** combinada a PFOS, PFOA, PFNA y PFHxS **para todos los grupos de población**.

Una gran parte de los datos presentados a EFSA para elaborar esta opinión corresponden a presencia de PFOS y PFOA en carne de pescado (33% de los resultados), pero la mayoría de las muestras fueron enviadas por solo tres países europeos: Alemania, Noruega y Francia, por lo que los niveles de PFAS podrían no ser representativos para toda Europa.

Actualmente, en el [Reglamento 1881/2006, de 19 de Diciembre de 2006](#), de la Comisión, *por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios* no existen límites máximos para este tipo de sustancias, por lo que se está debatiendo en el grupo de trabajo de Contaminantes Orgánicos Persistentes de la Comisión en Bruselas el establecimiento de límites máximos para distintos grupos de alimentos.

Al respecto, también se ha considerado procedente el publicar una Recomendación de monitorización con el objeto de realizar durante los años 2022, 2023, 2024 y 2025 el seguimiento de la presencia de sustancias perfluoroalquilo en los alimentos, dirigiendo a los Estados Miembros la conveniencia de incluir las cuatro sustancias sobre las que EFSA lleva a cabo su evaluación de riesgo en la opinión de 2020 (PFOS, PFOA, PFNA y PFHxS), y a la vez incluir también compuestos similares pero con diferente longitud de cadena (C4 - C15), para estimar la relevancia de su presencia en alimentos.

Para ello, la Comisión Europea propone incluir en la Recomendación de monitorización la siguiente lista no limitativa de sustancias con presencia relevante en alimentos, agua potable y/o suero humano:

- Ácido perfluorobutanoico (PFBA)



- Ácido perfluoropentanoico (PFPeA)
- Ácido perfluorohexanoico (PFHxA)
- Ácido perfluoroheptanoico (PFHpA)
- Ácido perfluorodecanoico (PFDA)
- Ácido perfluoroundecanoico (PFUnDA)
- Ácido perfluorododecanoico (PFDoDA)
- Ácido perfluorotridecanoico (PFTrDA)
- Ácido perfluorotetradecanoico (PFTeDA)
- Ácido sulfónico de perfluorobutano (PFBS)
- Ácido perfluoropentanosulfónico (PFPS)
- Ácido sulfónico de perfluoroheptano (PFHpS)
- Ácido sulfónico de perfluorononano (PFNS)
- Ácido sulfónico de perfluorodecano (PFDS)
- Ácido sulfónico de perfluoroundecano (PFUnDS)
- Ácido sulfónico de perfluorododecano (PFDoDS)
- Ácido sulfónico de perfluorotridecano (PFTrDS)
- Perfluorooctano sulfonamida (FOSA)

Además, se puede considerar una lista no limitativa de las siguientes sustancias perfluoroalquilo emergentes, tales como:

- Ácido 2-[(6-cloro-1,1,2,2,3,3,4,4,5,5,6,6-dodecafluorhexil)oxi]-1,1,2,2-tetrafluoretansulfónico (la forma ácida de F53B)
- Ácido 2,3,3,3-tetrafluor-2-(heptafluoropropoxi)-propanoico (la forma ácida de GenX)
- Ácido 2,2,3-trifluor-3-[1,1,2,2,3,3-hexafluor-3-(trifluorometoxi)propoxi]propiónico (la forma ácida de ADONA)
- 1-propanaminio, N,N-dimetil-N-óxido-3-[[3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-tridecafluorooctil)sulfonilo] amino]-, hidróxido (Capstone A)
- 1-propanaminio, N-(carboximetil)-N,N-dimetil-3-[[3,3,4,4,5,5,6,6,7,7,8,8,8-tridecafluorooctilo) sulfonil]amino]-, hidróxido (Capstone B)
- Alcoholes y sulfonatos de fluorotelómeros

La futura Recomendación abarcará una amplia variedad de productos alimenticios que reflejen diferentes hábitos de consumo, incluyendo frutas, verduras, raíces y tubérculos con almidón, cereales, frutos secos, alimentos para lactantes y niños pequeños, alimentos de origen animal, bebidas no alcohólicas, vino y cerveza, con el fin de permitir una estimación precisa de la exposición.

Dado que la **carne de pescado** es uno de los **principales contribuyentes a la exposición de PFAS**, y con el fin de participar con un aporte significativo de muestras en este sector con tanta representación económica y repercusión en la seguridad alimentaria en España, **la Agencia Española de Seguridad Alimentaria y Nutrición (AESAN) ha decidido organizar un estudio coordinado sobre esta matriz** para conocer el estado de situación respecto a este grupo de contaminantes. Para llevar a cabo este estudio coordinado y contar con muestras representativas del territorio nacional, AESAN ha pedido



colaboración a las Comunidades Autónomas (CC AA) y a la Subdirección General de Sanidad Exterior (SANEX).

