DIRECTIVA 96/46/CE DE LA COMISIÓN de 16 de julio de 1996 por la que se modifica la Directiva 91/414/CEE del Consejo relativa a la comercialización de productos fitosanitarios

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Vista la Directiva 91/414/CEE del Consejo, de 15 de julio de 1991, relativa a la comercialización de productos fitosanitarios (1), cuya última modificación la constituye la Directiva 96/12/CE de la Comisión (2), y, en particular, el apartado 2 de su artículo 18,

Considerando que los Anexos II y III de la Directiva 91/414/CEE establecen los requisitos del expediente que deben presentar los solicitantes para la inclusión de una sustancia activa en el Anexo I y para la autorización de un producto fitosanitario, respectivamente;

Considerando que es necesario indicar a los solicitantes en los Anexos II y III con la mayor precisión posible todos los datos sobre la información exigida, tales como las circunstancias, condiciones y protocolos técnicos para generar determinados datos; que estas disposiciones deben establecer lo antes posible para que los solicitantes puedan utilizarlas en la preparación de sus expedientes;

Considerando que actualmente es posible introducir más detalles sobre los requisitos de datos de los métodos analíticos de la sustancia activa mencionados en la sección 4 de la parte A del Anexo II;

Considerando que ahora es asimismo posible introducir más detalles sobre los requisitos de datos de los métodos analíticos del producto fitosanitario mencionados en la sección 5 de la parte A del Anexo III;

Considerando que las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité fitosanitario permanente,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

La Directiva 91/414/CEE quedará modificada como sigue:

1) La Sección titulada «4. Métodos analíticos» de la parte A del Anexo II se sustituirá por el Anexo I de la presente Directiva.

2) La Sección titulada «5. Métodos analíticos» de la parte A del Anexo III se sustituirá por el Anexo II de la presente Directiva.

Artículo 2

Los Estados miembros pondrán en vigor las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para dar cumplimiento a lo dispuesto en la presente Directiva a más tardar el 30 de abril de 1997. Informarán de ello inmediatamente a la Comisión.

Cuando los Estados miembros adopten dichas disposiciones, éstas harán referencia a la presente Directiva o irán acompañadas de dicha referencia en su publicación oficial. Los Estados miembros establecerán las modalidades de la mencionada referencia.

Artículo 3

La presente Directiva entrará en vigor el 1 de mayo de 1996.

Artículo 4

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 16 de julio de 1996.

Por la Comisión

Franz FISCHLER

Miembro de la Comisión

(1) DO n° L 230 de 19. 8. 1991, p. 1.

(2) DO n° L 65 de 15. 3. 1996, p. 20.

ANEXO I

«4. MÉTODOS ANALÍTICOS

Introducción

Las disposiciones de la presente sección sólo son aplicables a los métodos analíticos necesarios para el control y seguimiento posteriores al registro.

Los solicitantes deberán justificar los métodos analíticos utilizados para recabar datos con arreglo a la presente Directiva o para otros fines; si es preciso, se establecerán orientaciones separadas para esos métodos según los mismos requisitos impuestos en el caso de los métodos para el control y seguimiento posteriores al registro.

Deberán facilitarse descripciones de los métodos que incluyan datos del equipo, los materiales y las condiciones utilizadas.

En la medida de lo posible, dichos métodos deberán basarse en las técnicas más sencillas, costar lo menos posible y utilizar material que pueda obtenerse fácilmente.

A los efectos de la presente sección, se entenderá por:

>SITIO PARA UN CUADRO>

En caso de ser solicitadas, deberán facilitarse las siguientes muestras:

i) patrón analítico de la sustancia activa pura;

ii) muestras de la sustancia activa;

iii) patrón analítico de los metabolitos pertinentes y de todos los demás componentes incluidos en la definición de residuos;

iv) si están disponibles, muestras de sustancias de referencia de las impurezas pertinentes.

4.1. Métodos para el análisis de la sustancia activa

En este punto se entenderá por:

i) Especificidad

La capacidad de un método para distinguir entre la sustancia que se analice y otras sustancias.

ii) Linealidad

La capacidad de un método, dentro de unos límites dados, para proporcionar una correlación lineal aceptable entre los resultados y la concentración de la sustancia que se analice presente en las muestras.

iii) Exactitud

El grado de concordancia entre el valor determinado de la sustancia analizada presente en una muestra y el valor de referencia aceptado (por ejemplo, ISO 5725).

iv) Precisión

El grado de concordancia entre los resultados de pruebas independientes obtenidos en condiciones determinadas.

Repetibilidad: precisión en condiciones de repetibilidad, es decir, condiciones en las que son obtenidos los resultados de pruebas independientes por parte de un mismo operador en el mismo laboratorio, utilizando el mismo método, idéntico material de prueba y el mismo equipo en intervalos breves de tiempo.

