



2023/2783

15.12.2023

**REGLAMENTO DE EJECUCIÓN (UE) 2023/2783 DE LA COMISIÓN
de 14 de diciembre de 2023**

por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control del contenido de toxinas vegetales en los alimentos y se deroga el Reglamento (UE) 2015/705

(Texto pertinente a efectos del EEE)

LA COMISIÓN EUROPEA,

Visto el Tratado de Funcionamiento de la Unión Europea,

Visto el Reglamento (UE) 2017/625 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 15 de marzo de 2017, relativo a los controles y otras actividades oficiales realizados para garantizar la aplicación de la legislación sobre alimentos y piensos, y de las normas sobre salud y bienestar de los animales, sanidad vegetal y productos fitosanitarios, y por el que se modifican los Reglamentos (CE) n.º 999/2001, (CE) n.º 396/2005, (CE) n.º 1069/2009, (CE) n.º 1107/2009, (UE) n.º 1151/2012, (UE) n.º 652/2014, (UE) 2016/429 y (UE) 2016/2031 del Parlamento Europeo y del Consejo, los Reglamentos (CE) n.º 1/2005 y (CE) n.º 1099/2009 del Consejo, y las Directivas 98/58/CE, 1999/74/CE, 2007/43/CE, 2008/119/CE y 2008/120/CE del Consejo, y por el que se derogan los Reglamentos (CE) n.º 854/2004 y (CE) n.º 882/2004 del Parlamento Europeo y del Consejo, las Directivas 89/608/CEE, 89/662/CEE, 90/425/CEE, 91/496/CEE, 96/23/CE, 96/93/CE y 97/78/CE del Consejo y la Decisión 92/438/CEE del Consejo (Reglamento sobre controles oficiales) ⁽¹⁾, y en particular su artículo 34, apartado 6,

Considerando lo siguiente:

- (1) En el Reglamento (UE) 2023/915 de la Comisión ⁽²⁾ se establecen los límites máximos de determinadas toxinas vegetales en los alimentos.
- (2) El muestreo desempeña un papel fundamental en la precisión a la hora de determinar el contenido de toxinas vegetales en un lote determinado, ya que las toxinas vegetales pueden estar distribuidas de forma heterogénea en un lote. Procede, por tanto, establecer métodos de muestreo para los controles oficiales del contenido de toxinas vegetales en los alimentos.
- (3) El Reglamento de Ejecución (UE) 2023/2782 de la Comisión ⁽³⁾ establece los métodos de muestreo que deben emplearse para el control oficial del contenido de micotoxinas en los alimentos. Dado que tanto las toxinas vegetales como las micotoxinas se distribuyen de manera heterogénea en los lotes, es adecuado que también se apliquen dichos métodos de muestreo en el caso de las toxinas vegetales.
- (4) Podrán efectuarse controles oficiales en alimentos para los que no se haya establecido un límite máximo específico de toxinas vegetales ni un procedimiento de muestreo específico. Procede, por tanto, establecer criterios para determinar qué procedimiento de muestreo debe aplicarse en tales casos.
- (5) También es necesario determinar criterios de funcionamiento generales a los que debe ajustarse el método de análisis, de modo que garantice que los laboratorios de control emplean métodos de análisis con niveles de rendimiento comparables. Puesto que el laboratorio de referencia de la Unión Europea en materia de micotoxinas y toxinas vegetales ha establecido los criterios de funcionamiento analítico para el análisis de toxinas vegetales en los alimentos, basándose en la mejor información científica disponible, procede que dichos criterios figuren en el presente Reglamento.

⁽¹⁾ DO L 95 de 7.4.2017, p. 1.

⁽²⁾ Reglamento (UE) 2023/915 de la Comisión, de 25 de abril de 2023, relativo a los límites máximos de determinados contaminantes en los alimentos y por el que se deroga el Reglamento (CE) n.º 1881/2006 (DO L 119 de 5.5.2023, p. 103).

