

REAL DECRETO 481/2004, de 26 de marzo, por el que se fijan los métodos de toma de muestras y de análisis para el control oficial del contenido de patulina en determinados productos alimenticios.

La 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, establece los procedimientos de muestreo y de análisis de este contaminante en los alimentos regulados en el Reglamento (CE) n.º 1425/2003 de la Comisión, de 11 de agosto de 2003, que modifica, en lo relativo a la patulina, el Reglamento (CE) n.º 466/2001, por el que se fija el contenido máximo de determinados contaminantes en los productos alimenticios.

En este sentido, el citado Reglamento (CE) n.º 1425/2003 establece límites máximos de patulina en zumos de frutas, en particular zumo de manzana e ingredientes de zumos de frutas en otras bebidas, incluido el néctar de frutas ; zumos de frutas concentrados, una vez reconstituidos según las instrucciones del fabricante ; bebidas espirituosas, sidra y otras bebidas fermentadas elaboradas con manzanas o que contengan zumo de manzana ; productos sólidos elaborados con manzanas, incluidos la compota y el puré de manzana destinados al consumo directo ; zumo de manzana y productos sólidos elaborados a base de manzanas, incluidos la compota y el puré de manzana destinados a los lactantes y niños de corta edad y vendidos y etiquetados como tales, y otros alimentos infantiles.

La patulina es una micotoxina producida por diversos tipos de hongos de los géneros *Penicillium*, *Aspergillus* y *Byssoschlamys* y se puede encontrar en frutas y en otros alimentos. La principal fuente de contaminación por patulina la constituyen los productos derivados de la manzana. Dado que la patulina puede distribuirse de forma muy heterogénea en algunos alimentos, los procedimientos de muestreo deben ser muy exhaustivos y los métodos de análisis homogéneos, con el fin de que los resultados obtenidos sean similares y comparables en todo el territorio comunitario, de forma que se apliquen los mismos criterios en el control oficial a la hora de aceptar o rechazar lotes de productos alimenticios producidos en territorio comunitario o importados de terceros países.

Por otra parte, el Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban medidas adicionales sobre el control oficial de productos alimenticios, regula la cualificación técnica y profesional de los agentes que intervienen en el control oficial de productos alimenticios, así como un sistema de calidad para los laboratorios que realicen dichos controles. Asimismo, el Real Decreto 1445/1983, de 22 de junio, por el que se regulan las infracciones y sanciones en materia de defensa del consumidor y de la producción agroalimentaria, establece el procedimiento para realizar la toma de muestras de productos alimenticios, especificando las muestras legales que se deben tomar para realizar el control oficial de alimentos.

Por estas razones, resulta necesario armonizar los conceptos recogidos en la Directiva 2003/78/CE, que se incorpora al ordenamiento jurídico interno mediante este real decreto.

En su elaboración han sido oídos los sectores afectados y las comunidades autónomas, y ha emitido informe preceptivo la Comisión Interministerial para la Ordenación Alimentaria.

Este real decreto se dicta al amparo del artículo 149.1.16.a de la Constitución y de acuerdo con lo establecido en los artículos 38 y 40.2 de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad.

En su virtud, a propuesta de la Ministra de Sanidad y Consumo, de acuerdo con el Consejo de Estado y previa deliberación del Consejo de Ministros en su reunión del día 26 de marzo de 2004,

DISPONGO :

Artículo 1. Toma de muestras para el control oficial.

La toma de muestras para el control oficial del contenido de patulina en los productos alimenticios regulados en la sección 2.3 del anexo I del Reglamento (CE) n.º 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, se realizará de acuerdo con los métodos descritos en el anexo I de este real decreto.

Artículo 2. Preparación de muestras y métodos de análisis.

La preparación de la muestra y el método de análisis utilizados para el control oficial del contenido de patulina en los productos alimenticios regulados en la sección 2.3 del anexo I del Reglamento (CE) n.º 466/2001, de la Comisión, de 8 de marzo de 2001, se realizará de acuerdo con los criterios descritos en el anexo II de este real decreto.

Disposición final primera. Título competencial.

Este real decreto se dicta de conformidad con los artículos 38 y 40.2 de la Ley 14/1986, de 25 de abril, General de Sanidad, y al amparo del artículo 149.1.16.^a de la Constitución, que atribuye al Estado competencia exclusiva en materia de bases y coordinación general de la sanidad, así como en materia de sanidad exterior.

Disposición final segunda. Facultad de desarrollo.

Se faculta al Ministro de Sanidad y Consumo para dictar, en el ámbito de sus competencias, las disposiciones necesarias para el desarrollo de lo establecido en este real decreto y, en particular, para adaptar los anexos a las modificaciones introducidas por la normativa comunitaria.

Disposición final tercera. Entrada en vigor.

El presente real decreto entrará en vigor el día siguiente al de su publicación en el "Boletín Oficial del Estado".

Dado en Madrid, a 26 de marzo de 2004.

JUAN CARLOS R.

La Ministra de Sanidad y Consumo,
ANA MARÍA PASTOR JULIÁN

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 regulados en la sección 2.3 del anexo I del Reglamento (CE) n.º 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, 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 se determinará en función del contenido encontrado en las muestras de laboratorio y de acuerdo con los contenidos máximos fijados en la sección 2.3 del anexo I del Reglamento (CE) n.º 466/2001.

2. Definiciones

a) 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.

b) 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.

c) Muestra elemental: cantidad de material tomado en un único punto del lote o sublote.

d) Muestra global: agregación de todas las muestras elementales tomadas del lote o sublote.

