

# COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS



Organización de las Naciones  
Unidas para la Alimentación  
y la Agricultura



Organización  
Mundial de la Salud

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma, Italia - Tel: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org) - [www.codexalimentarius.org](http://www.codexalimentarius.org)

Tema 8 del programa

CX/PR 15/47/10  
Febrero de 2015

## PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

### COMITÉ DEL CODEX SOBRE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

47.ª reunión

Beijing, República Popular China, 13-18 de abril de 2015

### ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES SOBRE CRITERIOS DE RENDIMIENTO PARA MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LA DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

(Preparado por el Grupo de trabajo electrónico liderado por los Estados Unidos de América y copresidido por China y la India)

(EN EL TRÁMITE 4)

Se invita a los miembros y observadores del Codex que deseen presentar observaciones en el **Trámite 3** sobre este documento (**véase el Apéndice I**), incluyendo posibles consecuencias para sus intereses económicos, a que las presenten de conformidad con el *Procedimiento uniforme para la elaboración de normas del Codex y textos afines* (Manual de Procedimiento de la Comisión del Codex Alimentarius) antes del **20 de marzo de 2015**. Las observaciones se dirigirán:

a:

Mrs. Lifang DUAN  
Institute for the Control of Agrochemicals  
Ministry of Agriculture  
Room 906, No. 18 building  
Maizidian Street, Chaoyang District,  
Beijing, 100125, P.R. China  
correo electrónico: [ccpr@agri.gov.cn](mailto:ccpr@agri.gov.cn)

con copia al:

Secretario, Comisión del Codex Alimentarius,  
Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas  
Alimentarias,  
Viale delle Terme di Caracalla,  
00153 Roma, Italia  
correo electrónico: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org)

## INFORMACIÓN GENERAL

1. En la 46.ª reunión del Comité sobre Residuos de Plaguicidas (mayo de 2014), el Comité señaló que seguía siendo necesario realizar un trabajo adicional en algunas áreas del documento y acordó volver a establecer al grupo de trabajo electrónico (GTe) para revisar ulteriormente las **Directrices sobre criterios de rendimiento para métodos de análisis para la determinación de residuos de plaguicidas** teniendo en cuenta documentos pertinentes del Comité sobre Residuos de Medicamentos Veterinarios en los Alimentos (CCRVDF) y el Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (CCMAS). Este GTe iba a estar presidido por los Estados Unidos de América y copresidido por China y la India.<sup>1</sup>

2. El 1 de septiembre de 2014, la Secretaría del Codex envió un correo electrónico a todos los países miembros para que proporcionaran los nombres de los participantes del GTe. A raíz de ello, aproximadamente 50 representantes de 25 países participaron activamente en dos rondas de examen que dieron lugar al documento final aquí presentado. La lista de participantes se encuentra en el Apéndice II.

<sup>1</sup> REP14/CF, párrs. 153-154.

3. Los objetivos eran proporcionar a la comunidad del Codex un documento de directrices en que se expongan los métodos y criterios de rendimiento de la prueba de análisis multiresiduos para residuos de plaguicidas en los alimentos. En el plano internacional hay muchos documentos bien escritos y completos disponibles sobre metodologías para la prueba analítica de residuos de plaguicidas y medicamentos veterinarios de ISO, IUPAC, CODEX, FAO, SANCO y varias agencias gubernamentales de Estados Unidos (EPA, FDA, USDA, etc.). Este documento de directrices fue redactado por el Codex para proporcionar un marco aceptado en el contexto internacional, basado en las normas ISO y de IUPAC, en lugar de aplicar protocolos escritos a normas de un país o región individual. Estas directrices son una visión general para que los países individuales puedan tener flexibilidad, a la vez que se siguen y mantienen las más altas pautas de integridad científica.

4. Las **Directrices sobre criterios de rendimiento específicos para los métodos de análisis para la determinación de residuos de plaguicidas en los alimentos** (CCPR 47) del CODEX presentadas tienen en cuenta que no todos los países suscriptores poseen los mismos recursos económicos, laboratorios analíticos o infraestructura científica. Las observaciones presentadas al grupo de trabajo por todos los países miembros (incluidas las observaciones en respuesta a la circular CL 2014/16-PR, parte B) han sido examinadas detenidamente y consideradas en esta versión final para que este documento pueda ser pertinente en las condiciones internacionales actuales de los laboratorios en todos los países adscritos al CODEX. Se han analizado las observaciones a documentos específicos de países o regiones, pero las referencias y citas preferenciales de metodologías se han asignado a documentos del CODEX, ISO o IUPAC, cuando ha sido procedente y estaban disponibles. El GTe también ha examinado las salvedades que aquejan a la traducción técnica en tantos idiomas diferentes, que pueden dar lugar a sutiles diferencias semánticas y pueden provocar discrepancias importantes para la interpretación de los resultados analíticos. Dado que la interpretación de los resultados es fundamental para el comercio internacional porque los errores de interpretación perturban el comercio y ocasionan pérdidas económicas, en estas directrices se citan otros documentos para ayudar a sustentar este marco.

5. El GTe desea expresar su agradecimiento a todos los miembros que presentaron observaciones; esas perspectivas y modificaciones han sido muy valoradas y apreciadas, y han contribuido a elaborar un documento final más completo y de mayor calidad.

**APÉNDICE I****ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES SOBRE CRITERIOS DE RENDIMIENTO ESPECÍFICOS PARA MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LA DETERMINACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS EN LOS ALIMENTOS****ÍNDICE**

	Párrafos
Finalidad	1
Ámbito de aplicación	2-3
Determinación de los requisitos de los métodos	4-6
Aplicación de otras directrices de la Comisión del Codex Alimentarius	7-8
Validación del método	9
Resumen de los parámetros de rendimiento que se caractericen y definan para métodos analíticos	10-33
Características de rendimiento de los métodos de diagnóstico	34-36
Características de rendimiento de los métodos cuantitativos	37-43
Características de rendimiento de los métodos para identificación de analitos	44-52
Definiciones	Apéndice I
Referencias	Apéndice II

**FINALIDAD**

1. La finalidad de este documento de directrices es describir los criterios de rendimiento de los métodos para analizar residuos de plaguicidas en los alimentos. Aborda las características/parámetros para ofrecer una confianza científicamente aceptable en los métodos analíticos para obtener resultados exactos y precisos, y evaluar con seguridad residuos de plaguicidas para supervisión nacional o bien el comercio internacional.

**ÁMBITO DE APLICACIÓN**

2. Este documento es aplicable a métodos individuales y métodos multiresiduos (MRM) para analizar los compuestos seleccionados en productos alimenticios, así como residuos de plaguicidas generales y/o sus metabolitos y degradados en los productos alimenticios, según la definición de residuo.
3. En este documento un MRM se define como un método capaz de determinar tres o más analitos de la misma clase química o de más de una clase de plaguicidas. Estas directrices tratan los análisis cualitativos (cribado, identificación, confirmación) y análisis cuantitativos, cada uno de los cuales tienen sus propios requisitos específicos con respecto al rendimiento del método. Para fines cualitativos, la validación del método conlleva el análisis de cada una de  $\geq 20$  diversas matrices testigo y matrices adicionadas al nivel de información para evaluar mínimamente las tasas de falsos positivos y negativos.

**PRINCIPIOS PARA LA SELECCIÓN Y VALIDACIÓN DE MÉTODOS****Determinación de los requisitos de los métodos**

4. La finalidad del método se define normalmente en una exposición de su ámbito de aplicación en que se determinan los analitos (residuos), las matrices y el intervalo de concentración. También indica si el método es para diagnóstico, cuantitación, identificación y/o confirmación de analitos.
5. El LMR se expresa en función de la "definición de residuo", que puede incluir el compuesto original, un metabolito principal, una suma de compuestos originales y/o metabolitos, o un producto de reacción formado a partir de los residuos durante el análisis. Lo ideal es que los métodos analíticos para residuos puedan medir todos los componentes de la definición de residuo.
6. La selección de los métodos se expone en ENV/JM/MOMO (2007), "Documento de directrices de la OCDE sobre métodos de análisis de residuos de plaguicidas".

