

**UNION EUROPEA**

**DIRECTIVA 2003/78/CE DE LA COMISIÓN DE 11 DE AGOSTO DE 2003  
POR LA QUE SE FIJAN LOS MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS Y DE  
ANÁLISIS PARA EL CONTROL OFICIAL DEL CONTENIDO  
DE PATULINA EN LOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS**

**DOCE n° L 203 de 12.8.2003, página 40**

**Bruselas (Bélgica), agosto 2003**

**DIRECTIVA 2003/78/CE DE LA COMISIÓN**  
**de 11 de agosto de 2003**

**por la que se fijan los métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido de patulina en los productos alimenticios**

(Texto pertinente a efectos del EEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

*Artículo 1*

Vista la Directiva 85/591/CEE del Consejo, de 20 de diciembre de 1985, referente a la introducción de modos de toma de muestras y de métodos de análisis comunitarios para el control de los productos destinados a la alimentación humana <sup>(1)</sup> y, en particular, su artículo 1,

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias a fin de que la toma de muestras para el control oficial del contenido de patulina en los productos alimenticios se efectúe de acuerdo con los métodos descritos en el anexo I de la presente Directiva.

Considerando lo siguiente:

*Artículo 2*

(1) El Reglamento (CE) n° 466/2001 de la Comisión, de 8 de marzo de 2001, por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios <sup>(2)</sup>, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 1425/2003 de la Comisión <sup>(3)</sup>, fija el contenido máximo de patulina en determinados productos alimenticios.

Los Estados miembros adoptarán todas las medidas necesarias para que la preparación de la muestra y el método de análisis utilizado para el control oficial del contenido de patulina en los productos alimenticios cumplan los criterios descritos en el anexo II de la presente Directiva.

(2) La Directiva 93/99/CEE del Consejo, de 29 de octubre de 1993, sobre medidas adicionales relativas al control oficial de los productos alimenticios <sup>(4)</sup> establece un sistema de normas de calidad para los laboratorios a los que los Estados miembros han confiado el control oficial de los productos alimenticios.

*Artículo 3*

1. 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 1 de septiembre de 2004. Informarán de ello inmediatamente a la Comisión.

(3) Parece necesario fijar los criterios generales que deben cumplir los métodos de análisis para que los laboratorios encargados de los controles utilicen métodos de análisis cuyos resultados sean comparables. Es también esencial que los resultados analíticos se comuniquen e interpreten de manera uniforme a fin de garantizar un enfoque armonizado en el conjunto de la Unión Europea. Dichas normas de interpretación son aplicables a los resultados analíticos obtenidos de las muestras destinadas al control oficial. En caso de análisis con fines de defensa o de arbitraje se aplican las normas nacionales.

Cuando los Estados miembros adopten las citadas 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.

(4) Las disposiciones que se refieren a los métodos de toma de muestras y de análisis se establecen sobre la base de los conocimientos actuales, y podrán adaptarse a la evolución de los conocimientos científicos y tecnológicos.

2. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión el texto de las disposiciones de la legislación nacional que adopten en el ámbito al que se refiere la presente Directiva.

(5) Las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal.

*Artículo 4*

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

*Artículo 5*

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 11 de agosto de 2003.

*Por la Comisión*

David BYRNE

*Miembro de la Comisión*

<sup>(1)</sup> DO L 372 de 31.12.1985, p. 50.

<sup>(2)</sup> DO L 77 de 16.3.2001, p. 1.

<sup>(3)</sup> Véase la página 1 del presente Diario Oficial.

<sup>(4)</sup> DO L 290 de 24.11.1993, p. 14.

## ANEXO I

**MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS PARA EL CONTROL OFICIAL DEL CONTENIDO DE PATULINA EN DETERMINADOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS.****1. Objeto y ámbito de aplicación**

Las muestras destinadas a los controles oficiales del contenido de patulina en los productos alimenticios se tomarán de acuerdo con los métodos descritos a continuación. Las muestras globales así obtenidas se considerarán representativas de los lotes. La conformidad de los lotes, por lo que se refiere a los contenidos máximos fijados en el Reglamento (CE) nº 466/2001 de la Comisión, se determinará en función del contenido encontrado en las muestras de laboratorio.

**2. Definiciones**

- Lote:** Cantidad de producto alimenticio identificable, entregada en una vez y que presenta, a juicio del agente responsable, características comunes, como el origen, la variedad, el tipo de envase, el envasador, el expedidor o el marcado.
- Sublote:** Parte de un lote más grande designada para aplicar sobre ella el método de toma de muestras. Cada sublote deberá estar separado físicamente y ser identificable.
- Muestra elemental:** Cantidad de material tomado en un único punto del lote o sublote.
- Muestra global:** Agregación de todas las muestras elementales tomadas del lote o sublote.