⁽³⁾ Reglamento de Ejecución (UE) 2023/2782 de la Comisión, de 14 de diciembre de 2023, por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control del contenido de micotoxinas en los alimentos y se deroga el Reglamento (CE) n.º 401/2006 (DO L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI:http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

- (6) El Reglamento (UE) 2015/705 de la Comisión ⁽⁴⁾ establece métodos de muestreo y criterios de rendimiento de los métodos de análisis para el control oficial de los niveles de ácido erúxico en los alimentos. Dado que los métodos de muestreo y los criterios de funcionamiento analítico que figuran en dicho Reglamento también resultan apropiados para controlar las toxinas vegetales erúcicas en los alimentos, procede, en aras de la simplificación, derogar el Reglamento (UE) 2015/705.
- (7) Es necesario proporcionar a los laboratorios de control tiempo suficiente para que cumplan los nuevos requisitos introducidos por el presente Reglamento. Conviene, por consiguiente, establecer un plazo razonable hasta que el presente Reglamento sea aplicable.
- (8) A fin de garantizar la continuidad en la realización de controles oficiales y otras actividades reglamentarias sobre los límites máximos de toxinas vegetales y proporcionar tiempo suficiente para validar de nuevo los métodos de análisis, conviene disponer que los métodos de análisis que hayan sido validados antes de la fecha de aplicación del presente Reglamento puedan seguir utilizándose durante un período determinado.
- (9) Las medidas previstas en el presente Reglamento se ajustan al dictamen del Comité Permanente de Vegetales, Animales, Alimentos y Piensos.

HA ADOPTADO EL PRESENTE REGLAMENTO:

Artículo 1

A los efectos del presente Reglamento, serán aplicables las definiciones establecidas en el artículo 1 del Reglamento de Ejecución (UE) 2023/2782.

Artículo 2

1. La toma de muestras para el control del contenido de toxinas vegetales en los alimentos se realizará con arreglo a los métodos establecidos en el anexo I.
2. En el caso de un alimento que no pueda clasificarse en una de las categorías de alimentos para la que se ha establecido un procedimiento de muestreo en el anexo I, el procedimiento de muestreo se determinará teniendo en cuenta el tamaño de las partículas de dicho alimento o su semejanza con un producto que pueda clasificarse en una de las categorías de alimentos del anexo I.
3. En lo que respecta a los alimentos que no pueden clasificarse en ninguna de las categorías de alimentos que figuran en el anexo I y siempre que existan pruebas de que la toxina vegetal se distribuye de manera homogénea en dichos alimentos, estos serán objeto de muestreo utilizando el método de muestreo establecido en la parte B del anexo del Reglamento (CE) n.º 333/2007 de la Comisión ⁽⁵⁾.

Artículo 3

La preparación de las muestras y los métodos de análisis para el control del contenido de toxinas vegetales en los productos alimenticios cumplirán los criterios establecidos en el anexo II.

Artículo 4

Queda derogado el Reglamento (UE) 2015/705. Las referencias al Reglamento derogado se entenderán hechas al presente Reglamento de Ejecución.

⁽⁴⁾ Reglamento (UE) 2015/705 de la Comisión, de 30 de abril de 2015, por el que se establecen métodos de muestreo y criterios de rendimiento de los métodos de análisis para el control oficial de los niveles de ácido erúxico en los alimentos y se deroga la Directiva 80/891/CEE de la Comisión (DO L 113 de 1.5.2015, p. 29).

⁽⁵⁾ Reglamento (CE) n.º 333/2007 de la Comisión, de 28 de marzo de 2007, por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control de los niveles de elementos traza y de los contaminantes de proceso en los productos alimenticios (DO L 88 de 29.3.2007, p. 29).

Artículo 5

El presente Reglamento entrará en vigor a los veinte días de su publicación en el *Diario Oficial de la Unión Europea*.

Será aplicable a partir del 1 de abril de 2024. No obstante, los métodos de análisis que hayan sido validados antes de la fecha de aplicación del presente Reglamento pueden seguir utilizándose hasta el 1 de julio de 2028, incluso si no cumplen todos los requisitos específicos que se establecen en el punto 4.2 del anexo II del presente Reglamento.

El presente Reglamento será obligatorio en todos sus elementos y directamente aplicable en cada Estado miembro.

Hecho en Bruselas, el 14 de diciembre de 2023.

Por la Comisión
La Presidenta
Ursula VON DER LEYEN

ANEXO I

Métodos de muestreo para el control del contenido de toxinas vegetales en los alimentos

PARTE I

DISPOSICIONES GENERALES**A.1. Disposiciones generales***A.1.1. Personal*

La toma de muestras será efectuada por una persona designada por la autoridad competente del Estado miembro.

A.1.2. Material objeto de muestreo

Todo lote para analizar será objeto de un muestreo separado. De acuerdo con las disposiciones específicas de muestreo para las diferentes toxinas vegetales, los lotes muy grandes se subdividirán en sublotes, que serán objeto de un muestreo separado.