No se exige la reproducibilidad en el caso de la sustancia activa (para la definición de reproducibilidad, véase ISO 5725).

4.1.1. Deberán facilitarse métodos (de los que se hará una descripción completa) para la determinación de la sustancia activa pura en la sustancia activa con arreglo a la documentación presentada para apoyar la inclusión de una sustancia activa en el Anexo I de la Directiva 91/414/CEE. Deberá señalarse la aplicabilidad de los métodos CIPAC existentes.

4.1.2. También deberán facilitarse métodos para la determinación de impurezas significativas o pertinentes y aditivos (por ejemplo, estabilizadores) en la sustancia activa fabricada.

4.1.3. Especificidad, linealidad, exactitud y repetibilidad

4.1.3.1. Deberá demostrarse e indicarse la especificidad de los métodos presentados. Además, deberá determinarse la amplitud de la interferencia debida a otras sustancias presentes en la sustancia activa (por ejemplo, isómeros, impurezas o aditivos).

Aunque las interferencias debidas a otros componentes pueden equipararse a errores sistemáticos cometidos en la evaluación de la exactitud de los métodos propuestos para la determinación de la sustancia activa pura en la sustancia activa, deberá explicarse cualquier interferencia producida que suponga más de un ± 3 % de la cantidad total determinada.

También deberá demostrarse la amplitud de la interferencia en el caso de métodos para la determinación de impurezas.

4.1.3.2. Deberá determinarse e indicarse la linealidad de los métodos propuestos dentro de un margen adecuado. En la determinación de la sustancia activa pura en la sustancia activa, el margen de calibración deberá rebasar (al menos en un 20 %) el contenido nominal máximo y mínimo de la sustancia analizada en las soluciones analíticas pertinentes. Deberán efectuarse determinaciones de calibración por duplicado con 3 concentraciones o más; también serán aceptables 5 concentraciones, cada una de las cuales represente una evaluación única. Los informes presentados deberán incluir la ecuación de la línea de calibración y el coeficiente de correlación, así como documentación del análisis, por ejemplo cromatogramas, representativa y debidamente etiquetada.

4.1.3.3. Se exigirá exactitud en el caso de métodos para la determinación de la sustancia activa pura y de impurezas significativas o pertinentes en la sustancia activa.

4.1.3.4. En relación con la repetibilidad en la determinación de la sustancia activa pura, en principio deberán realizarse 5 determinaciones como mínimo. Deberá indicarse la desviación típica relativa (% RSD). Podrán descartarse los valores erráticos detectados con un método adecuado (por ejemplo las pruebas de Dixons o Grubbs). En tal caso, deberá indicarse claramente este extremo. Asimismo, deberá tratarse de explicar el motivo de la aparición de dichos valores erráticos.

4.2. Métodos para la determinación de residuos

Los métodos deberán permitir la determinación de la sustancia activa y/o de los metabolitos pertinentes. Deberá determinarse empíricamente e indicarse la especificidad, precisión, recuperación y límite de determinación de cada método y de cada matriz representativa pertinente.

En principio, los métodos para la determinación de residuos propuestos deberán ser métodos de determinación de multirresiduos: deberá evaluarse un método estándar para multirresiduos e indicarse su conveniencia para la determinación de residuos. Cuando los métodos propuestos no sean métodos de determinación de multirresiduos o no sean compatibles con tales técnicas, deberá proponerse un método alternativo. Cuando esto dé lugar a un número excesivo de métodos para componentes individuales, podría aceptarse un método "denominador común".

En este punto se entenderá por:

i) Especificidad

La capacidad de un método para distinguir entre la sustancia que se analice y otras sustancias.

ii) Precisión

El grado de concordancia entre los resultados de pruebas independientes obtenidos en condiciones determinadas.

Repetibilidad: precisión en condiciones de repetibilidad, es decir, condiciones en las que son obtenidos los resultados de pruebas independientes por parte de un mismo operador en el mismo laboratorio, utilizando el mismo método, idéntico material de prueba y el mismo equipo en intervalos breves de tiempo.