### Aplicación de otras directrices de la Comisión del Codex Alimentarius

7. La Comisión del Codex Alimentarius (CAC) ha publicado unas directrices para laboratorios que participan en el análisis de la importación/exportación de alimentos que recomiendan que esos laboratorios:
  - a. deben utilizar procedimientos de control interno de calidad, como los que se describen en las "Directrices armonizadas sobre el control interno de la calidad en laboratorios de química analítica";
  - b. deben participar en programas de ensayos de aptitud apropiados para el análisis de alimentos que confirman el requisito establecido en el "Protocolo armonizado internacional para ensayos de aptitud de laboratorios analíticos (químicos)";
  - c. deben cumplir con los criterios generales para laboratorios encargados de ensayos que se presentan en la Guía ISO/IEC 17025:2005 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo", y
  - d. siempre que estén disponibles, deben utilizar métodos que han sido validados según principios establecidos por la CAC.
8. Los métodos se utilizarán en el marco del Sistema de gestión de calidad en los laboratorios, reconocido y aprobado, y de aceptación internacional, siguiendo una directriz como la Norma ISO/IEC 17025, para que sean consistentes con los principios del documento para evaluación de la calidad (QA) y control de la calidad (QC), citado anteriormente. El rendimiento en curso debe ser supervisado a través del Sistema de gestión de calidad disponible en el laboratorio.

### Validación del método

9. El proceso de validación del método tiene la finalidad de demostrar que un método es *apto para su uso*. Esto significa que si un analista bien preparado realiza un ensayo, mediante el uso del equipo y los materiales especificados y siguiendo los procedimientos descritos en el método, se pueden obtener resultados precisos y compatibles dentro de los límites estadísticos especificados para el análisis de una muestra. La validación debe especificar el analito (identidad y concentración), explicar los efectos de la matriz, proporcionar una caracterización estadística de los resultados de recuperación e indicar si las tasas de falsos positivos y falsos negativos son mínimamente aceptables. Cuando se sigue el protocolo del método utilizando pautas analíticas adecuadas, un analista capacitado debe obtener resultados dentro de los límites de rendimiento establecidos sobre el mismo material de muestra o equivalente en cualquier laboratorio de control de residuos experimentado. Para asegurar que la validación del método sigue siendo apropiada con el paso del tiempo, el método debe evaluarse continuamente utilizando ensayos sistemáticos de aptitud y muestras de control de calidad apropiadas.

### RESUMEN DE LOS PARÁMETROS DE RENDIMIENTO QUE SE CARACTERICEN Y DEFINAN PARA MÉTODOS ANALÍTICOS

10. Los requisitos generales para las características de rendimiento individuales de un método se resumen a continuación a partir de las "Directrices armonizadas para la validación de métodos de análisis por laboratorios individuales" de IUPAC.

### A. APLICABILIDAD

11. La documentación del análisis que se elabora tras la validación debe proporcionar, además de las especificaciones de funcionamiento, la siguiente información:
  - a. la identidad del analito, incluida la especiación cuando sea necesario (por ejemplo, "cipermetrina, malation, etc.");
  - b. el intervalo de concentración que abarca la validación (por ejemplo, "0,01-10 mg/kg");
  - c. especificación de la gama de matrices del material de ensayo que cubre la validación (por ejemplo, "hortalizas cucurbitáceas, raíces, cítricos, etc.");
  - d. un protocolo con la descripción de los equipos, reactivos, procedimiento (con la variación admisible en las instrucciones especificadas, por ejemplo: "calentar a  $100 \pm 5$  °C durante  $30 \pm 5$  min"), procedimientos de calibración y control de la calidad, las medidas especiales de seguridad que sean necesarias, la aplicación a que se destina y sus requisitos críticos en cuanto a incertidumbre;
  - e. Para muchos fines no es necesario calcular formalmente la incertidumbre de medición (MU), y
  - f. y si se requiere, se documentará un resultado cuantitativo junto con la MU expandida del modo siguiente: resultado =  $x \pm U$  (unidades), donde x representa el valor medido.

## B. SELECTIVIDAD

12. Lo ideal debe ser evaluar la selectividad para demostrar que no hay interferencias que afectan negativamente al análisis. Es particularmente importante comprobar los interferentes habituales en las principales sustancias químicas, que probablemente responden al ensayo. Puede ser que en la práctica no sea posible tener en cuenta o ensayar todos los posibles interferentes; en tal caso se recomienda comprobar los interferentes que pueden ser más habituales. Para estimar mínimamente las tasas de falsos positivos y negativos durante la validación del método, analizar cada una de  $\geq 20$  diversas matrices testigo (que no sean de la misma fuente) y matrices adicionadas al nivel de información del analito (por ejemplo, el 50% del LMR). Para los métodos de identificación (véase el párr. 46) no se permiten falsos positivos y los falsos negativos deben ser  $\leq 5\%$ . Las validaciones de los métodos de diagnóstico (análisis de presencia/ausencia) se exponen en los párrafos 34 a 36. Por regla general, la selectividad debe ser suficientemente buena para que las posibles interferencias sean intrascendentes. En muchos tipos de análisis, la selectividad es esencialmente una evaluación cualitativa basada en el significado de los ensayos de interferencia adecuados.

## C. CALIBRACIÓN Y LINEALIDAD

13. Exceptuando los errores graves que pudieran producirse en la preparación de los materiales de calibración, los errores de calibración representan habitualmente (aunque no siempre) un componente menor de la incertidumbre total y se pueden asignar sin riesgo a otras categorías. Por ejemplo, los errores aleatorios producto de la calibración son parte del sesgo de la serie que se evalúa de forma global, mientras que los errores sistemáticos de la misma fuente pueden parecer sesgo del laboratorio, que también se evalúa de forma global. No obstante, es útil conocer algunas de las características de la calibración al comienzo de la validación de un método porque afectan a la estrategia para el desarrollo óptimo del procedimiento. En esta clase se encuentran cuestiones como: si la función de calibración a) es lineal, b) pasa por el origen, y c) no se ve afectada por la matriz del material de ensayo. Los procedimientos que se describen aquí se refieren a estudios relativos a la calibración en la validación, que son por necesidad más complicados que los relativos a la calibración realizada durante los análisis sistemáticos.
14. En general, se recomienda el uso de regresión ponderada lineal o función cuadrática ponderada en lugar de simplemente regresión lineal para la determinación del nivel bajo de concentración en partes por billón ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ).

## D. LINEALIDAD E INTERCEPCIÓN

15. La linealidad se puede analizar examinando una representación gráfica de los residuos obtenidos por la regresión lineal de las respuestas a las concentraciones en un conjunto de calibración adecuado. Una línea curva indica una posible *falta de ajuste* debido a que la función de calibración no es lineal. En ese caso se deben probar y aplicar otras funciones como la cuadrática. A pesar de que actualmente el coeficiente de correlación se utiliza de forma generalizada como un indicador de la calidad del ajuste, su uso para comprobar la linealidad es engañoso e inadecuado y no debe utilizarse para este fin.
16. Si no existe una estimación independiente del error puro, se debe estimar mediante mediciones repetidas. A falta de directrices específicas, se deben aplicar las siguientes (para la calibración lineal de una variable):
  - a. se debe disponer de al menos seis soluciones estándar de calibración;
  - b. las soluciones estándar de calibración se deben distribuir de forma regular en el intervalo de concentraciones de interés;
  - c. el intervalo debe abarcar del 0 al 150 % o del 50 al 150 % de la concentración probable, según cuál de los dos intervalos sea más adecuado, y
  - d. las soluciones estándar de calibración se deben analizar al menos por duplicado y preferentemente por triplicado o más veces por orden aleatorio, en toda la secuencia.
17. El valor de la intercepción debe ser lo más cercano posible a cero [por ejemplo, menos del 20% de la solución estándar de calibración más baja] para evitar errores en el cálculo de las concentraciones de la muestra en los niveles bajos de residuos.

