



## PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

### COMITÉ DEL CODEX SOBRE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

#### 46.<sup>a</sup> reunión

Nanjing (República Popular China), 5-10 de mayo de 2014

**OBSERVACIONES al anteproyecto de directrices sobre criterios de rendimiento para métodos de análisis para la determinación de residuos de plaguicidas presentadas por El Salvador, la Unión Europea, Kenya y la Unión Africana**

#### El Salvador

Apoyamos el desarrollo del Anteproyecto presentado por el Grupo de trabajo electrónico liderado por los Estados Unidos de América. La elaboración de estas directrices facilitará la selección de métodos de análisis para las diferentes matrices utilizadas por cada país y a la vez reforzar los criterios técnicos para la selección de métodos apropiados y aplicación de directrices que reduzcan barreras comerciales.

#### Unión Europea

La Unión Europea desea presentar las observaciones siguientes:

La UE no apoya el avance del documento en su estado actual y por tanto está a favor de que se restablezca el grupo de trabajo por medios electrónicos. En general, propone que se reestructure el documento, se reformulen las definiciones y se eliminen las redundancias.

Dado que en el texto del documento se mencionan también los pienso(s) (página 2, definición de LMR y página 3, punto 1 del ámbito de aplicación) se debería incorporar también en el título (alimentos y piensos).

Pese a que el documento se concentra en los residuos de plaguicidas en los alimentos, en algunas partes del documento se hacen referencias o hay ejemplos de campos analíticos distintos a los residuos de plaguicidas. Por ejemplo: el uso de LC-DAD (página 10, Cuadro 4), la referencia al suelo (página 6, punto 10.1), la referencia a inhibición del crecimiento microbiológico (página 7, párrafo 12), "arsénico total" (página 4, punto 10.a) o amoniaco (página 4, punto 10.b).

La definición de "Determinación" (página 2) se podría borrar porque no concuerda en todos los casos con el uso de esta palabra en el texto. La palabra determinación se utiliza también en el título del documento pero probablemente con un significado diferente al utilizado en "definiciones".

La definición de "Límite de detección" (página 2) incluye el concepto de "error beta" que se utiliza más bien en el campo de medicamentos veterinarios pero no en el campo de los residuos de plaguicidas.

El párrafo 10 (puntos A-M, páginas 4-7) está basado en las "Directrices armonizadas de la UIQPA para la validación interna de los métodos de análisis". Esta sección debería armonizarse con las directrices específicas de las demás secciones.

En el párrafo 10.a "Aplicabilidad" (página 4) se debería mencionar también una lista de grupos de productos y productos representativos.

Con respecto a "Calibración y linealidad" (párrafo 10.c, página 4), el proyecto de directriz debería considerar también modelos de calibración distintos a los lineales. Además la EUMS es de la opinión que la calibración multinivel debería tener tres o más niveles<sup>1</sup>.

"Límite de cuantificación" (párrafo 10.h, página 6) debería definirse como la señal o valor de medición con que se obtienen estimaciones que tienen una desviación estándar relativa (DER) especificada, normalmente del 10% (o el 6%). Se propone incluir esta definición bajo la sección de "Definiciones" (página 2). La formulación de "Límite de determinación" se debería suprimir del texto.

Para la "Reproducibilidad interlaboratorios" (párrafo 17, página 8) se propone un criterio  $\leq 20\%$ .

Con respecto a "Criterios sobre la recuperación y precisión media para matrices planta-animal" (Cuadro 1, página 9), la EUMS sugiere que se utilicen los criterios que se definen en las directrices de la UE SANCO/12571/2013 G5.

<sup>1</sup> Directrices de la UE SANCO/12571/2013 C17.