A.1.3. Precauciones

Durante el muestreo y la preparación de las muestras, deberán tomarse precauciones para evitar toda alteración que pueda:

- afectar al contenido de toxinas vegetales, influir de manera adversa en la determinación analítica o invalidar la representatividad de las muestras globales,
- afectar a la seguridad alimentaria de los lotes que serán objeto de muestreo.

Asimismo, se adoptarán todas las medidas necesarias para garantizar la seguridad de las personas que tomen las muestras.

A.1.4. 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 contemplada en el punto A.1.8 del presente anexo.

A.1.5. Preparación de la muestra global

La muestra global se obtendrá agrupando las muestras elementales.

A.1.6. Muestras idénticas

Las muestras idénticas para garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines de defensa o de arbitraje se tomarán de la muestra global homogeneizada, a menos que este procedimiento contravenga la normativa de los Estados miembros relativa a los derechos del operador de la empresa alimentaria.

A.1.7. 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.

A.1.8. 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.

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.

A.2. Distintos tipos de lotes

Los productos alimenticios pueden comercializarse a granel, en contenedores o en envases individuales, como sacos, bolsas, envases de venta o envases individuales. El método de muestreo podrá aplicarse a los productos comercializados a granel, en contenedores o en envases individuales, como sacos, bolsas, envases de venta, envases individuales o cualquier otro.

Sin perjuicio de las disposiciones específicas de muestreo establecidas en otras partes del presente anexo, se utilizará la fórmula siguiente como guía para calcular la frecuencia de muestreo de los lotes comercializados en envases individuales, como sacos, bolsas, envases de venta o envases individuales.

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

— Peso: en kg.

— Frecuencia de muestreo: cada envase individual número «n» del que ha de tomarse una muestra elemental (los números decimales deben redondearse al entero más cercano).

A.3. Muestreo de productos con una elevada relación volumen/peso

Con excepción de los productos alimenticios incluidos en la parte II, puntos L y M, del anexo I del Reglamento de Ejecución (UE) 2023/2782, en el caso del muestreo de productos alimenticios que tengan un volumen elevado en comparación con su peso [es decir, volumen (en dm³)/peso (en kg) > 5], los requisitos de peso podrán sustituirse por un requisito de volumen equivalente (es decir, 1 kg podrá sustituirse por 1 dm³).

PARTE II**MÉTODOS DE MUESTREO**

Se aplicarán los métodos de muestreo establecidos en la parte II del anexo I del Reglamento de Ejecución (UE) 2023/2782.

No obstante, para el muestreo de patatas, productos a base de patata (glucoalcaloides) y miel (alcaloides pirrolizidínicos), se aplicará lo dispuesto en la parte B del anexo del Reglamento (CE) n.º 333/2007.

—

ANEXO II

Criterios aplicables a la preparación de las muestras y los métodos de análisis para el control del contenido de toxinas vegetales en los alimentos

1. INTRODUCCIÓN Precauciones

Dado que, por lo general, la distribución de las toxinas vegetales no es homogénea, las muestras se prepararán y, sobre todo, homogeneizarán, con sumo cuidado.

Si el laboratorio realiza la homogeneización, se homogeneizará la muestra completa que haya recibido.

2. TRATAMIENTO DE LA MUESTRA RECIBIDA EN EL LABORATORIO

Cada muestra de laboratorio se mezclará adecuadamente mediante un proceso, que podrá ser la molienda fina en caso necesario, con el que esté demostrado que se logra una homogeneización total.

En caso de que el límite 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. MUESTRAS IDÉNTICAS

Las muestras idénticas para garantizar el cumplimiento de la normativa o con fines de defensa o de arbitraje se tomarán del material homogeneizado, a menos que este procedimiento contravenga la normativa de los Estados miembros relativa a los derechos del operador de la empresa alimentaria.

4. MÉTODO DE ANÁLISIS QUE UTILIZARÁ EL LABORATORIO Y REQUISITOS DE CONTROL DEL LABORATORIO

4.1. **Requisitos generales**

Los métodos de confirmación de análisis utilizados para el control de los alimentos se ajustarán a lo dispuesto en los puntos 1 y 2 del anexo III del Reglamento (UE) 2017/625.

Siempre que sea posible, deberá comprobarse la veracidad del método analizando un material de referencia certificado o participando satisfactoriamente en ensayos de aptitud de forma periódica.