## 2. Programación del muestreo

### 2.1. Comunidades autónomas y organismos participantes

El desglose de muestras para su análisis que enviará SANEX y las distintas CC AA que se han ofrecido a colaborar, se detalla en la tabla del punto 2.2.

El Centro Nacional de Alimentación (CNA-AESAN) no dispone de técnica para el análisis de las muestras, pero se cuenta como laboratorio de análisis el Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA- CSIC), que ha mostrado su ofrecimiento para participar en este estudio.

### 2.2. Distribución de las muestras por producto:

CC AA	Nº muestras/CC.AA	Laboratorio que realiza el análisis
Andalucía	¿?	(IDAEA- CSIC)
Asturias	2	
Cantabria	2	
Castilla y León	¿?	
Extremadura	2	
Galicia	5	
Islas Baleares	4	
País Vasco	¿?	
<b>Total</b>	<b>60</b>	

### 2.3. Características de los productos

Con el fin de analizar distintas variables que den lugar a un mejor conocimiento de la situación de este grupo de contaminantes en carne de pescado, el muestreo se tomará de diferentes **especies** de peces y distintos lugares de **extracción**: agua salada (indicando zona FAO) y agua dulce.

Asimismo, en seguimiento de la futura Recomendación, se prestará una especial atención a:



MINISTERIO  
DE CONSUMO



agencia  
española de  
seguridad  
alimentaria y  
nutrición

- Especificar el tipo de producción: capturas **silvestres** o **acuicultura**.
- Notificar datos de regiones con alta **contaminación ambiental conocida** como muestras sospechosas.

El estudio se centrará en **pescado fresco** (refrigerado o congelado), no incluyendo crustáceos ni moluscos.

También se podrán incluir **productos procesados** (conserva/semiconserva o ahumados de pescado), para los que será necesario tener en cuenta en su análisis una aproximación de corrección con la humedad para poder comparar con los límites máximos que se establecerán en fresco.

Se indicará el **nombre comercial y científico** de la especie de pescado correspondiente acorde a las denominaciones comerciales admitidas en España por la [Resolución de 24 de mayo de 2019 del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación](#)

#### 2.4. Origen de los productos

Habida cuenta de la importancia del sector pesquero en España, se priorizará el origen nacional del pescado.

#### 2.5. Lugar de toma de muestra.

El muestreo se podrá realizar en todos los ámbitos que incluyan comercialización de pescado, tanto mayoristas y/o minoristas comercializadores del producto como industrias elaboradoras.

#### 2.6. Plan y condiciones de muestreo.

Las muestras deberán ser representativas tanto en la industria elaboradora como en los establecimientos mayoristas o minoristas muestreados.

Para ello, la obtención de la muestra se realizará tomando como referencia [Reglamento \(UE\) 2017/644 de la Comisión](#), de 5 de abril de 2017, *por el que se establecen métodos de muestreo y de análisis para el control de los niveles de dioxinas, PCB similares a las dioxinas y PCB no similares a las dioxinas en determinados productos alimenticios*, para garantizar que las muestras sean representativas del lote muestreado.

En el caso de peces muy grandes (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.



Cuando la toma de esa muestra en la parte media del pez **suponga un daño económico significativo**, podrá considerarse suficiente la toma de tres muestras elementales de al menos 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.

### 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 citado reglamento.

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.

En cualquier caso, **la muestra global será de al menos 1 kg.**

Al laboratorio se deberá enviar la muestra global precintada e identificada correctamente incluyendo la fecha y el lugar del muestreo.

Los análisis deben llevarse a cabo de conformidad con el [Reglamento \(UE\) 2017/625](#) del Parlamento Europeo y del Consejo, de 15 de marzo de 2017, *relativo a los controles y otras actividades oficiales realizados para garantizar la aplicación de la legislación sobre alimentos y piensos, y de las normas sobre salud y bienestar de los animales, sanidad vegetal y productos fitosanitarios, haciendo uso de un método de análisis que ha demostrado generar resultados fiables.*

Para cuantificar las concentraciones de PFAS, en seguimiento de la futura Recomendación de monitorización, idealmente los **límites de cuantificación** deberían estar por debajo o en:

- **0,10 µg/kg** para PFOS, PFOA, PFNA y PFHxS en carne de pescado y carne de animales terrestres.