## E. ENSAYO DEL EFECTO GENERAL DE LA MATRIZ

18. La calibración ajustada a la matriz se utiliza comúnmente para compensar efectos de la matriz. Para la calibración deben utilizarse extractos de matriz testigo, preferiblemente del mismo tipo que la muestra. Un modelo práctico alternativo para compensar los efectos de la matriz en el análisis con cromatografía de gases (GC) es la utilización de protectores de analitos que se añaden tanto a los extractos de la muestra como a las soluciones de calibración a fin de uniformar la respuesta de los plaguicidas en los calibradores disolventes y extractos de la muestra. La forma más efectiva de compensar los efectos de la matriz es utilizar la adición de solución estándar o utilizar soluciones estándar internas (IS) marcadas isotópicamente. Si se utiliza la calibración estándar, se puede realizar un ensayo del efecto general de la matriz aplicando el método de adiciones de analito a una solución de ensayo derivada de un material de ensayo típico. El ensayo debe realizarse de tal forma que se obtenga la misma dilución final que con el procedimiento normal y las adiciones deben abarcar el mismo intervalo que la validación de la calibración definida por el procedimiento. Si la calibración es lineal, se pueden comparar las pendientes de la función de calibración habitual con la representación gráfica de las adiciones de analitos para determinar si existe una diferencia significativa. Si la diferencia no es significativa, no existe un efecto general de la matriz detectable. Si la calibración no es lineal, la prueba de significación deberá basarse en un método más complejo, pero habitualmente basta una comparación visual a concentraciones iguales. Si el resultado de esta prueba no es significativo, indicará a menudo que tampoco existe un efecto de variación de la matriz. Si se desea, puede medirse la extractabilidad total comparando el MRM con el método oficial proporcionado por los registradores.

## F. VERACIDAD Y RECUPERACIÓN

19. La veracidad es la exactitud en la conformidad entre el resultado de un ensayo y el valor de referencia aceptado de la propiedad objeto de medición. La veracidad se expresa en términos cuantitativos como "sesgo"; cuanto menor es el sesgo, mayor es la veracidad. Típicamente, el sesgo se determina comparando la respuesta obtenida aplicando el método a un material de referencia con el valor asignado conocido del material. Se recomienda realizar una prueba de significación. Cuando la incertidumbre del valor de referencia no es insignificante, la evaluación de los resultados debe tener en cuenta dicha incertidumbre además de la variabilidad estadística.
20. Recuperación se refiere a la proporción de analito restante en el momento de la determinación final, tras su adición (generalmente a una muestra testigo) inmediatamente antes de la extracción, generalmente expresada como un porcentaje. Recuperación de rutina se refiere a la(s) determinación(es) realizada(s) con el análisis de cada lote de muestras.

## G. PRECISIÓN

21. La precisión es la exactitud en la conformidad entre resultados de ensayos independientes obtenidos en condiciones estipuladas. Habitualmente se expresa como desviación estándar o como desviación estándar relativa. La distinción entre precisión y sesgo es fundamental, pero depende del nivel en el que se contempla el sistema de análisis. Así, desde el punto de vista de una sola determinación, cualquier desviación que afecte a la calibración de la serie puede considerarse un sesgo. Desde el punto de vista del analista que revisa el trabajo de un año, el sesgo del proceso analítico será diferente cada día y actuará como variable aleatoria con una precisión asociada, incorporando cualquier condición estipulada para la estimación de esta precisión.
22. Para la validación por un solo laboratorio se deben tener en cuenta dos tipos de condiciones: (a) la repetitividad, que es la variabilidad de las mediciones dentro de la misma secuencia analítica, y (b) la reproducibilidad, que es la variabilidad de los resultados entre múltiples tipos de muestras. Es importante que los valores de precisión sean representativos de las condiciones de ensayo probables. En primer lugar, la variación de las condiciones entre las series debe ser representativa de lo que ocurriría normalmente en el laboratorio en la aplicación sistemática del método. Por ejemplo, las variaciones de los lotes de reactivos, analistas e instrumentos deben ser representativas. En segundo lugar, la matriz y (preferiblemente) el tamaño de partículas del material de ensayo utilizado deben ser típicos de los materiales que se encontrarán probablemente en la aplicación sistemática.
23. Frecuentemente, la precisión varía en función de la concentración del analito. Habitualmente se aceptan las siguientes hipótesis: que i) la precisión no cambia en función de la concentración del analito, o ii) que la desviación estándar es proporcional a la concentración del analito o es linealmente dependiente de la misma. Ambas hipótesis deben comprobarse si se espera que la concentración del analito varíe de forma sustancial (por ejemplo, en más de un 30% aproximadamente con respecto a su valor central).

24. Pueden obtenerse datos de precisión de una gran variedad de tipos de condiciones diferentes además de los mínimos de condiciones de repetitividad y entre procesos analíticos indicados aquí, y puede ser conveniente obtener información adicional. Por ejemplo, para la evaluación de los resultados o para mejorar la medición, puede ser útil disponer de estimaciones independientes de los efectos del operador y del proceso analítico, de los efectos interdiarios o intradiarios o tener una indicación de la precisión que se puede alcanzar utilizando un instrumento o varios. Se dispone de diversos diseños y técnicas de análisis estadísticos diferentes y es muy recomendable prestar atención al diseño experimental en todos los estudios de este tipo. La validación inicial debe realizarse en el límite objetivo de cuantificación (LOQ) o límite de información del método, y al menos otro nivel superior, por ejemplo, 2-10x el LOQ específico o el LMR.

## H. INTERVALO ANALÍTICO

25. El intervalo validado es el intervalo de concentración de analito en el cual el método se puede considerar validado. Es importante comprender que este intervalo no es necesariamente idéntico al intervalo útil de la calibración. La calibración puede abarcar un intervalo de concentraciones amplio, pero el resto de la validación (habitualmente una parte mucho más importante en términos de la incertidumbre) abarcará un intervalo más reducido. En la práctica, la mayoría de los métodos se validan al menos a dos niveles de concentración. El intervalo validado se puede establecer mediante una extrapolación razonable de estos puntos en el intervalo de concentraciones. El nivel más bajo debe estar en o por debajo de los actuales límites máximos de residuos (LMR) establecidos por la Comisión del Codex Alimentarius (CXL) y el nivel de validación debe cubrir el CXL existente, o cuando no exista un CXL, el nivel más bajo que establezca una autoridad nacional de reglamentación (LMR).

## I. LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN (LOQ)

26. La definición aceptada comúnmente de LOQ es la concentración a la que la relación señal/ruido es 10. Esto refleja el 95% de confianza (19 de un total de 20 veces) que se determinará un analito a esa concentración. El LOQ es normalmente sólo una estimación, porque la determinación del LOQ preciso requiere muchos análisis de muestras adicionales y matrices testigo para determinar con precisión la señal/ruido, que suele ser un ejercicio infructuoso porque el LOQ cambia de día a día en función del estado del instrumento. Algunas pautas de validación requieren que el LOQ sea verificado para satisfacer los criterios de rendimiento del método a través de experimentos de adición en el LOQ, pero un mejor término para el uso de este concepto es el nivel más bajo validado (LVL). Además, no debe hacerse cuantificación de analitos por debajo del nivel calibrado más bajo (LCL) en la misma secuencia analítica. La relación señal/ruido (S/R) en el LCL debe ser  $\geq 10$  (conc.  $\geq$  LOQ), que se puede configurar como una comprobación de idoneidad del sistema necesaria para cada secuencia analítica. Se puede incluir también una matriz adicional de control de calidad en cada secuencia para verificar que se logra el límite de información en el análisis (un nivel de acción es típicamente mayor que el LCL). En esencia, el punto de la validación no es para determinar el LOQ, sino para demostrar que la concentración más baja comunicada que se ajusta a la necesidad de análisis será igual o mayor que el LOQ.
27. Es preferible tratar de expresar la incertidumbre de medición en función de la concentración y comparar esta función con un criterio de aptitud para los fines acordados entre el laboratorio y el cliente o usuario final de los datos.