4.2. **Requisitos específicos**4.2.1. *Requisitos específicos para métodos de confirmación*

4.2.1.1. Criterios de funcionamiento

En lo que respecta a los métodos de confirmación, se aplicarán los siguientes criterios de funcionamiento:

Recuperación: la recuperación media debe situarse entre el 70 y el 120 %.

La recuperación media es el valor medio de las muestras idénticas obtenido durante la validación al determinar los parámetros de precisión para la RSD_r y la RSD_{wR}. El criterio se aplica a todas las concentraciones y toxinas individuales.

En casos excepcionales, podrán ser aceptables recuperaciones medias que se sitúen fuera del intervalo anterior, pero deberán estar entre un 50 y un 130 % y cumplir los criterios de precisión de la RSD_r y la RSD_{wR}.

Precisión

La RSD_r será inferior o igual al 20 %.

La RSD_{wR} será inferior o igual al 20 %.

La RSD_r será inferior o igual al 25 %.

Estos criterios se aplican a todas las concentraciones.

Si el laboratorio presenta pruebas de que se cumple el criterio de la RSD_{wR}, no será necesario presentarlas también para el criterio de la RSD_r, pues el hecho de que se cumpla el primer criterio garantiza que se cumple también el segundo.

En caso de que el límite máximo se aplique a una suma de toxinas, los criterios de precisión se aplicarán tanto a la suma como a las toxinas individuales.

Límite de cuantificación (LOQ)

Si en el cuadro 1 siguiente figura un requisito específico para el LOQ de una toxina vegetal, el método deberá tener un LOQ igual o inferior a ese valor.

Cuadro 1

Requisitos relativos al LOQ para determinadas toxinas vegetales

Toxina vegetal	Observaciones	Alimento	Requisito para el LOQ (µg/kg) o (µg/L)
Alcaloides pirrolizidínicos	Requisitos relativos al LOQ para alcaloides pirrolizidínicos individuales	Producto desecado	≤ 10
		Producto líquido	≤ 0,15
Alcaloides tropánicos	Requisito relativo al LOQ para la atropina y la escopolamina, por separado	Alimentos transformados a base de cereales para lactantes y niños de corta edad	≤ 1
		Cereales y productos a base de cereales	≤ 2
		Infusiones de hierbas (producto desecado)	≤ 5
		Infusiones (producto líquido)	≤ 0,05
Alcaloides opiáceos	Requisito relativo al LOQ para la morfina y la codeína, por separado	Productos de panadería	≤ 500

En todos los demás casos, se aplicará lo siguiente:

El LOQ será inferior o igual a $0,5 \cdot$ límite máximo, y sería preferible que fuese menor (inferior o igual a $0,2 \cdot$ contenido máximo).

En caso de que el límite máximo se aplique a una suma de toxinas, el LOQ de cada una de las toxinas será inferior o igual a $0,5 \cdot$ límite máximo/ n , siendo « n » el número de toxinas incluido en la definición del límite máximo.

Identificación

Para la identificación, se aplicarán los criterios establecidos en el documento de orientación sobre la identificación de micotoxinas y toxinas vegetales en alimentos y piensos ⁽¹⁾.

4.2.1.2. Extensión del ámbito de aplicación del método

4.2.1.2.1. Extensión del ámbito de aplicación a otras toxinas vegetales:

Cuando se añaden analitos adicionales en el ámbito de aplicación de un método de confirmación existente, es necesaria una validación completa para demostrar la idoneidad del método.

4.2.1.2.2. Extensión a otros productos:

Si se sabe o se prevé que el método de confirmación puede ser aplicable a otros productos, será preciso verificar su validez para esos otros productos. Si el nuevo producto pertenece a un grupo de productos (véase el cuadro 2 del presente anexo) para el que ya se ha realizado una validación inicial, bastará con una validación adicional limitada.

4.2.2. Requisitos específicos para métodos semicuantitativos de cribado

4.2.2.1. Ámbito de aplicación

La presente sección se aplica a los métodos bioanalíticos basados en el inmunorreconocimiento o en la unión a los receptores (por ejemplo, ELISA, tiras reactivas, dispositivos de flujo lateral, inmunosensores) y a los métodos fisicoquímicos basados en la cromatografía o en la detección directa por espectrometría de masas (por ejemplo, espectrometría de masas ambiente). No se excluyen otros métodos (por ejemplo, cromatografía de capa fina), siempre que las señales generadas se refieran directamente a las toxinas vegetales de interés y permitan aplicar el principio descrito a continuación.

