

DIRECTIVA 2005/38/CE DE LA COMISIÓN**de 6 de junio de 2005****por la que se establecen los métodos de muestreo y de análisis para el control oficial del contenido de toxinas de *Fusarium* en los productos alimenticios****(Texto pertinente a efectos del EEE)**

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Europea,

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 ⁽¹⁾, y, en particular, su artículo 1, apartado 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 ⁽²⁾, establece límites máximos para determinadas toxinas de *Fusarium* en determinados productos alimenticios.
- (2) La Directiva 89/397/CEE del Consejo, de 14 de junio de 1989, relativa al control oficial de los productos alimenticios ⁽³⁾, establece los principios generales para llevar a cabo el control de los productos alimenticios. La Directiva 93/99/CEE del Consejo, de 29 de octubre de 1993, sobre medidas adicionales relativas al control oficial de los productos alimenticios ⁽⁴⁾, 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) La toma de muestras tiene un papel fundamental en la precisión de la determinación del contenido de toxinas de *Fusarium*, que se distribuye de manera muy heterogénea en los lotes.

(4) A fin de garantizar que los laboratorios de control utilizan métodos de análisis con niveles de eficacia comparables, es necesario fijar los criterios generales a los que debe ajustarse cada método de análisis.

(5) 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 velarán por que la toma de muestras para el control oficial del contenido de toxinas de *Fusarium* (deoxivalenol, zearalenona, fumonisinas B₁ y B₂ y toxinas T-2 y HT-2) en los productos alimenticios se efectúe con arreglo a los métodos que se establecen en el anexo I.

Artículo 2

Los Estados miembros velarán por que la preparación de muestras y los métodos de análisis empleados para el control oficial del contenido de toxinas de *Fusarium* (deoxivalenol, zearalenona, fumonisinas B₁ y B₂ y toxinas T-2 y HT-2) en los productos alimenticios se ajusten a los criterios que se establecen en el anexo II.

Artículo 3

1. Los Estados miembros pondrán en vigor las disposiciones legales, reglamentarias y administrativas necesarias para dar cumplimiento a lo establecido en la presente Directiva a más tardar el 1 de julio de 2006. Comunicarán inmediatamente a la Comisión el texto de dichas disposiciones, así como una tabla de correspondencias entre las mismas y la presente Directiva.

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.

2. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión el texto de las disposiciones básicas de Derecho interno que adopten en el ámbito regulado por la presente Directiva.

⁽¹⁾ DO L 372 de 31.12.1985, p. 50. Directiva modificada por el Reglamento (CE) n° 1882/2003 del Parlamento Europeo y del Consejo (DO L 284 de 31.10.2003, p. 1).

⁽²⁾ DO L 77 de 16.3.2001, p. 1. Reglamento cuya última modificación la constituye el Reglamento (CE) n° 856/2005 (véase la página 3 del presente Diario Oficial).

⁽³⁾ DO L 186 de 30.6.1989, p. 23.

⁽⁴⁾ DO L 290 de 24.11.1993, p. 14. Directiva modificada por el Reglamento (CE) n° 1882/2003.

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 6 de junio de 2005.

Por la Comisión
Markos KYPRIANOU
Miembro de la Comisión

ANEXO I

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

Las muestras destinadas a los controles oficiales del contenido de toxinas de *Fusarium* en los productos alimenticios se tomarán con arreglo a los métodos que se establecen en el presente anexo. Las muestras globales así obtenidas se considerarán representativas de los lotes. La conformidad con los contenidos máximos fijados en el anexo I del Reglamento (CE) nº 466/2001 se determinará en función del contenido encontrado en las muestras de laboratorio.

2. Definiciones

A los efectos del presente anexo se aplicarán las siguientes definiciones:

- 2.1. **Lote:** cantidad identificable de un producto alimenticio, 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;
- 2.2. **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;
- 2.3. **Muestra elemental:** cantidad de material tomada en un único punto del lote o sublote;
- 2.4. **Muestra global:** agregación de todas las muestras elementales tomadas del lote o sublote.

3. Disposiciones generales3.1. *Personal*

La toma de muestras será efectuada por una persona autorizada designada por el Estado miembro.

3.2. *Material objeto de muestreo*

Todo lote que se examine será objeto de un muestreo separado. De acuerdo con el punto 4.3, los lotes grandes deberán subdividirse en sublotes, que serán objeto de un muestreo separado.

3.3. *Precauciones*

Durante el muestreo y la preparación de las muestras, deberán tomarse precauciones para evitar toda alteración que pueda afectar al contenido de toxinas de *Fusarium*, influir de manera adversa en la determinación analítica o invalidar la representatividad de las muestras globales.

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 obtendrá agrupando las muestras elementales.