Reproducibilidad: dado que la reproducibilidad, tal como se define en las publicaciones pertinentes (por ejemplo, en la norma ISO 5725), no puede aplicarse en general a los métodos de determinación de residuos, en el contexto de la presente Directiva se definirá como una validación de la repetibilidad de recuperación de matrices representativas y a niveles representativos, por parte de al menos un laboratorio que sea independiente del que inicialmente realizó la validación del estudio (dicho laboratorio independiente puede pertenecer a la misma empresa) (validación por laboratorios independientes).

iii) Recuperación

El porcentaje obtenido de la cantidad de sustancia activa o metabolito pertinente, originalmente añadido a una muestra de la matriz correspondiente que no contuviera un nivel detectable de la sustancia que se analiza.

iv) Límite de determinación

El límite de determinación (a menudo designado como límite de cuantificación) se define como la concentración mínima utilizada en pruebas con la que se obtiene una recuperación media aceptable (normalmente entre el 70 % y el 110 % con una desviación típica relativa preferiblemente ≤20 %; en algunos casos justificados, podrán aceptarse índices de recuperación media inferiores o superiores y desviaciones típicas relativas mayores).

4.2.1. Residuos en o sobre vegetales, productos vegetales, alimentos (de origen vegetal y animal) y piensos

Los métodos propuestos deberán ser adecuados para determinar todos los componentes incluidos en la definición de residuo presentada con arreglo a lo dispuesto en los puntos 6.1 y 6.2 de la sección 6, a fin de que los Estados miembros puedan establecer la conformidad con los LMR establecidos o determinar los residuos eliminables.

La especificidad de los métodos deberá permitir la determinación de todos los componentes incluidos en la definición de residuo, utilizándose un método de confirmación suplementario si procede.

Se deberá determinar e indicar la repetibilidad. Las partes alícuotas para la prueba podrán prepararse a partir de una muestra común tratada sobre el terreno que contenga los residuos en cuestión. Las partes alícuotas para la prueba también podrán prepararse a partir de una muestra común no tratada, con alícuotas reforzadas al nivel o niveles exigidos.

Deberán comunicarse los resultados de la validación por un laboratorio independiente.

Deberá determinarse e indicarse el límite de determinación, incluida la recuperación individual y media. Deberá determinarse empíricamente e indicarse la desviación típica relativa global y la desviación típica relativa de cada reforzamiento.

4.2.2. Residuos en suelo

Deberán presentarse métodos de análisis del suelo para la determinación del compuesto parental o de metabolitos pertinentes.

La especificidad de los métodos deberá permitir la determinación del compuesto parental o de los metabolitos pertinentes, utilizándose un método suplementario de confirmación si procede.

Deberán determinarse e indicarse la repetibilidad, la recuperación y el límite de determinación, incluida la recuperación individual y media. Deberán determinarse empíricamente e indicarse la desviación típica relativa global y la desviación típica relativa de cada reforzamiento.

El límite de determinación propuesto no deberá superar una concentración que sea preocupante en relación con la exposición a organismos que no sean objeto de análisis o debido a efectos fitotóxicos. Normalmente, el límite de determinación propuesto no superará los 0,05 mg/kg.

4.2.3. Residuos en agua (incluida el agua potable, las aguas subterráneas y las superficiales)

Deberán presentarse métodos de análisis del agua para la determinación del compuesto parental o de metabolitos pertinentes.

La especificidad de los métodos deberá permitir la determinación del compuesto parental o de los metabolitos pertinentes, utilizándose un método suplementario de confirmación si procede.

Deberán determinarse e indicarse la repetibilidad, la recuperación y el límite de determinación, incluida la recuperación individual y media. Deberán determinarse empíricamente e indicarse la desviación típica relativa global y la desviación típica relativa de cada reforzamiento.

El límite de determinación propuesto para el agua potable no deberá superar 0,1 ìg/l. En el caso de las aguas superficiales, el límite de determinación propuesto no deberá superar una concentración que tenga repercusiones sobre organismos que no sean objeto de análisis consideradas inaceptables en virtud de los requisitos del Anexo VI.

4.2.4. Residuos en aire

Salvo en caso de que pueda justificarse que es improbable que agentes, trabajadores o personas ajenas puedan quedar expuestos, deberán presentarse métodos para la determinación de la sustancia activa o de los metabolitos pertinentes formados en el aire durante la aplicación o poco después de ésta.

La especificada de los métodos deberá permitir la determinación del compuesto parental o de los metabolitos pertinentes, utilizándose un método suplementario de confirmación si procede.

Deberán determinarse e indicarse la repetibilidad, la recuperación y el límite de determinación, incluida la recuperación individual y media. Deberán determinarse empíricamente e indicarse la desviación típica relativa global y la desviación típica relativa de cada reforzamiento.

El límite de determinación propuesto deberá tener en cuenta los pertinentes valores límite sanitarios o los pertinentes niveles de exposición.

4.2.5. Residuos en fluidos y tejidos corporales

Cuando una sustancia activa se clasifique como tóxica o muy tóxica, deberán presentarse métodos analíticos adecuados.