(1) Disponible [en inglés] en: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf

Los requisitos específicos se aplican a los métodos cuyo resultado de medición es un valor numérico, como una respuesta (relativa) de una tira reactiva o una señal de cromatografía de líquidos acoplada a espectrometría de masas, y que se someten a las estadísticas normales.

Los requisitos no se aplican a los métodos que no dan valores numéricos (por ejemplo, si el resultado es simplemente la presencia o ausencia de una línea), que requieren planteamientos de validación diferentes. Los requisitos específicos para estos métodos figuran en el punto 4.2.3.

El presente documento describe los procedimientos de validación de los métodos de cribado mediante una validación interlaboratorios, la verificación del funcionamiento de un método validado mediante un ejercicio interlaboratorios y la validación por un solo laboratorio de un método de cribado.

4.2.2.2. Procedimiento de validación

El objetivo de la validación es demostrar la adecuación al objetivo del método de cribado. Se hace mediante la determinación del valor de corte y la determinación del porcentaje de falsas muestras negativas y falsas muestras sospechosas. Estos dos parámetros incorporan las características de funcionamiento, como la capacidad de detección, la selectividad y la precisión.

Los métodos de cribado pueden someterse a una validación interlaboratorios o ser validados por un solo laboratorio. Si ya están disponibles los datos de la validación interlaboratorios para una determinada combinación toxina vegetal/matriz/CCE, basta una verificación del funcionamiento del método en un laboratorio que aplique este método.

4.2.2.2.1. Validación inicial por un solo laboratorio

Toxinas vegetales

La validación se llevará a cabo individualmente para cada toxina vegetal incluida en el ámbito de aplicación. En el caso de métodos bioanalíticos que ofrezcan una respuesta combinada para un determinado grupo de toxinas vegetales (como los alcaloides pirrolizidínicos), se demostrará su aplicabilidad y se mencionarán las limitaciones del ensayo en el ámbito de aplicación del método. No se considera que la reactividad cruzada no deseada incremente el porcentaje de falsas muestras negativas para las toxinas vegetales que se analizan, pero puede incrementar el de falsas muestras sospechosas. Este incremento no deseado se reducirá mediante un análisis de confirmación, con el fin de identificar y cuantificar inequívocamente las toxinas vegetales.

Matrices

Se efectuará una validación inicial para cada producto o, si se sabe que el método es aplicable a varios productos, para cada grupo de productos. En este último caso se seleccionará un producto representativo y pertinente de dicho grupo (véase el cuadro 2).

Conjunto de la muestra

El número mínimo de muestras diferentes necesarias para la validación es de veinte muestras homogéneas de control negativas y veinte muestras homogéneas de control positivas que contengan la toxina vegetal en la CCE, analizadas en condiciones de reproducibilidad intralaboratorio (RSD_{wR}) en cinco días diferentes. Podrán añadirse conjuntos suplementarios de veinte muestras que contengan la toxina vegetal en otros niveles al conjunto de validación para averiguar en qué medida el método permite distinguir entre diferentes concentraciones de toxinas vegetales.

Concentración:

Se llevará a cabo una validación para cada CCE que se utilice sistemáticamente.

4.2.2.2.2. Validación inicial a través de ensayos colectivos

La validación a través de ensayos colectivos se realizará de conformidad con la ISO 5725:1994, con el protocolo armonizado internacional de la IUPAC o con otro protocolo reconocido internacionalmente en materia de ensayos colectivos, lo que requiere incluir datos válidos procedentes de al menos ocho laboratorios diferentes. La otra diferencia con respecto a las validaciones en un único laboratorio será que las veinte o más muestras por producto o contenido podrán repartirse uniformemente entre los laboratorios participantes, con un mínimo de dos muestras por laboratorio.

4.2.2.3. Determinación del valor de corte y del porcentaje de falsos resultados sospechosos de las muestras en blanco

Las respuestas (relativas) obtenidas para las muestras de control negativas y positivas se tomarán como base para calcular los parámetros requeridos.

Métodos de cribado con una respuesta proporcional a la concentración de toxinas vegetales

Para los métodos de cribado con una respuesta proporcional a la concentración de toxinas vegetales se aplica la fórmula siguiente:

$$\text{Valor de corte} = R_{\text{CCE}} - \text{valor } t_{0,05} * SD_{\text{CCE}}$$

R_{CCE} = respuesta media de las muestras de control positivas (en la CCE).

valor t = un valor t unilateral para un porcentaje de falsos resultados negativos del 5 % (véase el cuadro 3).