3. Disposiciones generales

a) Autoridad competente: los órganos competentes de las comunidades autónomas para el mercado interior, y el Ministerio de Sanidad y Consumo para el comercio extracomunitario.

b) Personal: la toma de muestras deberá ser efectuada por personal autorizado a tal efecto por las autoridades competentes.

c) Producto: cualquier lote destinado a ser analizado será objeto de un muestreo separado.

d) 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.

e) Muestras elementales: en la medida de lo posible, las muestras elementales se tomarán en distintos puntos del lote o sublote. Cualquier excepción a este requisito se recogerá en el acta contemplada en el apartado 3.i).

f) Preparación de la muestra global: la muestra global se obtiene por mezcla grosera de 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.

g) Muestras idénticas: se tomarán muestras idénticas a partir de la muestra homogeneizada, siempre que sea posible, a efectos comerciales, de arbitraje o de control oficial para la realización de los análisis inicial, contradictorio y dirimente, según lo establecido en el Real Decreto 1945/1983, de 22 de junio, por el que se regulan las infracciones y sanciones en materia de defensa del consumidor y de la producción agroalimentaria, y demás disposiciones que resulten de aplicación en cada caso.

h) 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.

i) Precintado y etiquetado de las muestras: cada muestra oficial se precintará en el lugar del muestreo y se identificará según lo establecido en el Real Decreto 1945/1983, de 22 de junio, y demás disposiciones que resulten de aplicación en cada caso.

En cada toma de muestras se cumplimentará un acta de muestreo 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, según lo regulado en el apartado 3.f) de este anexo, 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 de este anexo.

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, de forma que, en conjunto, constituyan una muestra global de al menos 1 kg. Toda excepción a esta norma deberá señalarse en el acta contemplada en el apartado 3.i).

CUADROS :

(VER IMAGEN, PÁGINA 14899)

Cuadro 1: número mínimo de muestras elementales que deben tomarse del lote

Número mínimo de muestras elementales

Peso del lote (en kg)

R 50 3 50 a 500 5 T 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.

T 100 Aproximadamente 5%, como máximo 10 envases o unidades.

5. Conformidad del lote o sublote

El laboratorio de control oficial realizará dos análisis de la muestra de laboratorio destinada al control oficial cuando el resultado obtenido del primero de los dos análisis sea un valor que se encuentre dentro de un 20% por encima o por debajo del límite máximo establecido en la sección 2.3 del anexo I del Reglamento (CE) n.º 466/2001. En este caso se calculará la media de los dos resultados.

El lote será aceptado si el resultado del primer análisis es un valor inferior al 20% por debajo del límite máximo establecido en la sección 2.3 del anexo I del Reglamento (CE) n.º 466/2001. En el caso de que sea necesario realizar dos análisis, el lote será aceptado cuando la media de los dos resultados no supere el contenido máximo respectivo establecido en el Reglamento (CE) n.º 1425/2003. En ambos casos se tendrá en cuenta la incertidumbre de la medida y la corrección para la recuperación.

El lote no cumplirá con el límite máximo establecido en la sección 2.3 del anexo I del Reglamento (CE) n.º 466/2001 cuando la media de los resultados, teniendo en cuenta la incertidumbre de la medida y la corrección para la recuperación, sea superior, fuera de toda duda razonable, al nivel máximo contemplado en el Reglamento (CE) n.º 1425/2003.

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

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

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

2. Tratamiento de la muestra recibida en el laboratorio

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

3. Subdivisión de las muestras a efectos comerciales, de arbitraje y de control

Las muestras idénticas tomadas a efectos comerciales, de arbitraje o de control oficial para la realización de los análisis inicial, contradictorio y dirimente, según lo establecido en el Real Decreto 1945/1983, de 22 de junio, por el que se regulan las infracciones y sanciones en materia de defensa del consumidor y de la producción agroalimentaria, y demás disposiciones que resulten de aplicación en cada caso, siempre que sea posible, deberán proceder de la muestra homogeneizada.

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

a) 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: $r = 2,8 \times sr$.

sr = desviación típica calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad.

$RSDr$ = desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de repetibilidad $[(sr / -v) \times 100]$, donde $-v$ 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: $R = 2,8 \times sR$.

sR = desviación típica calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad.

$RSDR$ = desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(sR / -v) \times 100]$.

Incertidumbre de medición = parámetro asociado con el resultado de la medida que caracteriza la dispersión del valor y que podría ser atribuido a la propia medida.

b) Requisitos generales.

Los métodos de análisis utilizados para el control de los productos alimenticios deberán cumplir lo regulado en el Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban medidas adicionales sobre el control oficial de los productos alimenticios.

c) 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:
Características del método respecto a la patulina :

(VER IMAGEN, PÁGINA 14900)

Patulina Contenido lg/kg $RSDr\%$ $RSDR\%$ Recuperación $\%$

R 20 " 30 " 40 50 a 120 20-50 " 20 " 30 70 a 105 T 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 de interés.

Los valores de precisión en condiciones de reproducibilidad se deducen de la ecuación de Horwitz:

$$\text{RSDR} = 2(1-0,5\log C)$$

donde:

RSDR representa la desviación típica relativa calculada a partir de los resultados obtenidos en condiciones de reproducibilidad $[(sR/\bar{v}) \times 100]$.

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.

d) Cálculo de la tasa de recuperación y expresión de los resultados.

El resultado analítico se expresará de forma corregida o sin corregir en función de la recuperación. Deberá indicarse la forma de expresión y la tasa de recuperación.

El resultado analítico corregido en función de la recuperación se utilizará para la conformidad del lote, según el apartado 5 del anexo I.

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

e) Normas de calidad aplicables a los laboratorios.

Los laboratorios deberán ajustarse a lo regulado en el Real Decreto 1397/1995, de 4 de agosto, por el que se aprueban medidas adicionales sobre el control oficial de los productos alimenticios.