### **3. Condiciones de conservación y transporte de la muestra.**

En seguimiento de lo indicado en el borrador para el próximo Reglamento sobre métodos de muestreo y análisis para el control de PFAS, cada muestra se colocará en un recipiente limpio e inerte que ofrezca una protección adecuada contra la contaminación, la pérdida de analitos por adsorción a la pared interna del recipiente y contra daños durante el transporte.



MINISTERIO  
DE CONSUMO



agencia  
española de  
seguridad  
alimentaria y  
nutrición

Se tomarán todas las precauciones necesarias para evitar cualquier cambio en la composición de la muestra que pueda surgir durante el transporte o almacenamiento.

Las muestras se almacenarán y transportarán en recipientes que se pueda demostrar que están libres de las PFAS correspondientes (p. ej., recipientes de polipropileno/polietileno), preservando al mismo tiempo la integridad de la muestra.

En los casos en que la muestra proceda de un comercio minorista y se encuentre envasada, podrá permanecer en su envase sin alterar hasta el momento del análisis por parte del laboratorio.

Las muestras se han de conservar a temperatura de refrigeración hasta su envío al laboratorio.

En el caso de aquellas muestras que se encuentren congeladas, se adoptarán las medidas necesarias para que no sufran descongelación hasta el momento de proceder a la preparación de las mismas para el análisis.

#### 4. Envío de las muestras al laboratorio.

Se solicita que las CCAA que colaboran en este estudio que envíen las muestras al IDAEA- CSIC preferiblemente **en un único envío.**

Si las muestras son refrigeradas, se mandarán antes de transcurridos tres días desde la toma de las mismas.

En el caso de muestras congeladas se enviarán tal cual, evitando que haya descongelación en el trayecto.

En el Anexo I se incluye el modelo de oficio de remisión, que debe acompañar a las muestras que se envíen al IDAEA- CSIC.

La dirección y datos de contacto del IDAEA- CSIC son los siguientes:

*Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA- CSIC)*  
C. Jordi Girona 18-26,  
08034 Barcelona.

Contacto del Laboratorio: **XXX**

Correo electrónico de contacto: **xxxx@xxxx**

Días y horario de recepción de muestras: de **xx:xx a xx:xx**, de **xxx a xxx** y avisando previamente por correo-e para confirmar fecha de recepción con el **(IDAEA- CSIC)**



Una vez finalizado el periodo de envío de muestras según el cronograma provisional (es decir, no durante el desarrollo del mismo), el IDAEA- CSIC facilitará al responsable del estudio un resumen del cumplimiento del envío de muestras. En caso de que haya incidencias en la recepción de las muestras, en el laboratorio se tomará la decisión correspondiente para subsanarlas, informando en su caso a la Comunidad Autónoma que ha tomado la muestra.

## **5. Requerimientos de información/Datos necesarios**

Toda la información referente a la muestra, incluyendo el resultado, se indicará en la plataforma GEDA.

En la cumplimentación de la plantilla de esta plataforma, para completar dentro del apartado “Matriz de producto/ Alimento muestreado” todas las referencias necesarias para el estudio, y que no se pueden incorporar en este campo, se introducirán las siguientes descripciones en la casilla de **información adicional**:

- ✓ Lugar de extracción: agua **salada** (indicando **zona FAO**) o **agua dulce**.
- ✓ Tipo de producción: capturas **silvestres** o **acuicultura**.
- ✓ En su caso, si procede de regiones con alta **contaminación ambiental conocida**.
- ✓ **Pescado refrigerado/ congelado o procesado** (conserva/ semiconserva o ahumados)

## **6. Información del análisis**

Las condiciones de ensayo a realizar en el IDAEA- CSIC vienen detalladas en el Anexo II.

El IDAEA- CSIC emitirá un informe de ensayo por cada muestra remitida.

Los resultados se enviarán a la Subdirección General de Promoción de la Seguridad Alimentaria de AESAN por correo electrónico a las direcciones: [sgpsa@aesan.gob.es](mailto:sgpsa@aesan.gob.es) y [contaminantes@aesan.gob.es](mailto:contaminantes@aesan.gob.es), no siendo precisa la remisión del informe original en papel. El envío de los informes se facilitará, a ser posible, por bloques de CCAA.

Los informes de ensayo se agruparán en un único archivo que se colgará por la AESAN en la carpeta de este estudio coordinado dentro del e-room de Gestión de Riesgos alimentarios, identificándolo con el nombre de la CCAA de la que procedan las muestras.