3.6. *Muestras idénticas*

Las muestras idénticas para garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines comerciales (defensa) o de referencia (arbitraje) se tomarán de la muestra homogeneizada global, a menos que este procedimiento contravenga la normativa de los Estados miembros.

3.7. *Acondicionamiento y envío de las muestras*

Cada muestra se colocará en un recipiente limpio, de material inerte, que ofrezca una protección adecuada contra la contaminación y el deterioro que pudiera resultar del transporte. Se tomarán 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 tomada para su uso oficial se precintará en el lugar de muestreo y se identificará según las disposiciones vigentes en el Estado miembro.

Se establecerá un acta de cada toma de muestras que permita identificar sin ambigüedad cada lote e 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 o en envases individuales, como sacos, bolsas o envases para la venta al por menor. El procedimiento de muestreo podrá aplicarse a todas las formas distintas en que se comercialicen los productos.

Sin perjuicio de las disposiciones específicas de los puntos 4.3, 4.4 y 4.5, la fórmula siguiente podrá utilizarse como guía para el muestreo de los lotes comercializados en envases individuales, como sacos, bolsas o envases para la venta al por menor.

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

— peso: expresado en kg

— frecuencia de muestreo: número n de sacos o bolsas por cada muestra elemental que debe tomarse (los decimales se redondearán al número entero más cercano).

4.2. *Peso de la muestra elemental*

El peso de la muestra elemental deberá ser 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 al por menor, el peso de la muestra elemental dependerá del peso del envase.

4.3. *Resumen general del procedimiento de muestreo para los cereales y productos a base de cereales*

Cuadro 1

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

Producto	Peso del lote (toneladas)	Peso o número de los sublotes	Número de muestras elementales	Peso de la muestra global (kg)
Cereales y productos a base de cereales	$\geq 1\ 500$	500 toneladas	100	10
	> 300 y $< 1\ 500$	3 sublotes	100	10
	≥ 50 y ≤ 300	100 toneladas	100	10
	< 50	—	3-100 (*)	1-10

(*) Dependiendo del peso del lote — véase el cuadro 2.

4.4. *Procedimiento de muestreo para los cereales y productos a base de cereales en lotes ≥ 50 toneladas*

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

— Cada sublote deberá ser objeto de un muestreo separado.

— Número de muestras elementales: 100. Peso de la muestra global = 10 kg.

— Cuando no sea posible aplicar el método de toma de muestras descrito en este punto por las consecuencias comerciales de los daños ocasionados al lote, por ejemplo, debido a las formas de envase o los medios de transporte, podrá aplicarse un método alternativo de toma de muestras, siempre que sea lo más representativo posible y esté pormenorizadamente descrito y documentado.

4.5. *Procedimiento de muestreo para los cereales y productos a base de cereales en lotes < 50 toneladas*

En el caso de lotes de cereales o productos a base de cereales inferiores a 50 toneladas, se aplicará el plan de muestreo tomando entre 10 y 100 muestras elementales, según el peso del lote, que darán como resultado una muestra global de entre 1 y 10 kg. En el caso de lotes muy pequeños ($\leq 0,5$ toneladas) podrá tomarse un número inferior de muestras elementales, aunque el peso de la muestra global obtenida al agregar todas las muestras elementales deberá ser, también en este caso, de al menos 1 kg.

Las cifras del cuadro 2 podrán 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 o productos a base de cereales

Peso del lote (en toneladas)	Número de muestras elementales
$\leq 0,05$	3
$> 0,05-\leq 0,5$	5
$> 0,5-\leq 1$	10
$> 1-\leq 3$	20
$> 3-\leq 10$	40
$> 10-\leq 20$	60
$> 20-\leq 50$	100

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

— Se aplicará a los alimentos destinados a lactantes y niños de corta edad el procedimiento de toma de muestras para los cereales y productos a base de cereales establecido en el punto 4.5. Por consiguiente, el número de muestras elementales que deben tomarse dependerá del peso del lote, y estará comprendido entre 10 y 100, de acuerdo con el cuadro 2 del punto 4.5. En el caso de lotes muy pequeños ($\leq 0,5$ toneladas) podrá tomarse un número inferior de muestras elementales, aunque el peso de la muestra global obtenida al agregar todas las muestras elementales deberá ser, también en este caso, de al menos 1 kg.

— Las muestras elementales tendrán un peso aproximado de 100 gramos. En el caso de los lotes que se presentan en envases para la venta al por menor, el peso de la muestra elemental dependerá del peso del envase y, si se trata de lotes muy pequeños ($\leq 0,5$ toneladas), las muestras elementales deberán tener un peso tal que, al agregarlas, se obtenga una muestra global de al menos 1 kg.

— Peso de la muestra global = 1-10 kg, groseramente mezclada.