SD_{CCE} = desviación estándar.

Métodos de cribado con una respuesta inversamente proporcional a la concentración de toxinas vegetales

Análogamente, para los métodos de cribado con una respuesta inversamente proporcional a la concentración de toxinas vegetales, el valor de corte se determina del modo siguiente:

$$\text{Valor de corte} = R_{\text{CCE}} + \text{valor } t_{0,05} * SD_{\text{CCE}}$$

Al usar este valor t específico para determinar el valor de corte, el porcentaje de falsos resultados negativos se fija por defecto en el 5 %.

Evaluación de la adaptación al objetivo

Los resultados de las muestras de control negativas se utilizan para estimar el porcentaje correspondiente de falsos resultados sospechosos. El valor t se calcula en correspondencia con el caso en el que el resultado de una muestra de control negativa esté por encima del valor de corte y, por ello, se clasifique erróneamente como sospechosa.

$$\text{Valor } t = (\text{valor de corte} - \text{media}_{\text{en blanco}}) / SD_{\text{en blanco}}$$

para los métodos de cribado con una respuesta proporcional a la concentración de toxinas vegetales

o

$$\text{valor } t = (\text{media}_{\text{en blanco}} - \text{valor de corte}) / SD_{\text{en blanco}}$$

para los métodos de cribado con una respuesta inversamente proporcional a la concentración de toxinas vegetales

A partir del valor t obtenido, que se basa en los grados de libertad calculados a partir del número de experimentos, la probabilidad de falsas muestras sospechosas para una distribución de una cola puede calcularse (por ejemplo, con la función TDIST de la hoja de cálculo) o tomarse de un cuadro de distribución de t (véase el cuadro 3).

El valor correspondiente de la distribución de una cola de t indica el porcentaje de falsos resultados sospechosos.

Este concepto se describe en detalle con un ejemplo en *Analytical and Bioanalytical Chemistry*: DOI 10.1007/s00216-013-6922-1.

4.2.2.4. Extensión del ámbito de aplicación del método

4.2.2.4.1. Extensión del ámbito de aplicación a otras toxinas vegetales:

Cuando se añaden nuevas toxinas vegetales al ámbito de aplicación de un método de cribado existente, se requerirá una validación completa para demostrar la idoneidad del método.

4.2.2.4.2. Extensión a otros productos:

Si se sabe o se prevé que el método de cribado puede ser aplicable a otros productos, será preciso verificar su validez para esos otros productos. Si el nuevo producto pertenece a un grupo de productos (véase el cuadro 2 del presente anexo) para el que ya se ha realizado una validación inicial, bastará con una validación adicional limitada. Para ello, deberá analizarse un mínimo de diez muestras homogéneas de control negativas y diez muestras homogéneas de control positivas (en la CCE) en condiciones de reproducibilidad intralaboratorio. Todas las muestras de control positivas deberán superar el valor de corte. En caso de que este criterio no se cumpla, será necesaria una validación completa.

4.2.2.5. Verificación de métodos ya validados mediante ensayos colectivos

En los métodos de cribado ya validados mediante un ensayo colectivo de laboratorio, deberá verificarse el funcionamiento del método. Para ello deberá analizarse un mínimo de seis muestras de control negativas y seis muestras de control positivas (en la CCE). Todas las muestras de control positivas deberán superar el valor de corte. Si no se cumple este requisito, el laboratorio deberá realizar un análisis de las causas subyacentes para determinar los motivos por los que no puede cumplir las especificaciones obtenidas en el ensayo colectivo. Solo después de haber tomado medidas correctoras volverá a verificarse el funcionamiento del método en el laboratorio. Si su laboratorio no es capaz de verificar los resultados del ensayo colectivo, deberá determinar su propio valor de corte en una validación completa realizada por un único laboratorio.

4.2.2.6. Verificación y validación continuas del método

Tras la validación inicial, los datos de validación adicional se obtienen incluyendo al menos dos muestras de control positivas en cada lote de muestras analizadas. Una de las muestras de control positivas será una muestra conocida (por ejemplo, utilizada en la validación inicial) y la otra será un producto diferente del mismo grupo de productos (en caso de que solo se analice un producto, se utilizará en su lugar una muestra diferente del producto en cuestión). La inclusión de una muestra de control negativa es facultativa. Los resultados obtenidos para las dos muestras de control positivas se añaden al conjunto de validación ya existente.

