



MINISTERIO  
DE AGRICULTURA, PESCA  
Y ALIMENTACIÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE ALIMENTACIÓN

SUBDIRECCION GENERAL DE CONTROL DE LA CALIDAD  
ALIMENTARIA Y LABORATORIOS AGROLIMENTARIOS

*Laboratorio Arbitral Agroalimentario*

**LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA  
PARA METALES PESADOS EN ALIMENTOS Y PIENSOS**  
(según la lista de LNR comunicada a la DG SANTE de la Comisión Europea)

**CONSIDERACIONES SOBRE EL USO DEL PARÁMETRO BEC (BACKGROUND  
EQUIVALENT CONCENTRATION / CONCENTRACIÓN EQUIVALENTE AL  
FONDO) COMO CONTROL DE CALIDAD DE LAS RECTAS DE CALIBRACIÓN  
EN EL ANÁLISIS DE ELEMENTOS QUÍMICOS MEDIANTE TÉCNICAS DE  
ESPECTROMETRÍA ATÓMICA BASADAS EN PLASMA DE ACOPLAMIENTO  
INDUCTIVO (ICP-AES\* e ICP-MS\*\*)**

*\*Espectrometría de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente*

*\*\* Espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente*

El Laboratorio Arbitral Agroalimentario (LAA), como Laboratorio Nacional de Referencia (LNR) para el análisis de metales en alimentos y piensos, en el marco de la NT-55, elaborada por la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC) "*Laboratorios de Referencia en el sector agroalimentario: política sobre participación en el sistema de acreditación*", con el acuerdo previo de los laboratorios que intervienen en el control oficial de estos productos en España, todos ellos miembros del Grupo de Trabajo de Métodos de Análisis de Metales Pesados en alimentos y piensos, ha elaborado este documento.

### **Objeto:**

El objeto de este documento es presentar una serie de consideraciones sobre la relación del parámetro BEC (*Background Equivalent Concentration* / Concentración Equivalente al Fondo) con el límite de cuantificación del método (LoQ). Este documento se ha acordado previamente el Grupo de Trabajo anteriormente citado, y se pretende que pueda servir de orientación para los laboratorios que realizan el análisis de contaminantes metálicos en alimentos, piensos y sus materias primas a la hora de establecer los controles de calidad de las rectas de calibración.

### **Análisis:**

En la determinación de elementos químicos mediante técnicas de espectroscopía atómica basadas en plasma de acoplamiento inductivo (ICP-AES e ICP-MS), la calibración de los equipos mediante una recta de calibración que relacione, mediante una función, la concentración de los elementos con la señal proporcionada por los equipos de medida es una etapa fundamental y con un gran impacto en el resultado final y su incertidumbre. Por este motivo, es imprescindible verificar, mediante el control de parámetros asociados a la calibración, que los errores asociados a ésta son adecuados para los fines a los que se destina el método. Entre los diversos parámetros utilizados para controlar la recta de calibración están el coeficiente de correlación, el coeficiente de determinación, el porcentaje de error de la pendiente, el coeficiente de variación de los factores respuesta, la desviación de los residuos en los distintos puntos de la recta o la concentración equivalente al fondo (BEC).

Uno de los aspectos que se debe controlar en las rectas de calibración es que las medidas, en las concentraciones cercanas al límite de cuantificación del método, son correctas y están dentro del rango de calibrado. El documento "*Análisis de elementos para categorías de ensayo NT18 o alcances abiertos para matrices mediante técnicas de espectrometría atómica o de masas*", publicado por el LAA, como LNR, en el marco de la NT55, recoge algunos de los parámetros o procedimientos que se pueden utilizar para controlar las medidas cercanas al LoQ, como:

Error residual o desviación relativa de la concentración calculada en cada punto de la recta de regresión respecto a la concentración teórica

Lectura de un patrón con concentración similar al LoQ

Cálculo de la recuperación en la muestra con una concentración añadida similar al LoQ

Otro parámetro que, tradicionalmente, se ha utilizado para establecer la concentración mínima del rango de trabajo es la concentración equivalente al fondo (BEC), que se define como la concentración de un determinado elemento que presenta la misma intensidad que el fondo, medida a una determinada longitud de onda (ICP-AES) o masa (ICP-MS).

En la práctica, y teniendo en cuenta diversas aplicaciones habituales (alimentos, piensos, aguas, etc.) y los límites de cuantificación normalmente requeridos por la legislación, el LoQ

acostumbra a ser superior al BEC para la mayoría de los elementos. Pero en algunos casos se puede requerir un límite de cuantificación más bajo, por ejemplo, en elementos para los que los equipos tienen menos sensibilidad, como el selenio o el yodo.

El LNR para metales en alimentos y piensos, con el acuerdo de los miembros del grupo de trabajo de metales en alimentos y piensos, hace las siguientes consideraciones sobre el uso de este parámetro como control de calidad de la recta de calibrado:

Aunque el valor del fondo pueda afectar a niveles cercanos al LoQ, no es imprescindible controlar el BEC, ya que cualquiera de los sistemas enumerados anteriormente sirve para el mismo propósito y, de hecho, al cumplir satisfactoriamente con uno de estos sistemas, queda implícito que el efecto del fondo en dicha secuencia no es significativo.

El hecho de que la concentración correspondiente al límite de cuantificación de un determinado elemento esté por debajo del BEC no implica necesariamente que esté fuera del rango de trabajo del método. En estas técnicas, la señal del fondo en una secuencia analítica es muy precisa y estable, por lo que el incremento de la señal debido a una concentración equivalente al LoQ establecido puede mostrar un aumento consistente (preciso) respecto a la señal del fondo, lo que permite que el LoQ pueda ser inferior al BEC. Cualquiera de los tres criterios anteriormente establecidos, demostrarían la fiabilidad de dicha concentración a pesar de tener un BEC con señal superior al LoQ.

Por tanto, el LoQ del método puede ser inferior al BEC, si se demuestra, mediante alguno de los sistemas mencionados anteriormente (errores residuales, soluciones control o adiciones en el LoQ), que las medidas, en esa concentración, son correctas.

Madrid, a 13 de mayo de 2024