## J. SENSIBILIDAD

28. La sensibilidad de un método es el gradiente de la función de calibración. Como es habitualmente arbitraria y depende de los ajustes instrumentales, no es útil en la validación. (No obstante, puede ser útil en procedimientos de garantía de la calidad, para comprobar si el funcionamiento de un instrumento es constante y satisfactorio.)

## K. ROBUSTEZ

29. La robustez de un método de análisis es la resistencia al cambio de los resultados obtenidos mediante un método de análisis cuando se realizan pequeñas modificaciones de las condiciones experimentales descritas en el procedimiento. En el protocolo del método se deben formular los límites de los parámetros experimentales (aunque no siempre se ha hecho así en el pasado), y estas desviaciones admisibles no deben producir, por separado o combinadas, ningún cambio significativo en los resultados obtenidos. (En este contexto se entiende por "cambio significativo" aquel que haría que el método no se pudiera aplicar respetando los límites de incertidumbre acordados que definen la *aptitud para los fines*.) Se debe identificar qué aspectos del método pueden afectar a los resultados y se debe evaluar su influencia en el funcionamiento del método mediante pruebas de robustez.

30. Algunos de los factores que pueden ser objeto de ensayo de robustez son: cambios en los instrumentos, el analista o la marca de reactivo; concentración de un reactivo; pH de una solución; temperatura de una reacción; tiempo que se deja transcurrir antes de dar por terminado un proceso y/u otros factores pertinentes.

#### L. APTITUD PARA LOS FINES

31. La *aptitud para los fines* es la medida en que el funcionamiento de un método describe las necesidades del usuario final y el grado de correspondencia con los criterios acordados entre el analista y el usuario final de los datos. Por ejemplo, la magnitud de los errores en los datos no debe ser tal que dé lugar a decisiones equivocadas con una frecuencia mayor que la definida por una probabilidad pequeña establecida, pero los errores no deben ser tan pequeños que supongan un gasto innecesario para el usuario final. Los criterios de *aptitud para los fines* se pueden basar en algunas de las características aquí descritas, pero en último término se expresarán como incertidumbre combinada aceptable.

#### M. INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN

32. El sistema formal de estimación de la incertidumbre de la medición es una estimación calculada mediante una ecuación o modelo matemático, en torno al cual se puede esperar que el valor real se encuentre dentro de un nivel definido de probabilidad. Los procedimientos descritos en la validación de métodos tienen por objeto asegurar que la ecuación utilizada para estimar el resultado, en la que se tienen debidamente en cuenta errores aleatorios de todo tipo, es una expresión válida que comprende todos los efectos reconocidos y significativos sobre el resultado. En CAC/GL 59-2006 se ofrecen "Directrices sobre la Estimación de la Incertidumbre de los Resultados".

#### CARACTERÍSTICAS DE RENDIMIENTO DE LOS MÉTODOS DE DIAGNÓSTICO

33. Los métodos de diagnóstico son habitualmente de carácter cualitativo o semicuantitativo y tienen como objetivo distinguir las muestras que contienen residuos no detectables por encima de un valor umbral ("negativas") de aquellas que puedan contener residuos que sobrepasen ese valor ("positivas indicadas"). La estrategia de validación, por tanto, se concentra en el establecimiento de una concentración umbral por encima de la cual los resultados son "potencialmente positivos", la determinación de un índice estadísticamente fundamentado para resultados tanto "falsos positivos" como "falsos negativos", la evaluación de interferencias y el establecimiento de las condiciones de uso adecuadas. Los métodos de diagnóstico se deben comprobar en cuanto a selectividad y sensibilidad. Pueden basarse en equipos de ensayo y su selectividad se puede aumentar si se utiliza un sistema de detección después de las técnicas de cromatografía u otras técnicas de separación. Otra modalidad es utilizar métodos de diagnóstico que incluyan sistemas de detección basados en espectrometría de masas (MS), que son muy selectivos. Estos métodos brindan a los laboratorios medios rentables para ampliar su ámbito analítico a analitos con una baja probabilidad de que se encuentren en las muestras. Se deben seguir analizando los analitos que se dan con mayor frecuencia y medirse utilizando métodos multiresiduos (MRM) cuantitativos validados.
34. La selectividad de los métodos de diagnóstico debe ser adecuada y tiene que poder distinguir la presencia del compuesto seleccionado, o grupos de compuestos, de otras sustancias que puede tener el material de muestra. Normalmente la selectividad de los métodos de diagnóstico no es tan grande como la de un método cuantitativo. Es frecuente que los métodos de diagnóstico se aprovechen de una característica estructural común a un grupo o clase de compuestos y pueden estar fundamentados en la inhibición del crecimiento microbiológico, inmunoensayos o respuestas cromógenas que pueden no identificar de forma inconfundible un compuesto. Las técnicas de espectrometría de masas se utilizan también para selección. La selectividad de un método de diagnóstico puede aumentarse cuando se utiliza como un sistema de detección después de la técnica de cromatografía u otra técnica de separación.
35. La validación de un método de diagnóstico basada en un límite de detección de selección (SDL) se puede concentrar en la detectabilidad. Para cada grupo de productos, una validación mínima debe consistir en analizar al menos 20 muestras adicionales en un límite de detección de selección (SDL) estimado. Las muestras y al menos 20 matrices testigo de fuentes diferentes (más duplicados de mayor diversidad proporcionan mejor validación) del grupo de productos, con un mínimo de dos muestras diferentes para cada categoría de productos deben ser representativas del ámbito de aplicación deseado del laboratorio. Datos adicionales de validación se pueden tomar de los datos del control de calidad analítica en curso y la verificación del rendimiento del método durante análisis sistemáticos. El SDL del método de diagnóstico cualitativo es la concentración más baja en la cual se ha detectado un analito (que no reúna necesariamente los criterios de identificación de MS) en el 95% de las muestras al menos (por ejemplo, se acepta un porcentaje del 5% de los falsos negativos).



