

UNION EUROPEA

**DIRECTIVA 2002/26/CE DE LA COMISIÓN DE 13 DE MARZO DE
2002 POR LA QUE SE FIJAN LOS MÉTODOS DE TOMA DE
MUESTRAS Y DE ANÁLISIS PARA EL CONTROL OFICIAL DEL
CONTENIDO DE OCRATOXINA A EN LOS PRODUCTOS
ALIMENTICIOS**

DOCE n° L 75 de 16.3.2002, página 38

MODIFICACIONES:

- Directiva 2004/43/CE de la Comisión de 13 de abril de 2004, DOCE n° L 113 de 20.4.2004, página 14

Bruselas (Bélgica), marzo 2002



DIRECTIVA 2002/26/CE DE LA COMISIÓN

de 13 de marzo de 2002

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

(Texto pertinente a efectos del EEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

Visto el Reglamento (CEE) n° 315/93 del Consejo, de 8 de febrero de 1993, por el que se establecen procedimientos comunitarios en relación con los contaminantes presentes en los productos alimenticios ⁽¹⁾, y, en particular, su artículo 2,

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 ⁽²⁾, y, en particular, su artículo 1,

Considerando lo siguiente:

- (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 ⁽³⁾, cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 472/2002 ⁽⁴⁾ fija los límites máximos de ocratoxina A en determinados productos alimenticios.
- (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 ⁽⁵⁾ 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.
- (3) El muestreo desempeña un papel muy importante en la precisión de la determinación del contenido de ocratoxina A, que se presenta en general de manera muy heterogénea en los lotes.
- (4) Es necesario fijar los criterios generales que deben cumplir los métodos de análisis para que los laboratorios encargados de los controles utilicen métodos de análisis que arrojen resultados comparables.
- (5) 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 técnicos.
- (6) Las medidas previstas en la presente Directiva se ajustan al dictamen del Comité permanente de la cadena alimentaria y de sanidad animal.

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

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 ocratoxina A en los productos alimenticios se efectúe de acuerdo con los métodos descritos en el anexo I de la presente Directiva.

⁽¹⁾ DO L 37 de 13.2.1993, p. 1.

⁽²⁾ DO L 372 de 31.12.1985, p. 50.

⁽³⁾ DO L 77 de 16.3.2001, p. 1.

⁽⁴⁾ Véase la página 18 del presente Diario Oficial.

⁽⁵⁾ DO L 290 de 24.11.1993, p. 14.

▼B*Artículo 2*

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 ocratoxina A en los productos alimenticios cumplan los criterios descritos en el anexo II de la presente Directiva.

Artículo 3

Los Estados miembros pondrán en vigor las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para dar cumplimiento a lo dispuesto en la presente Directiva el 28 de febrero de 2003 a más tardar. Informarán de ello inmediatamente a la Comisión.

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.

Artículo 4

La presente Directiva entrará en vigor el vigésimo día siguiente al de su publicación en el *Diario Oficial de las Comunidades Europeas*.

Artículo 5

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.



ANEXO I

MÉTODOS DE TOMA DE MUESTRAS PARA EL CONTROL OFICIAL DEL CONTENIDO DE OCRATOXINA A EN DETERMINADOS PRODUCTOS ALIMENTICIOS

1. Objeto y ámbito de aplicación

Las muestras destinadas a los controles oficiales del contenido de ocratoxina A en los productos alimenticios se tomarán de acuerdo con las normas indicadas 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, 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 designada de un gran lote con el fin de aplicar el método de toma de muestras a esta parte designada. Cada sublote debe estar separado físicamente y ser identificable.
- Muestra elemental:** cantidad de materia tomada 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 debe 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. De acuerdo con las disposiciones específicas del presente anexo, los grandes lotes deben subdividirse en sublotes, que serán objeto de un muestreo separado.

3.3. Precauciones

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

3.4. Muestras elementales

En la medida de lo posible, éstas deben tomarse en distintos puntos del lote o sublote. Toda excepción a esta norma debe señalarse en el acta.

3.5. Preparación de la muestra global

La muestra global se obtiene agrupando las muestras elementales.