*"Tanto en la fase de validación inicial como ampliada se debe demostrar que un método analítico cuantitativo es capaz de proporcionar valores de la recuperación media aceptables en cada nivel de adición y al menos para un producto representativo de cada grupo pertinente (véase el Anexo 1). Recuperaciones medias aceptables son las que se encuentran dentro de la escala del 70-120% con una repetibilidad asociada  $RSDr \leq 20\%$  para todos los compuestos dentro del ámbito de aplicación de un método. El método de LDC es el nivel de adición más bajo de la validación que reúne estos criterios de aceptabilidad de funcionamiento del método. En algunos casos y normalmente con métodos multiresiduos, pueden aceptarse recuperaciones fuera de esa escala. De manera excepcional, cuando la recuperación es baja pero es compatible (es decir demuestra buena precisión) y la base de ello está bien establecida (p.ej., debido a la distribución de analitos en una etapa de particionamiento), puede ser aceptable una recuperación promedio inferior al 70%. No obstante, se debe utilizar un método con más precisión, si es posible. La reproducibilidad interlaboratorios ( $RSDwR$ ) que se puede determinar en un control de calidad en curso de datos de análisis sistemáticos, debe ser  $\leq 20\%$ , excluyendo toda contribución debido a heterogeneidad de la muestra."*

Con respecto a los criterios de identificación que se deben cumplir a efectos reglamentarios en el caso de la cromatografía-MS/MS, el tiempo de retención del pico del analito detectado debe estar en 0,1 min del pico de la solución estándar de referencia del analito analizado al mismo tiempo (párrafo 23, página 9), pero en el párrafo 27 de la página 10 el criterio es diferente: "El tiempo de retención del analito en el extracto se corresponderá con el de la solución estándar de calibración (puede ser necesario que se ajuste a la matriz) con una tolerancia de  $\pm 0,2$  min, tanto para cromatografía de gases como para cromatografía líquida". La EUMS apoya una tolerancia de 0,2 minutos.<sup>2</sup>

Los valores de las tolerancias de los ratios de iones de las transiciones iónicas dados en el Cuadro 3 difieren de los del párrafo 23, página 9: "los ratios de las zonas de pico de cada transición iónica deben corresponderse con los ratios de la(s) solución(es) estándar de referencia en el 10% absoluto aproximadamente para una transición o en el 20% absoluto aproximadamente para dos transiciones." La EUMS apoya los valores dados en el Cuadro 3.<sup>3</sup>

El párrafo 29 (página 10) no es pertinente para el apartado "Características de rendimiento de los métodos de confirmación".

Se propone suprimir el Cuadro 4 (página 10) porque contradice la información en el texto sobre los métodos de confirmación.

Sería conveniente añadir al documento un párrafo sobre la estabilidad de las soluciones.

## Kenya

### Definición

#### G. LÍMITE DE DETECCIÓN (LOD)

##### Observación

Hemos observado que la abreviatura (LOD) no refleja la palabra "límite de detección" y tiene un significado diferente. Proponemos que se utilice la palabra LOD y eliminar la palabra límite de detección [DL]

En sentido general, el LOD es la menor cantidad o concentración de analito presente en la muestra de ensayo que se puede distinguir de cero de forma fiable. En sistemas de análisis en los que el intervalo de validación no incluye ni se aproxima al límite de detección, no es necesario incluir dicho límite en la validación.

#### H. LÍMITE DE DETERMINACIÓN O LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN (LDC)

##### Observación:

Los dos son diferentes y deberían separarse; la definición debería concordar con el documento de directrices SANCO/12571/2013.

Es necesario distinguir el límite de detección del límite de determinación y límite de cuantificación.

## Unión Africana

**Posición:** La Unión Africana está de acuerdo con las directrices propuestas sobre criterios de rendimiento específicos para métodos de análisis para la determinación de residuos de plaguicidas, dado que las observaciones propuestas se han incorporado en el proyecto (referencias de SANCO/12571/2013). Sin embargo, a la Unión Africana le gustaría proponer también que se preste atención al avance del trabajo del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis (CCMAS) en el desarrollo de las directrices sobre los criterios de rendimiento para métodos de análisis.

**Razón:** Este documento es muy importante y reúne todos los requisitos de los criterios de rendimiento. Sin embargo, se debe armonizar con el documento de directrices sobre criterios de rendimiento que está desarrollando el CCMAS.

<sup>2</sup> Directrices de la UE SANCO/12571/2013 D2.

<sup>3</sup> Directrices de la UE SANCO/12571/2013 D9.