## CARACTERÍSTICAS DE RENDIMIENTO DE LOS MÉTODOS CUANTITATIVOS

36. La selectividad es de particular importancia en la definición de las características funcionales de los métodos cuantitativos utilizados en los programas de control reglamentario para los residuos de plaguicidas en los alimentos. En una situación ideal, el método debe proporcionar una respuesta señal que esté exenta de interferencias de otros analitos y compuestos de matrices que puedan estar presentes en una muestra o un extracto de la muestra. Los análisis cromatográficos basados en picos que no tienen una buena resolución proporcionan resultados cuantitativos menos fiables. El uso de detectores para elementos específicos o longitudes de onda de detección o detectores selectivos de masas diferentes que pueden distinguir mejor un compuesto o estructura particular, junto con la separación cromatográfica, mejora la selectividad de los métodos cuantitativos.
37. El requisito de recuperación de un intervalo de residuos de plaguicidas en una sola extracción aumenta la posibilidad de selectividad comprometida en los MRM en comparación con los métodos de analitos individuales. La utilización de extracción menos selectiva y procedimientos de limpieza puede dar lugar a mayor coextracción de material de la matriz en el extracto final. La naturaleza y cantidades de tal material coextraído pueden variar considerablemente en base a los aspectos particulares y el método de la muestra individual. Por lo tanto, se debe prestar atención especial al establecer los criterios para la precisión y veracidad de los MRM con el fin de garantizar que la cuantificación no se vea afectada por la interferencia de otros compuestos presentes en la matriz de muestra.
38. Además de la selectividad de un método, se debe demostrar la capacidad del método para proporcionar un resultado cuantitativo que es fiable (es decir, exactitud, véase F pág. 6, y precisión, G pág. 6).
39. Los criterios de aceptabilidad de un método analítico cuantitativo deben demostrar tanto en la fase inicial de validación como de amplia validación, que es capaz de proporcionar valores promedios de recuperación aceptables en cada fase de adición. Se necesita un mínimo de 5 duplicados (para comprobar la recuperación y precisión) en el LOQ seleccionado o límite de información del método, y al menos un nivel más alto adicional, por ejemplo, 2-10x el LOQ seleccionado o el LMR. Cuando la definición de residuo consta de dos o más analitos entonces, cuando sea posible, el método debe validarse para todos los analitos. El método LVL es el nivel de adición más bajo de la validación que reúne estos criterios de aceptabilidad del funcionamiento del método. En algunos casos, y normalmente con métodos MRM, pueden aceptarse recuperaciones fuera de ese intervalo. En situaciones en que 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, si es posible, se debe utilizar un método con más precisión. La reproducibilidad interlaboratorios 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. Las recuperaciones medias aceptables varían entre 70-120% con una RSD  $\leq 20\%$ .
40. La veracidad de un método puede determinarse mediante el análisis de un material de referencia certificado, al comparar los resultados con los obtenidos con otro método para el que los parámetros funcionales han sido rigurosamente establecidos con anterioridad (típicamente, un método de estudio en colaboración) o mediante la determinación de la recuperación de un analito fortificado en un material de muestra testigo conocido. Esta última determinación de la veracidad como recuperación se utiliza frecuentemente en la validación de métodos para residuos de plaguicidas en los alimentos, debido a que tanto los materiales de referencia certificados como los métodos validados por un estudio interlaboratorios frecuentemente no están disponibles. La veracidad de una medición está estrechamente relacionada con el error aleatorio (error de repetitividad o error de reproducibilidad en un laboratorio), el error sistemático (sesgo del método de análisis) y con la recuperación del analito (medida como un porcentaje de recuperación). La recuperación se evaluará sobre las concentraciones que se refieren al intervalo analítico del método. Para la interpretación de recuperaciones es necesario reconocer que es posible que el analito añadido a una muestra no se comporte de la misma manera que el mismo analito dosificado o acumulado biológicamente (residuo de plaguicida). En muchas situaciones, la cantidad de un residuo dosificado o acumulado que es extraído (el producto o la fracción recuperada) es menor que la cantidad total de residuos dosificados o acumulados que se encuentra presente. Esto podría ser el resultado de pérdidas que ocurren durante la extracción, la unión intracelular de los residuos, la presencia de conjugados u otros factores que no son totalmente representados por los experimentos de recuperación realizados con las matrices testigo fortificadas con el analito. A concentraciones relativamente altas se prevé que las recuperaciones analíticas se aproximen a un 100%. A concentraciones menores, particularmente con métodos que incluyan extracción, aislamiento y pasos de concentración considerables, las recuperaciones podrían ser menores.

41. En general, cuando la recuperación media se encuentra dentro del 70-120%, los datos de residuos no tienen que ajustarse. En situaciones en que la recuperación es baja pero es compatible (p.ej., 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, si es posible, se debe utilizar un método con más precisión. Se debe participar en un programa de ensayos de aptitud si existen y son asequibles. Las correcciones de recuperación deben aplicarse siguiendo los criterios establecidos en CAC/GL 37-2001. Es primordial que cuando se documenten todos los datos: a) se indique claramente si se ha aplicado o no una corrección de recuperación, y b) si la corrección de recuperación ha sido aplicada, la magnitud de la corrección y el método mediante el cual se obtuvo. Esto ayudará a realizar la comparabilidad directa de los conjuntos de datos. Las funciones de corrección se fijaran a partir de consideraciones estadísticas adecuadas, serán documentadas, archivadas y estarán disponibles para el cliente.
42. Por lo general, los métodos cuantitativos están fundamentados en una comparación de la respuesta de un analito en una muestra frente a la respuesta de soluciones estándar del analito en solución o en una matriz a concentraciones conocidas. En la elaboración y la validación del método, se debe determinar primero la curva de calibración para evaluar la respuesta del detector a las soluciones estándar en el intervalo de concentraciones de interés analítico. La posible mejora de la matriz o los efectos de supresión de coextractantes de la muestra en el sistema de cromatografía o el sistema de detección de la respuesta se deben abordar con métodos basados en cromatografía de gases (GC) y cromatografía líquida (LC). Cuando sea conveniente, el sistema de detección puede calibrarse utilizando soluciones estándar en una matriz testigo similar a la de la muestra a analizar (soluciones estándar ajustadas a la matriz) lo cual compensa los efectos de la matriz y la interferencia aceptable, si la hay. Un modelo práctico alternativo para compensar los efectos de la matriz en los análisis con GC es la utilización de protectores de analitos que se añaden tanto a los extractos de la muestra como a las soluciones de calibración a fin de uniformar la respuesta de los plaguicidas en los calibradores disolventes y extractos de la muestra. Cuando no se disponga de ningún producto testigo adecuado para la preparación de las soluciones estándar ajustadas a la matriz, la forma más efectiva de compensar los efectos de la matriz es utilizar la adición de solución estándar o utilizar soluciones estándar internas marcadas isotópicamente. El modelo de adición de solución estándar puede compensar efectos de la matriz y también la recuperación del procedimiento analítico pero no supera interferencias cromatográficas. Para obtener resultados precisos utilizando un modelo de adición de soluciones estándar es esencial garantizar una respuesta lineal en el intervalo de concentraciones investigadas.

#### **CARACTERÍSTICAS DE RENDIMIENTO DE LOS MÉTODOS PARA IDENTIFICACIÓN DE ANALITOS Y CONFIRMACIÓN**

43. Generalmente, no es necesario elaborar un método de confirmación aparte cuando el método original está fundamentado en espectrometría de masas o en otra técnica altamente específica. Por el momento, los errores graves (equivocaciones) son la mayor fuente de identificación errónea en los métodos basados en MS. Por esta razón, todas las medidas de aplicación reglamentaria requieren la confirmación del resultado a través de reextracción de una porción de ensayo repetida de la muestra original y reanálisis, utilizando preferiblemente diferentes químicas de preparación y/o análisis de muestras. En las resoluciones normativas pueden estar en juego millones de dólares, relaciones internacionales, reputaciones de empresas y personales, y el laboratorio debe estar seguro de que todos los informes de infracciones de los residuos son correctos y validados.
44. La selectividad es la consideración principal para los métodos de identificación. El método debe ser suficientemente selectivo para proporcionar una identificación unívoca. La espectrometría de masas acoplada a un método de separación cromatográfica es una combinación muy potente para identificar un analito en el extracto de la muestra. Los instrumentos GC-MS y LC-MS (examen completo, modo seleccionado de iones, alta resolución, tandem MS/MS, sistemas híbridos, entre otras técnicas avanzadas) proporcionan muchos parámetros mensurables, como tiempos de retención, forma de los picos cromatográficos, intensidades iónicas y abundancias/ratios relativos, precisiones en masa, y otros aspectos útiles para ayudar a hacer identificaciones de analitos.

#### **Existen múltiples opciones como criterios de identificación adecuados**

45. Tal como se muestra en los Cuadros 1-2, a efectos reglamentarios se deben reunir los siguientes criterios de cromatografía de MS/identificación MS:
  - a. el tiempo de retención del pico del analito detectado debe estar en  $\pm 0,2$  min del pico de la solución estándar de referencia del analito analizado al mismo tiempo;

- b. las distintas transiciones iónicas para el analito se deben coeluir con formas de pico similares;
  - c. los ratios de las zonas de pico de cada transición iónica deben corresponderse con los ratios de la(s) solución(es) estándar dentro de los criterios especificados. Entre las opciones se encuentran el uso de  $\pm 10\%$  absoluto para una transición o el  $\pm 20\%$  absoluto para dos o más transiciones, o seguir los criterios expuestos en el Cuadro 2;
  - d. se debe demostrar que los testigos de reactivo y matriz están exentos de transferencia, contaminación e interferencias superiores a un nivel apreciable;
  - e. los ratios señal/ruido para picos medidos deben ser superiores a 3;
  - f. la señal debe superar el nivel de intensidad umbral en comparación con la señal de una solución estándar de referencia apropiada o de control que abarque el nivel de interés, y
  - g. las transiciones iónicas elegidas a efectos de identificación deben ser razonables química y estructuralmente.
46. Los métodos basados en espectrometría de masas de alta resolución se consideran de mayor fiabilidad debido a mediciones de masas más precisas que las que se pueden obtener utilizando técnicas de espectrometría de masas de baja resolución. Distintos tipos y modelos de detectores de espectrometría de masas proporcionan grados diferentes de selectividad, lo cual guarda relación con la confianza en la identificación. Los requisitos para la identificación se presentan en el **Cuadro 1**. Deben considerarse criterios de referencia para identificación, no criterios absolutos para demostrar la presencia o ausencia de un compuesto.