**3. Disposiciones generales****3.1. Personal**

La toma de muestras deberá ser efectuada por una persona autorizada a tal efecto, según las disposiciones vigentes en el Estado miembro.

**3.2. Producto**

Todo lote para analizar será objeto de un muestreo separado.

**3.3. Precauciones**

Durante el muestreo y la preparación de las muestras, deberán tomarse precauciones con el fin de evitar toda alteración que pueda modificar el contenido de patulina o afectar a los análisis o a la representatividad de la muestra global.

**3.4. Muestras elementales**

En la medida de lo posible, las muestras elementales se tomarán en distintos puntos del lote o sublote. Toda excepción a esta norma deberá señalarse en el acta.

**3.5. Preparación de la muestra global**

La muestra global se obtiene agrupando las muestras elementales. Deberá pesar como mínimo 1 kg, a menos que no sea posible, por ejemplo cuando se hayan tomado muestras de un único envase.

**3.6. Muestras idénticas**

Las muestras idénticas tomadas para garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines de defensa del comerciante o de arbitraje deberán proceder de la muestra homogeneizada global, a condición de que este procedimiento no contravenga la normativa de los Estados miembros en materia de toma de muestras.

**3.7. Acondicionamiento y envío de las muestras**

Cada muestra deberá colocarse en un recipiente limpio, de material inerte, que ofrezca protección adecuada contra la contaminación y el deterioro que pudieran resultar del transporte. Habrán de tomarse también todas las precauciones necesarias para evitar cualquier modificación de la composición de la muestra que pudiera ocurrir durante el transporte o el almacenamiento.

### 3.8. Precintado y etiquetado de las muestras

Cada muestra oficial se precintará en el lugar del muestreo y se identificará según las disposiciones vigentes en el Estado miembro.

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 lote que vaya a controlarse.

### Número de muestras elementales

El peso de la muestra global deberá ser de al menos 1 kg (véase el punto 3.5) a menos que no sea posible, por ejemplo cuando se hayan tomado muestras de un único envase.

El número mínimo de muestras elementales que deberán tomarse del lote será el indicado en el cuadro 1. En el caso de los productos líquidos, el lote deberá mezclarse lo más posible por medios manuales o mecánicos inmediatamente antes de proceder a la toma de muestras. En este caso, se supone una distribución homogénea de patulina en un lote determinado, por lo que bastará con tomar tres muestras elementales por lote que forme la muestra global.

Las muestras elementales serán de un peso similar. El peso de una muestra elemental deberá ser de al menos 100 gramos que, en conjunto, constituye una muestra global de al menos 1 kg. Toda excepción a esta norma deberá señalarse en el acta contemplada en el punto 3.8.

Cuadro 1:

### Número mínimo de muestras elementales que deben tomarse del lote

Peso del lote (en kg)	Número mínimo de muestras elementales
< 50	3
50 a 500	5
> 500	10

Si el lote está formado por envases individuales, el número de envases que han de tomarse para formar la muestra global se indica en el cuadro 2.

Cuadro 2:

### Número de envases (muestras elementales) que deben tomarse para formar una muestra global si el lote está formado por envases individuales

Número de envases o unidades del lote	Número de envases o unidades que deben tomarse
1 a 25	1 envase o unidad
26 a 100	Aproximadamente 5 %, al menos 2 envases o unidades
> 100	Aproximadamente 5 %, como máximo 10 envases o unidades

## 5. Conformidad del lote o sublote con la especificación

El laboratorio de control realizará dos análisis de la muestra de laboratorio destinada a medidas sancionadoras en caso de que el resultado obtenido en el primer análisis sea menos de un 20 % inferior o superior al nivel máximo, y calculará la media de los resultados.

El lote será aceptado si el resultado del primer análisis es inferior en más del 20 % al nivel máximo o, en caso de que sea necesario el análisis por duplicado, cuando la media se ajuste al contenido máximo respectivo establecido en el Reglamento (CE) nº 466/2001, teniendo en cuenta la incertidumbre de medición y la corrección para la recuperación.

Se considerará que el lote no respeta el nivel máximo establecido en el Reglamento (CE) nº 466/2001 cuando la media, corregida para la recuperación, sea superior –fuera de toda duda razonable– al nivel máximo, teniendo en cuenta la incertidumbre de medición.

## ANEXO II

**PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS Y CRITERIOS QUE DEBEN CUMPLIR LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA EL CONTROL OFICIAL DEL CONTENIDO DE PATULINA EN DETERMINADOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS****1. Precauciones**

Dado que la patulina puede distribuirse en determinados productos alimenticios de manera heterogénea, las muestras deberán prepararse –y, sobre todo, homogeneizarse– con el mayor cuidado.