La especificidad de los métodos deberá permitir la determinación del compuesto parental o de los metabolitos pertinentes, utilizándose un método suplementario de confirmación si procede.

Deberán determinarse e indicarse la repetibilidad, la recuperación y el límite de determinación, incluida la recuperación individual y media. Deberán determinarse empíricamente e indicarse la desviación típica relativa global y la desviación típica relativa de cada reforzamiento.».

ANEXO II

«5. METODOS ANALÍTICOS

Introducción

Las disposiciones de la presente sección sólo son aplicables a los métodos analíticos necesarios para el control y seguimiento posteriores al registro.

Los solicitantes deberán justificar los métodos analíticos utilizados para recabar datos con arreglo a la presente Directiva o para otros fines; si es preciso, se establecerán orientaciones separadas para esos métodos según los mismos requisitos impuestos en el caso de los métodos para el control y seguimiento posteriores al registro.

Deberán facilitarse descripciones de los métodos que incluyan datos del equipo, los materiales y las condiciones utilizadas.

En la medida de lo posible, dichos métodos deberán basarse en las técnicas más sencillas, costar lo menos posible y utilizar material que pueda obtenerse fácilmente.

A efectos de la presente sección, se entenderá por:

>SITIO PARA UN CUADRO>

En caso de ser solicitadas, deberán facilitarse las siguientes muestras:

i) muestras del preparado;

ii) patrón analítico de la sustancia activa pura;

iii) muestras de la sustancia activa;

iv) patrón analítico de los metabolitos pertinentes y de todos los demás componentes incluidos en la definición de residuos;

v) si están disponibles, muestras de sustancias de referencia de las impurezas pertinentes.

Véanse las definiciones de los puntos 4.1 y 4.2 de la sección 4 del Anexo II.

5.1. Métodos para el análisis del preparado

5.1.1. Deberán facilitarse métodos (de los que se hará una descripción completa) para la determinación de la sustancia activa en el preparado. En el caso de un preparado que contenga más de una sustancia activa, deberá facilitarse un método capaz de determinar cada una de ellas en presencia de las otras. Si no se presenta un método combinado, deberán alegarse las razones técnicas pertinentes. Deberá indicarse la aplicabilidad de los métodos CIPAC existentes.

5.1.2. También deberán facilitarse métodos para la determinación en el preparado de impurezas pertinentes, si la composición del preparado es tal que -según consideraciones teóricas- tales impurezas pueden haberse formado debido al proceso de fabricación o a degradación durante el almacenamiento.

En caso de ser exigidos, deberán presentarse métodos para la determinación de los componentes o constituyentes de los componentes.

5.1.3. Especificidad, linealidad, exactitud y repetibilidad

5.1.3.1. Deberá demostrarse e indicarse la especificidad de los métodos presentados. Además, deberá determinarse la amplitud de la interferencia debida a otras sustancias presentes en el preparado.

Aunque las interferencias debidas a otros componentes pueden equipararse a errores sistemáticos cometidos en la evaluación de la exactitud de los métodos propuestos, deberá explicarse cualquier interferencia producida que suponga más de un ± 3 % de la cantidad total determinada.

5.1.3.2. Deberá determinarse e indicarse la linealidad de los métodos propuestos dentro de un margen adecuado. El margen de calibración deberá rebasar (al menos en un 20 %) el contenido nominal máximo y mínimo de la sustancia analizada en las soluciones analíticas pertinentes del preparado. Deberán efectuarse determinaciones de calibración por duplicado con tres concentraciones o más; también serán aceptables cinco concentraciones, cada una de las cuales represente una evaluación única. Los informes presentados deberán incluir la ecuación de la línea de calibración y el coeficiente de correlación, así como documentación del análisis, por ejemplo cromatogramas, representativa y debidamente etiquetada.

5.1.3.3. En general, la exactitud sólo se exigirá en el caso de métodos para la determinación de la sustancia activa pura y de impurezas pertinentes en el preparado.

5.1.3.4. En relación con la repetibilidad, en principio deberán realizarse cinco determinaciones como mínimo. Deberá indicarse la desviación típica relativa (% RSD). Podrán descartarse los valores erráticos detectados con un método adecuado (por ejemplo, las pruebas de Dixons o Grubbs). En tal caso, deberá indicarse claramente este extremo. Asimismo, deberá tratarse de explicar el motivo de la aparición de dichos valores erráticos.

5.2. Métodos analíticos para la determinación de residuos

Deberán presentarse métodos analíticos para la determinación de residuos, a menos que se justifique que pueden aplicarse los métodos que ya se hayan presentado con arreglo a los requisitos del punto 4.2 de la sección 4 del Anexo II.

Se aplicará lo dispuesto en el punto 4.2 de la sección 4 del Anexo II.».