Al menos una vez al año volverá a determinarse el valor de corte y a evaluarse la validez del método (reevaluación de los datos disponibles sobre control y aseguramiento de la calidad obtenidos en el último año). La verificación continua del método responde a varios objetivos, entre los que cabe destacar:

- el control de calidad del lote de muestras analizado,
- la obtención de información sobre la solidez del método en las condiciones del laboratorio que lo aplica,
- la justificación de la aplicabilidad del método a distintos productos, y
- la posibilidad de ajustar los valores de corte en caso de deriva gradual a lo largo del tiempo.

4.2.2.7. Informe de validación

El informe de validación deberá incluir los siguientes datos:

- una declaración sobre la CCE,
- una declaración sobre el valor de corte obtenido,

Nota: El valor de corte deberá tener el mismo número de cifras significativas que la CCE. Los valores numéricos utilizados para calcular el valor de corte deberán tener al menos una cifra significativa más que la CCE.

- una declaración sobre el porcentaje estimado de falsas muestras sospechosas, y
- una declaración sobre el modo en el que se ha generado el porcentaje de falsas muestras sospechosas.

Nota: La declaración sobre el porcentaje estimado de falsas muestras sospechosas indica si el método es adecuado para su objetivo, ya que establece el número de muestras en blanco (o con poca contaminación) que serán objeto de verificación.

Cuadro 2

Grupos de productos para validar los métodos de confirmación y de cribado

Grupos de productos	Categorías de productos	Productos típicos representativos incluidos en la categoría
Alto contenido de agua	Bebidas Frutas y hortalizas Purés a base de cereales o frutas Hierbas culinarias frescas	Infusiones (producto líquido), hojas de borraja, patatas, purés para lactantes y niños de corta edad
Alto contenido de aceite	Frutos de cáscara arbóreos Semillas oleaginosas y productos a base de semillas oleaginosas Frutos oleaginosos y productos a base de frutos oleaginosos	Almendras, huesos de albaricoque, colza, semillas de algodón, de lino, de lupino, de amapola, de cáñamo, etc. Aceites y pastas
Alto contenido de almidón o proteína y bajo contenido de agua y grasa	Semillas de cereales y productos a base de semillas de cereales Productos dietéticos	Maíz, alforfón, mijo, sorgo, harina de mandioca, productos a base de patata Pan, productos de panadería, galletas saladas, cereales de desayuno, pastas alimenticias Polvos secos para preparar alimentos para lactantes y niños de corta edad
Alto contenido de ácido y de agua (*)	Productos cítricos	
Productos raros o únicos (**)		Polen y productos a base de polen, complementos alimenticios, infusiones (producto desecado), té (producto desecado) Especias, regaliz
Alto contenido de azúcar y bajo contenido de agua	Frutas desecadas	Higos secos, pasas, pasas de Corinto, sultaninas y miel
Leche y productos lácteos	Leche Queso Productos lácteos (como leche en polvo)	Leche de vaca, cabra y búfala Queso de vaca y de cabra Yogur, nata

(*) Si se utiliza una disolución amortiguadora para estabilizar el pH en la fase de extracción, este grupo de productos puede fusionarse en un solo grupo de productos de «alto contenido de agua».

(**) Solo es necesario validar los productos raros o únicos si se analizan con frecuencia. Si solo se analizan de manera ocasional, la validación podrá limitarse a un mero control de los niveles declarados utilizando extractos en blanco enriquecidos.

Cuadro 3

Valor de t unilateral para un porcentaje de falsas muestras negativas del 5 %

Grados de libertad	Número de repeticiones	valor t (5 %)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782

13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

4.2.3. Requisitos para métodos cualitativos de cribado (métodos que no dan valores numéricos)

La elaboración de directrices para la validación de métodos de ensayo binarios corre actualmente a cargo de diversos organismos de normalización (como la AOAC o la ISO). La AOAC ha redactado una directriz sobre la validación de métodos de ensayo binarios, que puede considerarse el documento que recoge la información más actualizada de ese ámbito. Así pues, los métodos que ofrecen resultados binarios (como la inspección visual de tiras reactivas) deben validarse con arreglo a las Directrices internacionales para la validación de métodos químicos binarios cualitativos de la AOAC ⁽²⁾.