3.6. Muestras idénticas

Se tomarán muestras idénticas a efectos de control, de derecho de recurso o de arbitraje, a partir de la muestra homogeneizada, 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 debe colocarse en un recipiente limpio, de material inerte, que ofrezca protección adecuada contra la contaminación y el deterioro que pudieran resultar del transporte. Han de tomarse también todas las precauciones necesarias para evitar cualquier modificación de la composi-

▼B

ción 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 debe 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. **Disposiciones específicas**4.1. *Distintos tipos de lotes*

Los productos alimenticios pueden comercializarse a granel, en contenedores, envases individuales (sacos, bolsas, envases para la venta al por menor, etc.). El procedimiento de muestreo podrá aplicarse a las distintas formas en que se comercialicen los productos.

Sin perjuicio de las disposiciones específicas de los puntos 4.3, 4.4 y 4.5 del presente anexo, la fórmula siguiente puede utilizarse como guía para el muestreo de los lotes comercializados en envases individuales (sacos, bolsas, envases para la venta minorista, etc.):

$$\text{Frecuencia de muestreo (SF)} \quad n = \frac{\text{Peso del lote} \times \text{Peso de la muestra elemental}}{\text{Peso de la muestra global} \times \text{Peso de un envase individual}}$$

— Peso: expresado en kg.

— Frecuencia de muestreo: cada número «n» de envases individuales de los que ha de tomarse una muestra elemental (los decimales se redondearán al número entero más cercano).

4.2. *Peso de la muestra elemental*

El peso de la muestra elemental será de 100 gramos, aproximadamente, salvo que se indique lo contrario en el presente anexo. En el caso de los lotes que se presentan en envases para la venta minorista, el peso de la muestra elemental dependerá del peso del envase.

4.3. *Resumen general del método de muestreo para los cereales y las uvas pasas*

Cuadro 1: Subdivisión de los lotes en sublotes en función del producto y del peso del lote

Producto	Peso del lote (en toneladas)	Peso o número de los sublotes	Número de muestras elementales	Peso de la muestra global (en kg)
Cereales y productos derivados de los cereales	≥ 1 500	500 toneladas	100	10
	> 300 y < 1 500	3 sublotes	100	10
	≥ 50 y ≤ 300	100 toneladas	100	10
	< 50	—	10-100 ⁽¹⁾	1-10
Uvas pasas (pasas de Corinto, sultanas y otras variedades de uvas pasas)	≥ 15	15-30 toneladas	100	10
	< 15	—	10-100 ⁽²⁾	1-10

⁽¹⁾ Según el peso del lote — véase el cuadro 2 del presente anexo.

⁽²⁾ Según el peso del lote — véase el cuadro 3 del presente anexo.

4.4. *Método de muestreo para los cereales y los productos derivados de los cereales (lotes ≥ 50 toneladas) y las uvas pasas (lotes ≥ 15 toneladas)*

— A condición de que los sublotes puedan separarse físicamente, cada lote debe subdividirse en sublotes según el cuadro 1. Dado que el peso de los lotes no es siempre múltiplo exacto del peso de los sublotes, el peso de los sublotes puede superar el peso indicado en un 20 % como máximo.

▼B

- Cada sublote debe ser objeto de un muestreo separado.
- Número de muestras elementales: 100. En el caso de los lotes de cereales de peso inferior a 50 toneladas y los lotes de uvas pasas de peso inferior a 15 toneladas, véase el punto 4.5. Peso de la muestra global = 10 kg.
- Cuando no sea posible aplicar el método de toma de muestras anteriormente descrito, por las consecuencias comerciales que se derivarían de los posibles daños ocasionados al lote (por ejemplo, debido a las formas de envase o a los medios de transporte), podrá aplicarse un método alternativo de toma de muestras, a condición de que el muestreo sea lo más representativo posible y de que el método aplicado esté pormenorizadamente descrito y sólidamente documentado.