**Cuadro 1: Requisitos de identificación para distintos tipos de espectrómetros de masas**

Modo de MS	MS individual (resolución de la unidad de masa)	MS individual (alta resolución/alta precisión de masa)	MS/MS
Sistemas típicos (ejemplos)	Cuadrupolar, trampa iónica, el tiempo de vuelo (TOF)	TOF, ión Orbitrap, FTMS, sector magnético	Triple trampa iónica cuadrupolar, MS híbrida (p.ej., Q-TOF, trampa cuadrupolar)
Adquisición	Examen completo, Valor de relación masa/carga limitado (intervalo $m/s$ , seguimiento de iones seleccionados (SIM))	Examen completo, intervalo $m/z$ limitado, seguimiento de iones seleccionados (SIM)	Seguimiento de la reacción seleccionada/múltiple (SRM/MRM), Espectros del examen completo producto-ión
Requisitos de identificación	$\geq 3$ iones de diagnóstico, (que preferiblemente comprendan el ión cuasimolecular)	$\geq 2$ iones de diagnóstico (que preferiblemente comprendan el ión cuasimolecular) Precisión de masa $< 5$ ppm. Un fragmento de ión al menos.	$\geq 2$ iones del producto

47. Las abundancias relativas (intensidades) o ratios de iones selectivos (examen completo MS o SIM) o iones del producto (MS/MS), expresadas como un ratio relativo con respecto al ión (producto) más intenso, deben corresponderse con las de la solución estándar de calibración a concentraciones comparables y medirse bajo las mismas condiciones. Puede ser que sea necesario utilizar soluciones de calibración ajustadas a la matriz. En el Cuadro 2 se indican las tolerancias normalmente aceptables para los ratios iónicos. Las tolerancias que se presentan en el **Cuadro 2** no deben tomarse como límites absolutos y no se recomienda una interpretación automatizada de los datos fundamentada en los criterios sin una interpretación adicional por un analista experimentado.

**Cuadro 2: Tolerancias (estándar) máximas recomendadas para ratios iónicos utilizando distintas técnicas de MS**

Ratio iónico (ión menos/más intenso)	Tolerancia máxima (relativa) para GC-EI-MS	Tolerancia máxima (relativa) para LC-MS <sup>n</sup> , LC-MS, GC-MS <sup>n</sup> , GC-CI-MS
0,5-1,0	±10%	±30%
0,2-0,5	±15%	±30%
0,1-0,2	±20%	±30%
<0.10	±50%	±30%

48. Se proporciona fiabilidad adicional con la utilización de espectrómetros de masas de alta resolución (o detección utilizando espectrómetros con alto poder de resolución, normalmente > 20 000 anchura a media altura (FWHM) que ofrecen identificación más exacta de la masa y se pueden utilizar para pronosticar la composición elemental de cada fragmento). Además, se debe medir al menos un ión diagnóstico para eliminar la posibilidad de fragmentos de la misma masa procedentes de compuestos isobáricos de estructura similar.
49. El tiempo mínimo de retención aceptable para el (los) analito(s) sometido(s) a examen será al menos el doble del tiempo de retención del volumen en vacío de la columna. 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 ±0,2 min, tanto para cromatografía de gases como para cromatografía líquida. Son aceptables desviaciones mayores del tiempo de retención cuando tanto el tiempo de retención como la forma de pico del analito se ajusten a las de la solución estándar interna clasificada isotópicamente (IS) o se disponga de evidencia de estudios de validación.
50. A efectos de aplicación, la confirmación de que en las muestras hay analitos se debe hacer mediante un segundo análisis, y uno de los métodos de confirmación debe contener identificación de analitos, normalmente utilizando técnicas de MS. Además, los métodos de confirmación deben utilizar modelos independientes fundamentados en distintos mecanismos químicos, como separaciones de cromatografía de gases y líquida (GC y LC). En algunas situaciones puede ser conveniente que sea confirmado por laboratorios independientes. En el **Cuadro 3** hay un resumen de ejemplos de técnicas analíticas que pueden ser apropiadas para reunir los criterios para métodos analíticos de confirmación.
51. Siempre que en el diagnóstico o confirmación se utilicen técnicas cromatográficas, es esencial que las bandas del tiempo de retención tengan la determinación correcta. Se debe prestar atención a que el instrumento esté ajustado correctamente antes de empezar el análisis; se debe realizar un ensayo de idoneidad del sistema antes del análisis de cada lote. La base de datos de tiempos de retención se debe ajustar a las condiciones actuales. Pueden aplicarse intervalos de tolerancia del 1,5 al 3% del tiempo de retención absoluta a la GC capilar en función de la forma del pico. Para la confirmación del tiempo de retención, los intervalos de tolerancia absoluta aumentarán con el tiempo de retención mayor. El intervalo de tolerancia será inferior a 0,2 minutos o el 0,2% del tiempo de retención relativa (RRT). Para tiempos de retención mayores 6 seg. es un intervalo adecuado. En CAC/GL 56-2005 "Directrices para el uso de la espectrometría de masas (EM) en la identificación, confirmación y determinación cuantitativa de residuos" se ofrecen directrices adicionales. Puede disponerse de otros sistemas cromatográficos (que apliquen fases estacionarias y/o móviles de distinta selectividad) u otras técnicas que se pueden aplicar

**Cuadro 3: Ejemplos de métodos de detección apropiados para el análisis de confirmación de sustancias, tal como recomienda la Consulta Miskolc**

<b>Método de detección</b>	<b>Criterio</b>
LC o GC y MS	Si se realiza seguimiento de suficiente número de fragmentos iónicos
LC-DAD	Si el espectro UV es característico
LC – fluorescencia	En combinación con otras técnicas
2-D TLC – (espectrofotometría)	En combinación con otras técnicas
GC-ECD, NPD, FPD	Solo si se combina con dos o más técnicas de separación
Derivatización	Si no fue el método de primera elección
LC-immunograma	En combinación con otras técnicas
LC-UV/VIS (longitud de onda individual)	En combinación con otras técnicas

## APÉNDICE I

### DEFINICIONES

**Analito:** la sustancia química buscada o determinada en una muestra.

**Protector de analitos:** compuestos que interactúan estrechamente con sitios activos en el sistema de cromatografía de gases (GC), disminuyendo así la degradación, adsorción, o ambos analitos coinyectados.

**Método de confirmación:** un método que proporciona información adicional de acuerdo con un resultado anterior. En una situación ideal se analiza una submuestra diferente con un método con un mecanismo químico diferente al del primer análisis, y uno de los métodos se ajusta a los criterios de identificación del analito con un grado aceptable de certidumbre al nivel de interés.

**Determinación:** el resultado cuantitativo de un método, pero que no reúne todavía los criterios de identificación o confirmación.

**Falso positivo:** un resultado que indica erróneamente que la concentración de analitos se halla presente o que excede un valor específico.

**Falso negativo:** un resultado que indica erróneamente que la concentración de analitos no se halla presente o que no excede un valor específico.

**Identificación:** proceso de determinación inequívoca de la identidad química de un plaguicida o metabolito en situaciones experimentales o analíticas.

**Residuo no añadido:** residuo detectado en un producto que se debe al uso específico de un plaguicida, al consumo por un animal o a la contaminación medioambiental en el campo, en contraposición a los residuos detectados en el enriquecimiento de muestras en el laboratorio.

**Interferencia:** respuesta intrínseca o extrínseca no relacionada a un analito (ruido) debido a factores electrónicos, químicos u otros factores relacionados con la instrumentación, el medio ambiente, el método o la muestra.