Sin embargo, pueden utilizarse otras directrices sobre la validación reconocidas, como el enfoque previsto en las Directrices ISO/TS 23758: 2021 | IDF/RM 251 para la validación de métodos de cribado cualitativos para detectar residuos de medicamentos veterinarios en la leche y los productos lácteos.

4.3. Estimación de la incertidumbre de medida, cálculo de la recuperación y registro de los resultados ⁽³⁾

4.3.1. Métodos de confirmación

⁽²⁾ Disponible [en inglés] en: <https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf>

⁽³⁾ Para más información sobre los procedimientos para estimar la incertidumbre de medida y evaluar la recuperación, puede consultarse el documento *Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation* [Informe sobre la relación entre resultados analíticos, incertidumbre de medida, factores de recuperación y disposiciones de la UE sobre alimentos y piensos], documento en inglés en la dirección siguiente: https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf

El resultado analítico se notificará como sigue:

- a) Corregido en función de la recuperación, cuando proceda y sea pertinente; en caso de que esté corregido, deberá indicarse. Ha de mencionarse el porcentaje de recuperación, salvo que la corrección intrínseca del sesgo forme parte del procedimiento. Dicha corrección no será necesaria si el porcentaje de recuperación se sitúa entre el 90 y el 110 %.
- b) Con la forma « $x \pm U$ », donde x es el resultado analítico y U la incertidumbre de medida analítica expandida, utilizando un factor de cobertura de 2 que permite obtener un nivel de confianza del 95 % aproximadamente.

Existe la posibilidad de notificar una incertidumbre de medida expandida por defecto del 50 %, siempre y cuando el laboratorio cumpla todos los requisitos de precisión que se indican en el punto 4.2. Un laboratorio individual puede demostrar esto cumpliendo los criterios de repetibilidad (RSD_r) y de reproducibilidad intralaboratorio (RSD_{wR}), y complementándolo con una participación satisfactoria en programas de ensayos de aptitud (a menos que no se disponga de un programa adecuado de ensayos de aptitud); se considerará que la participación ha sido satisfactoria cuando la puntuación z media sea de $|z| \leq 2$, lo que demuestra que se cumple la reproducibilidad de la RSD_R requerida (sobre la base de una desviación estándar objetivo del 25 %).

En caso de que se haya fijado el límite máximo para la suma de toxinas, se indicarán los resultados analíticos para cada una de las toxinas.

Se efectuará una corrección de la recuperación, si procede, para cada una de las toxinas individuales antes de sumar las concentraciones.

Para verificar la conformidad con la suma de límites máximos, se aplicará un enfoque del límite inferior, lo que significa que los resultados para las toxinas individuales que sean inferiores al LOQ se sustituirán por un cero para calcular la suma.

Las presentes normas de interpretación del resultado analítico en vista de la aceptación o el rechazo del lote son aplicables al resultado analítico de la muestra destinada al control oficial. En caso de análisis con fines de defensa o de arbitraje, se aplicarán las normas nacionales. En particular, si:

el resultado analítico de la muestra de control oficial indica un incumplimiento y no cabe ninguna duda razonable de ello, teniendo en cuenta la incertidumbre de medida expandida, y

el resultado analítico de la muestra de defensa indica un incumplimiento, pero no se tiene una certeza absoluta de ello, con una incertidumbre de medida expandida mayor que la del control oficial,

entonces el resultado analítico de la muestra de defensa no puede prevalecer sobre el de la muestra de control oficial para la que se ha constatado un incumplimiento.

4.3.2. *Métodos de cribado*

El resultado del cribado se expresará como «conforme» o como «sospechoso de no ser conforme».

Por «sospechoso de no ser conforme» se entenderá que la muestra supera el valor de corte y que su contenido de toxinas vegetales puede ser superior al de la CCE. Cualquier resultado sospechoso activa un análisis de confirmación para identificar y cuantificar de forma inequívoca las toxinas vegetales.

Por «conforme» se entenderá que el contenido de toxinas vegetales en la muestra es inferior a la CCE con un nivel de confianza del 95 % (es decir, hay un 5 % de probabilidades de que las muestras se califiquen incorrectamente como negativas). Se indicará que el resultado del análisis es «inferior al contenido de la CCE» y se especificará el nivel de la CCE.

4.4. **Normas de calidad aplicables a los laboratorios**

Los laboratorios cumplirán lo dispuesto en el artículo 37, apartados 4 y 5, del Reglamento (UE) 2017/625.