4.7. *Muestreo en la fase de comercio minorista*

La toma de muestras en la fase de comercio minorista deberá realizarse, siempre que sea posible, de conformidad con las normas de muestreo establecidas en los puntos 4.4 y 4.5. En caso de que no sea posible, podrán emplearse en la fase minorista otros procedimientos 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.

ANEXO II

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

Dado que la distribución de las toxinas de *Fusarium* no es homogénea, las muestras se prepararán y, sobre todo, homogeneizarán, con sumo 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

Cada una de las muestras de laboratorio deberá triturarse finamente y mezclarse cuidadosamente según un método reconocido por garantizar una completa homogeneización.

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

3. Subdivisión de las muestras para garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines de defensa

Las muestras idénticas para garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines comerciales (defensa) o de arbitraje se tomarán del material homogeneizado, a menos que este procedimiento contravenga la normativa de los Estados miembros en materia de toma de muestras.

4. Método de análisis que utilizará el laboratorio y requisitos de control del laboratorio**4.1. Definiciones**

Algunas de las definiciones más comúnmente utilizadas que el laboratorio deberá aplicar son las siguientes:

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 ensayos particulares, obtenidos en condiciones de repetibilidad (es decir, con la misma muestra, por el mismo operario, con 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 $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

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

s_R = Desviación típica calculada a partir de 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 alimentos deberán ajustarse a lo dispuesto en los puntos 1 y 2 del anexo de la Directiva 85/591/CEE.

4.3. Requisitos específicos

4.3.1. Criterios de eficacia

En tanto la legislación comunitaria no exija ningún método específico para la determinación del contenido de toxinas de *Fusarium* en los productos alimenticios, los laboratorios podrán aplicar cualquier método de su elección, siempre que se ajuste a los siguientes criterios:

a) Características respecto al deoxinivalenol

Nivel µg/kg	Deoxinivalenol		
	% de RSD _r	% de RSD _R	% de recuperación
> 100-≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 a 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 a 120

b) Características respecto a la zearalenona

Nivel µg/kg	Zearalenona		
	% de RSD _r	% de RSD _R	% de recuperación
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 a 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 a 120

c) Características respecto a las fumonisinas B₁ y B₂

Nivel µg/kg	Fumonisina B ₁ or B ₂		
	% de RSD _r	% de RSD _R	% de recuperación
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 a 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 a 110

d) Características respecto a las toxinas T-2 y HT-2

Nivel µg/kg	Toxina T-2		
	% de RSD _r	% de RSD _R	% de recuperación
50-250	≤ 40	≤ 60	60 a 130
> 250	≤ 30	≤ 50	60 a 130

Nivel µg/kg	Toxina HT-2		
	% de RSD _r	% de RSD _R	% de recuperación
100-200	≤ 40	≤ 60	60 a 130
> 200	≤ 30	≤ 50	60 a 130

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 es 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.

4.3.2. Adecuación a los objetivos

En caso de que exista un número limitado de métodos de análisis plenamente validados, puede aplicarse un enfoque de adecuación a los objetivos, definiendo un parámetro único, una función de adecuación, para evaluar la aceptabilidad de los métodos de análisis. Una función de adecuación es una función de incertidumbre que especifica niveles máximos considerados adecuados a los objetivos.

Dado el número limitado de métodos de análisis plenamente validados por un ensayo colectivo, especialmente para la determinación de las toxinas T-2 y HT-2, el enfoque de la función de incertidumbre, que especifica la incertidumbre máxima aceptable, también puede usarse para evaluar la adecuación (a los objetivos) del método de análisis que deba usar el laboratorio. El laboratorio puede utilizar un método que produzca resultados con la incertidumbre estándar máxima, que se puede calcular por medio de la siguiente fórmula:

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha \times C)^2}$$

donde

- Uf es la incertidumbre estándar máxima ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
- LOD es el límite de detección del método ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
- α es un factor numérico constante dependiente del valor de C. Los valores que se utilizarán se establecen en el cuadro 3.
- C es la concentración con un interés ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

Si el método analítico proporciona resultados con mediciones de la incertidumbre inferiores a la incertidumbre estándar máxima, el método se considerará igual de adecuado que uno que se ajuste a los criterios de eficacia dados en el punto 4.3.1.

Cuadro 3

Valores numéricos que deben usarse tomando α como constante en la fórmula establecida en el presente punto, dependiendo de la concentración con un interés

C ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
$> 10 000$	0,1

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

El resultado analítico deberá registrarse 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 deberá expresarse como $x \pm U$, donde x es el resultado analítico y U la incertidumbre ampliada de medición.

U es la incertidumbre ampliada, utilizando un factor de cobertura de 2, lo que da un nivel de confianza del 95 % aproximadamente.

4.5. *Normas de calidad aplicables a los laboratorios*

Los laboratorios deben ajustarse a las disposiciones de la Directiva 93/99/CEE.