**Solución estándar interna (IS):** una sustancia química añadida a una cantidad constante a las muestras y/o soluciones estándar en un análisis químico, incluyendo las soluciones testigo y estándar de calibración. Esta sustancia puede utilizarse para la calibración representando gráficamente la relación de la señal del analito con respecto a la señal de la solución estándar interna como una función de la concentración de analito de las soluciones estándar. Esta relación de las muestras se utiliza después para obtener sus concentraciones de analitos a partir de una curva de calibración. La solución estándar interna utilizada debe proporcionar una señal que es similar a la señal del analito en la mayoría de los aspectos, pero lo suficientemente diferente para que las dos señales sean distinguibles fácilmente por el instrumento.

**Límite de cuantificación (LOQ):** [Véase el párrafo 27].

**Matriz:** el material o componente que se somete a muestreo en estudios de residuos de plaguicidas.

**Matriz testigo:** el material de muestra que contiene una concentración no detectable de los analitos de interés.

**Soluciones estándar ajustadas a la matriz:** soluciones estándar preparadas en un extracto de la matriz similar al de la muestra a analizar que compensa los efectos de la matriz, si los hay.

**Límite/nivel máximo de residuos (LMR/CXL):** concentración máxima de un residuo que está permitida legalmente o está reconocida como aceptable en un producto alimentario que ha sido establecida por el Codex (CXL) o una autoridad nacional de reglamentación (LMR). El término tolerancia utilizado en algunos países es sinónimo en la mayoría de los casos de LMR (normalmente expresado como mg/kg de peso del producto fresco).

**Método multiresiduos (MMR):** método capaz de determinar tres o más analitos en la misma clase química o en más de una clase de plaguicidas.

**Precisión:** grado de variabilidad de una medición en torno a una media.

**Método cuantitativo:** un método con el que se pueden obtener resultados (determinativos) de la concentración de analitos con veracidad y precisión que reúne criterios establecidos.

**Desviación estándar relativa (RSD):** la desviación estándar dividida por el valor absoluto de la media aritmética, expresada porcentualmente. Se refiere a la precisión del método. Considerando un solo laboratorio, la precisión se expresa con respecto a la repetitividad y reproducibilidad en el laboratorio.

**Repetitividad:** para un método analítico, el grado de concordancia entre los resultados de las mediciones en material de ensayo idéntico sometido a las condiciones siguientes: el mismo analista, los mismos instrumentos, el mismo lugar, las mismas condiciones de utilización, la repetición durante un breve espacio de tiempo.

**Reproducibilidad:** para un método analítico, el grado de concordancia entre los resultados de las mediciones en material de ensayo idéntico en que se llevan a cabo las mediciones individuales en condiciones cambiantes, como: el analista, los instrumentos, el lugar, las condiciones de utilización y el momento.

**Residuo:** cantidad de plaguicida (u otro contaminante) en la muestra, que normalmente tiene su origen en la aplicación del agricultor en el campo, pero puede resultar de la deriva, la exposición al medio ambiente, u otras formas de contaminación.

**Preparación de la muestra:** consiste en la extracción de una porción de ensayo de la muestra, su limpieza y otros pasos en el método que conducen a un extracto final para el análisis.

**Procesado de las muestras:** procedimiento para producir una porción de ensayo para el análisis que es representativa de la muestra recogida y mantiene la integridad de los analitos. Esto implica el corte, la homogeneización, trituración, mezcla u otros recursos utilizando técnicas y equipos adecuados en función del tipo de muestra y tamaños de las muestras recogidas y porciones de ensayo.

**Límite de detección en el cribado (LDC):** el límite de detección en el cribado de un método de diagnóstico cualitativo es la concentración más baja para la que se ha demostrado que se puede detectar un analito determinado (que no reúna necesariamente criterios inequívocos de identificación) en el 95% de las muestras al menos (p.ej., se acepta un porcentaje del 5% de falsos negativos).

**Método de diagnóstico:** un método que reúne criterios predeterminados para detectar la presencia o ausencia de un analito o clase de analitos a la concentración mínima de interés o a una concentración de interés superior.

**Selectividad:** la medida en que el método se puede utilizar para determinar analitos específicos en mezclas o matrices sin interferencias de otros componentes que tienen comportamiento similar. Algunas autoridades normativas utilizan el término especificidad para referirse a la selectividad.

**Sensibilidad:** el cociente del cambio en la indicación de un sistema de medición y el cambio correspondiente en el valor de la cantidad que se mide.

**Adición de solución estándar:** el método de adición de solución estándar es un tipo de modelo de análisis cuantitativo de uso frecuente en química analítica mediante el cual la solución estándar se añade directamente a las partes alícuotas de la muestra analizada.

**Incertidumbre:** un parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente a la medición.

**Veracidad:** se refiere a la exactitud en la concordancia entre un resultado de ensayo y el valor de referencia aceptado de la propiedad que se mide.

**APÉNDICE II**  
**REFERENCIAS**

1	<a href="#">CAC/GL 27-1997</a>	Directrices para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos
2	<a href="#">CAC/GL 37-2001</a>	Directrices armonizadas de la IUPAC para el empleo de la información de recuperación en la medición analítica. <i>Pure &amp; Appl. Chem.</i> , <b>71</b> ,1999; 337 – 348
3	<a href="#">CAC/GL 40-1993</a>	Directrices sobre buenas prácticas de laboratorio en el análisis de residuos de plaguicidas
4	<a href="#">CAC/GL 49-2003</a>	Directrices armonizadas de la IUPAC para la validación interna de los métodos de análisis <i>Pure &amp; Appl. Chem.</i> , <b>74</b> ,2002; 835–855
5	<a href="#">CAC/GL 56-2005</a>	Directrices para el uso de la espectrometría de masas (EM) en la identificación, confirmación y determinación cuantitativa de residuos
6	<a href="#">CAC/GL 59-2006</a>	Directrices sobre la estimación de la incertidumbre de los resultados
7	<a href="#">CAC/GL 64-1995</a>	Protocolo para el diseño, organización e interpretación de estudios de métodos de rendimiento
8	<a href="#">CAC/GL 65-1997</a>	Directrices armonizadas sobre control interno de la calidad en laboratorios de análisis químicos, <i>Pure &amp; Appl. Chem.</i> , <b>67</b> ,1995; 649-666
9	<a href="#">CAC/GL 72-2009</a>	Directrices sobre la terminología analítica
10	<a href="#">CAC/STAN 193 -1995</a>	Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos
11	<a href="#">Guidance Document on Pesticide Residue Analytical Methods OECD</a>	Documento de directrices sobre métodos de análisis para residuos de plaguicidas ENV/JM/MOMO(2007)17 OECD Environment, Health and safety Publications, Series on Testing and Assessment, No. 72, Series on Pesticides No. 39



12	<a href="#">Guidance Document on the Definition of Residue OECD</a>	Documento de directrices de la OCDE sobre la definición de residuo ENV/JM/MONO(2009)30
13	<a href="#">Identification and Confirmation of Chemical Residues in Food by Chromatography</a>	Identificación y confirmación de residuos químicos en los alimentos por cromatografía – espectrometría de masas y otras técnicas <i>Trends in Analytical Chemistry</i> , 27(11), 2008;1070-1090
14	<a href="#">ISO/IEC 17025 -General requirements for the competence of testing and calibration laboratories</a>	ISO 9000:—1), Sistemas de gestión de calidad — conceptos fundamentales y vocabulario ISO 9001:2000, Sistemas de gestión de calidad — requisitos
15	<a href="#">ISO VIM</a>	ISO Vocabulario internacional de términos básicos y generales de metrología (VIM) (VIM)
16	<a href="#">IUPAC Glossary of Terms Relating to Pesticides</a>	Glosario de términos relacionados con los plaguicidas <i>Pure &amp; Appl. Chem.</i> , 68 (5), 1996; 1167-1193
17	<a href="#">IUPAC Harmonized Guidelines For Single-Laboratory Validation Of Methods Of Analysis</a>	Directrices armonizadas para la validación de métodos de análisis en un laboratorio único <i>Pure &amp; Appl. Chem.</i> , 74(5), 2002; 835 – 855
18	<a href="#">IUPAC Selectivity in Analytical Chemistry</a>	Selectividad en química analítica <i>Pure &amp; Appl. Chem.</i> , 73(8), 2001; 1381-1386
19	<a href="#">Miskolc, Hungary Nov 1999</a>	Miskolc, Hungría en Nov 1999 para el desarrollo de “Directrices para la validación de métodos de análisis en un solo laboratorio para concentraciones a nivel de trazas de sustancias químicas orgánicas,” que abarca las págs. 179-252
20	<a href="#">Principles and Practices of Method Validation</a>	Principios y prácticas de validación del método. A. Fajgelj and Á. Ambrus (Eds.), Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK, 2000.
21	<a href="#">IUPAC Selectivity in Analytical Chemistry</a>	Selectividad en química analítica <i>Pure &amp; Appl. Chem.</i> , 73(8), 2001; 1381-1386
22	<a href="#">SANCO/825/00rev8.1</a>	Documento de directrices sobre métodos de análisis de residuos de plaguicidas
23	<a href="#">SANCO/12571/2013</a>	SANCO, procedimientos analíticos de control de calidad y validación para el análisis de residuos de plaguicidas en alimentos y piensos, actualización de <a href="#">SANCO/12495/2011</a>