Para la preparación del material de análisis, deberá utilizarse la totalidad del material recibido en el laboratorio.

**2. Tratamiento de la muestra recibida en el laboratorio**

En la medida que sea pertinente, se triturará finamente y se mezclará minuciosamente la muestra global en su integridad según un método reconocido que garantice una homogeneización completa.

**3. Subdivisión de las muestras con fines de control, de derecho de recurso o de arbitraje**

Las muestras idénticas tomadas a efectos de control, de derecho de recurso o de arbitraje deberán proceder de la muestra homogeneizada, a condición de que este procedimiento no contravenga la normativa de los Estados miembros en materia de toma de muestras.

**4. Método de análisis que debe utilizar el laboratorio y medidas de control del laboratorio****4.1. Definiciones**

A continuación se recogen algunas de las definiciones más comúnmente utilizadas, que los laboratorios deberán aplicar:

Los parámetros de precisión más comúnmente citados son la repetibilidad y la reproducibilidad.

$r$  = Repetibilidad: valor por debajo del cual puede esperarse que se sitúe la diferencia absoluta entre los resultados de dos pruebas particulares, obtenidos en condiciones de repetibilidad (es decir, con la misma muestra, el mismo operario, el mismo instrumental, en el mismo laboratorio y en un breve intervalo de tiempo) dentro de los límites de una probabilidad específica (en principio, 95 %); de donde:  $r = 2,8 \times s_r$ .

$s_r$  = Desviación típica calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad.

$RSD_r$  = Desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , donde  $\bar{x}$  representa la media de los resultados de todos los laboratorios y muestras.

$R$  = Reproducibilidad: valor por debajo del cual puede esperarse que se sitúe la diferencia absoluta entre los resultados de dos pruebas particulares, obtenidos en condiciones de reproducibilidad (es decir, con material idéntico tratado por operarios en distintos laboratorios, utilizando el método de ensayo normalizado) dentro de los límites de una probabilidad específica (en principio, 95 %); de donde:  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R$  = Desviación típica calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad.

$RSD_R$  = Desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

**4.2. Requisitos generales**

Los métodos de análisis utilizados para el control de los productos alimenticios deben cumplir las disposiciones de los puntos 1 y 2 del anexo de la Directiva 85/591/CEE del Consejo, de 20 de diciembre de 1985, referente a la introducción de modos de toma de muestras y de métodos de análisis comunitarios para el control de los productos destinados a la alimentación humana <sup>(1)</sup>.

**4.3. Requisitos específicos**

En tanto no se prescriba a escala comunitaria ningún método específico para la determinación del contenido de patulina en los productos alimenticios, los laboratorios podrán aplicar cualquier método de su elección, a condición de ajustarse a los siguientes criterios:

<sup>(1)</sup> DO L 372 de 31.12.1985, p. 50.

## Características del método respecto a la patulina

Contenido µg/kg	Patulina		
	RSD <sub>r</sub> %	RSD <sub>R</sub> %	Recuperación %
< 20	≤ 30	≤ 40	50 a 120
20-50	≤ 20	≤ 30	70 a 105
> 50	≤ 15	≤ 25	75 a 105

No se indican los límites de detección de los métodos utilizados, puesto que se dan los valores de precisión para las concentraciones que presentan interés.

Los valores de precisión se calculan a partir de la ecuación de Horwitz:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5\log C)}$$

donde:

— RSD<sub>R</sub> representa la desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad  $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$ .

— C es la tasa de concentración (es decir, 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg)

Se trata de una ecuación generalizada de precisión, que se ha revelado independiente del analito y de la matriz y únicamente dependiente de la concentración en la mayoría de los métodos corrientes de análisis.

#### 4.4. Cálculo de la tasa de recuperación y comunicación de los resultados

El resultado analítico se registrará en forma corregida o sin corregir a efectos de recuperación. Deberá indicarse la forma de registro y la tasa de recuperación. El resultado analítico corregido a efectos de recuperación se utiliza para comprobar el cumplimiento (véase el punto 5 del anexo 1).

El resultado analítico se expresará como  $x \pm U$ , siendo  $x$  el resultado analítico y  $U$  la incertidumbre de medición.

#### 4.5. Normas de calidad aplicables a los laboratorios

Los laboratorios deberán ajustarse a las disposiciones de la Directiva 93/99/CEE del Consejo, de 29 de octubre de 1993, sobre medidas adicionales relativas al control oficial de los productos alimenticios.