4.5. *Disposiciones aplicables a la toma de muestras de cereales y de productos derivados de los cereales (lotes < 50 toneladas) y de uvas pasas (lotes < 15 toneladas)*

Para lotes de cereales de peso inferior a 50 toneladas y los lotes de uvas pasas de peso inferior a las 15 toneladas debe utilizarse un método de toma de muestras que proporcione de 10 a 100 muestras elementales, en función del peso del lote, que, en conjunto, constituyen una muestra global de 1 a 10 kg.

Las cifras del cuadro siguiente pueden utilizarse para determinar el número de muestras elementales necesarias.

Cuadro 2: Número de muestras elementales que deben tomarse, en función del peso del lote de cereales

Peso del lote (en toneladas)	Número de muestras elementales
≤ 1	10
> 1 - ≤ 3	20
> 3 - ≤ 10	40
> 10 - ≤ 20	60
> 20 - ≤ 50	100

Cuadro 3: Número de muestras elementales que deben tomarse, en función del peso del lote de uvas pasas (pasas de Corinto, sultanas y otras variedades de uvas pasas)

Peso del lote (en toneladas)	Número de muestras elementales
≤ 0,1	10
> 0,1 - ≤ 0,2	15
> 0,2 - ≤ 0,5	20
> 0,5 - ≤ 1,0	30
> 1,0 - ≤ 2,0	40
> 2,0 - ≤ 5,0	60
> 5,0 - ≤ 10,0	80
> 10,0 - ≤ 15,0	100

▼M1

4.6. *Método de toma de muestras para los alimentos destinados a lactantes y niños de corta edad*

Se aplicará el método de muestreo establecido para los cereales y los productos derivados de los cereales en el punto 4.5 del presente anexo. Esto significa que el número de muestras elementales que deben tomarse dependerá del peso del lote, con un mínimo de 10 y un máximo de 100, de conformidad con el cuadro 2 del punto 4.5.

- El peso de la muestra elemental será de 100 gramos, aproximadamente. En el caso de los lotes que se presentan en envases para la venta minorista, el peso de la muestra elemental dependerá del peso del envase.
- Peso de la muestra global = 1-10 kg, groseramente mezclada.

▼ M1**4.7. Muestreo en la fase de comercio minorista**

El muestreo de los productos alimenticios en la fase de comercio minorista debe realizarse, siempre que sea posible, de conformidad con las disposiciones para el muestreo mencionadas anteriormente. En caso de que no sea posible, podrán aplicarse otros métodos de muestreo eficaces, siempre que garanticen una representatividad suficiente del lote objeto de muestreo.

5. Aceptación de un lote o sublote

- Aceptación si la muestra global se ajusta al límite máximo, teniendo en cuenta la incertidumbre de medición y la corrección en función de la recuperación.
- Rechazo si la muestra global supera, fuera de toda duda razonable, el límite máximo, teniendo en cuenta la incertidumbre de medición y la corrección en función de la recuperación.

▼B

ANEXO II

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

Dado que la ocratoxina A se distribuye de manera heterogénea, las muestras deben prepararse —y, sobre todo, homogeneizarse— con el mayor cuidado.

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

▼M1**2. Tratamiento de la muestra recibida en el laboratorio**

Se tritura finamente cada muestra de laboratorio tomada y se mezcla cuidadosamente según un método que garantice una homogeneización completa.

En el caso de que el contenido máximo sea aplicable a la materia seca, el contenido de materia seca se determinará sobre una parte de la muestra homogeneizada, utilizando un procedimiento que garantice una determinación precisa del contenido de materia seca.

▼B**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, $[(s_r/x^-) \times 100]$ donde 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 $[(s_R/x^-) \times 100]$.

▼B4.2. *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 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.

4.3. *Requisitos específicos*

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

Características del método respecto a la ocratoxina A

Contenido µg/kg	Ocratoxina A		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Recuperación (%)
< 1	≤ 40	≤ 60	50 a 120
1 – 10	≤ 20	≤ 30	70 a 110

- 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_R representa la desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad, $[(s_R/x^-) \times 100]$,
- 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.

▼M14.4. *Cálculo de la tasa de recuperación y comunicación de los resultados*

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

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

U es la incertidumbre expandida utilizando un factor de cobertura de 2, que da un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %.

▼B4.5. *Normas de calidad aplicables a los laboratorios*

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