A continuación, cada comunidad autónoma –como se indica en el punto 5- será la encargada de introducir los datos de muestras y resultados en la nueva plataforma GEDA. La ventana temporal para introducir estos datos será desde abril hasta septiembre (*previsiblemente en estas fechas, pero a la espera de poder confirmar*). Para más información a este respecto escribir un correo a la siguiente dirección:  
[recopilaciondatos@aesan.gob.es](mailto:recopilaciondatos@aesan.gob.es)

En la **comunidad autónoma**, salvo indicación en contrario, se entenderá que el punto de contacto o responsable es la persona designada como punto de contacto para los Comités Permanentes de Seguridad Alimentaria de la SGPSA.

## 7. Cronograma.

Etapa/mes	2022								2023		
	Mayo	Junio	Julio	Agosto	Septiembre	Octubre	Noviembre	Diciembre	Enero	Febrero	Marzo
Toma de muestras											
Cumplimentación datos (muestreo)											
Análisis											
Envío informe de ensayo											
Cumplimentación CCAA datos COMPLETO											
Informe AESAN											

## 8. Responsables del estudio.

- En AESAN, la persona responsable de este estudio es Violeta García.
  - Email de contacto: [vgarciah@aesan.gob.es](mailto:vgarciah@aesan.gob.es)
  - Tfno.: 91 338 06 19

## 9. Medidas a adoptar en caso de incumplimiento.

Dado que las sustancias perfluoroalquiladas (PFAS) no cuentan con límites máximos fijados en el Reglamento (CE) nº 1881/2006 y que no se trata de una toma de muestras reglamentaria, no procede aplicar por parte de las autoridades de control oficial de las CC AA lo dispuesto en el procedimiento existente en el PNT AESAN\_SGCAAPCO/AP-5.



MINISTERIO  
DE CONSUMO



agencia  
española de  
seguridad  
alimentaria y  
nutrición

## Anexo I: Modelo de escrito para remisión de muestras al Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA- CSIC) para su análisis.

### Identificación del organismo remitente

Siguiendo las indicaciones del “Protocolo de muestreo para el estudio coordinado para la determinación de presencia de sustancias perfluoroalquiladas (PFAS) en carne de pescado” **EC XX 22 PFAS** de la Subdirección General de Promoción de la Seguridad Alimentaria de la Agencia Española de Seguridad Alimentaria y Nutrición (AESAN), se adjuntan las siguientes muestras con la finalidad de que procedan a realizar los análisis en el Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA- CSIC):

<b>Identificación de la/s muestra/s:</b> Listar los números de identificación en la CC AA de cada una de las muestras remitidas (*)	<b>Denominación de la muestra</b> (la muestra debe encontrarse bien definida)

**(\*) Se ha de corresponder con la información incluida en el punto A1 de la tabla de requisitos de la muestra y muestreo que se describe en el punto 5 del protocolo:**

----- de ----- de 2022

(Firma e identificación del remitente)

Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA- CSIC), C. Jordi Girona 18-26, 08034 Barcelona



MINISTERIO  
DE CONSUMO



agencia  
española de  
seguridad  
alimentaria y  
nutrición

## Anexo II: Instituto de Diagnóstico Ambiental y Estudios del Agua (IDAEA- CSIC)

El PETICIONARIO del ensayo será la Subdirección General de Promoción de la Seguridad Alimentaria de AESAN.

El REMITENTE de la muestra será la Comunidad Autónoma colaboradora con el estudio.

Los resultados obtenidos en los análisis se enviarán al “PETICIONARIO” (que tendrá la consideración de “cliente” para el cumplimiento de los requisitos del sistema de gestión de la calidad implantado en el laboratorio).

Los resultados se emitirán mediante los correspondientes Informes de Ensayo generados tras el análisis de las muestras.

El método analítico aplicado para el ensayo de las muestras será: xxxxxxxxxxxxxxxx y que se encuentra **dentro del alcance de acreditación del IDAEA- CSIC.**

El IDAEA- CSIC dispone de los equipos de ensayo y del personal cualificado con las aptitudes y experiencia necesarias para la realización de estos estudios analíticos.

En el caso de no poder cumplir con los requisitos necesarios para llevar a cabo la analítica solicitada, se comunicará al cliente con anterioridad a la realización del ensayo.

Actualmente, el IDAEA- CSIC es un laboratorio acreditado (**Expediente XXX/XXXX**) por la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC), por lo que se trabaja con un sistema de gestión de la calidad de acuerdo a la norma ISO/IEC 17025.

Toda la información obtenida o creada durante la realización de las actividades del laboratorio será tratada con la máxima confidencialidad. No se podrá reproducir total o parcialmente ninguna información facilitada por el cliente, para fines distintos de los propios del ensayo, sin su autorización expresa.