**LISTA DE PARTICIPANTES****Grupo de trabajo electrónico sobre los  
Criterios de Rendimiento para Evaluar la Idoneidad  
de Métodos de Análisis para Residuos de Plaguicidas****PRESIDENCIA**

**Dr. Parthapratim (Pat) Basu**  
Alternate US Delegate to CCPR  
US Department of Agriculture,  
Food Safety Inspection Service, OPHS  
1200 Independence Ave., SW,  
Washington, DC 20250, USA  
Phone: +1 202-690-6558  
Fax: +1 202-690-2364  
Email: [pat.basu@fsis.usda.gov](mailto:pat.basu@fsis.usda.gov)

**CO-PRESIDENCIA**

**Dr. Canping Pan (CO-CHAIR)**  
Professor  
College of Science  
China Agricultural University  
10093 Beijing, CHINA  
Tel: 86-10-62731978  
Fax: 86-10-62733620  
Email: [Panc@cau.edu.cn](mailto:Panc@cau.edu.cn)

**Dr. Krishan Kumar Sharma (CO-CHAIR)**  
Network Coordinator  
All India Network Project on Pesticide Residues  
Indian Agricultural Research Institute  
New Delhi, INDIA  
Email: [kksaicrp@yahoo.co.in](mailto:kksaicrp@yahoo.co.in)

**ALEMANIA**

**Dr. (Mrs.) Nadja Buchner**  
Federal Office of Consumer Protection and Food  
Safety  
Unit 504 "NRL for Pesticide Residues"  
Diedersdorfer Weg 1  
12277 Berlin  
Germany  
Phone: +49 30 18445-8124  
Email: [nadja.buchner@bvl.bund.de](mailto:nadja.buchner@bvl.bund.de)

**Dr. Jochen Heidler**  
Federal Institute for Risk Assessment  
Max-Dohrn-Straße 8–10  
10589 Berlin  
Germany  
Phone: +49 30 18412-3478  
Email: [jochen.heidler@bfr.bund.de](mailto:jochen.heidler@bfr.bund.de)

**AUSTRALIA**

**Ms Karina Budd**  
Director  
Residue Chemistry & Laboratory Performance  
Evaluation Section, National Residue Survey  
Department of Agriculture, Fisheries and Forestry  
GPO Box 858  
2601 Canberra, ACT, Australia  
Phone: +61 2 6272 5795  
Email: [karina.budd@daff.gov.au](mailto:karina.budd@daff.gov.au)

**BAHREIN**

**Dr. Abbas Ali**  
Sr. chemist  
Public Health Laboratory  
Kingdom of Bahrain  
Tel: 00973-33917936  
Email: [asalman@health.gov.bh](mailto:asalman@health.gov.bh)

**Abdul Nabi AL-Natei**  
Sr. Chemist  
Public Health Laboratory –Chemical Analysis  
Group(CAG)  
Manama  
Po. Box 12  
Kingdom of Bahrain  
Ministry of Health  
Kingdom of Bahrain  
Tel. 00973 17279241 Ext 2062  
Mobile 00973 39259420  
Fax 00973 17279228  
Email: [Anatie@health.gov.bh](mailto:Anatie@health.gov.bh)

**BRASIL**

**Mr. Carlos Venâncio**  
Head of Pesticide Registration  
Ministry of Agriculture Livestock and Food Supply  
Esplanada dos Ministerios - Bloco D - Edificio  
Anexo - 3º Andar - Sala 325 –  
Ala A  
Brasilia, BRAZIL  
Tel: + 55 61 3218-2445  
[carlos.venancio@agricultura.gov.br](mailto:carlos.venancio@agricultura.gov.br);  
[codex@agricultura.gov.br](mailto:codex@agricultura.gov.br)

**CANADÁ****Dr. Jian Wang**

Head, Research and Development  
Calgary Laboratory  
Canadian Food Inspection Agency  
Phone: (403) 338-5273  
Email: [jian.wang@inspection.gc.ca](mailto:jian.wang@inspection.gc.ca)

**CHILE****Soraya Sandoval**

National Coordinator - CCMAS  
Institute of Public Health (ISP), Ministry of Health  
Email: [soraya@ispch.cl](mailto:soraya@ispch.cl)

**Soledad Ferrada**

National Coordinator - CCPR  
Agriculture and Livestock Service (SAG), Ministry  
of Agriculture  
Email: [soledad.ferrada@sag.gob.cl](mailto:soledad.ferrada@sag.gob.cl)

**CHINA****Dr. Camping Pan (CO-CHAIR)**

Professor, College of Science  
China Agricultural University  
10093 Beijing, CHINA  
Tel: 86-10-62731978,  
Fax: 86-10-62733620  
Email: [Panc@cau.edu.cn](mailto:Panc@cau.edu.cn)

**COSTA RICA****Ms. Verónica Picado Amador**

Jefe Laboratorio de Análisis de Residuos de  
Agroquímicos  
Servicio Fitosanitario del Estado  
Ministerio de Agricultura y Ganadería  
San José- Costa Rica  
Tel: (506) 25493604  
Email: [vpicado@sfe.go.cr](mailto:vpicado@sfe.go.cr)

**Ms. Amanda Lasso Cruz**

Ministerio de Economía Industria y Comercio  
Departamento Codex  
San Jose- Costa Rica  
Tel. 25491434  
Email: [alasso@meic.go.cr](mailto:alasso@meic.go.cr)

**ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA****Dr. Parthapratim (Pat) Basu - Chair**

Alternate US Delegate to CCPR  
Senior Leader, Chemistry, Toxicology & Related  
Sciences  
US Department of Agriculture  
Food Safety Inspection Service, OPHS  
1200 Independence Ave., SW  
Washington, DC 20250  
Phone: +1 202-690-6558  
Fax: +1 202-690-2364  
Email: [pat.basu@fsis.usda.gov](mailto:pat.basu@fsis.usda.gov)

**Marie Maratos**

International Issues Analyst  
U.S. Codex Office  
Food Safety Inspection Service  
US Department of Agriculture  
Room 4865 South Building  
1400 Independence Blvd, SW  
Washington, DC, USA  
Phone: +1.202.690.4795  
Email: [Marie.Maratos@fsis.usda.gov](mailto:Marie.Maratos@fsis.usda.gov)

**Charles E Pixley, DVM, PhD**

OPHS, LQAS  
Food Safety Inspection Service  
US Department of Agriculture  
Russell Research Center  
950 College Station Rd.  
Athens, GA 30605  
Tel: +1 706-546-3559  
Email: [charles.pixley@fsis.usda.gov](mailto:charles.pixley@fsis.usda.gov)

**Louis Bluhm, Ph.D.**

Chemistry Team Leader  
Laboratory Quality Assurance Staff  
Administrator, Accredited Laboratory Program  
USDA FSIS OPHS  
950 College Station Rd., Athens, GA 30605  
Phone: 706-546-2359, Fax: 706-546-3453  
Email: [louis.bluhm@fsis.usda.gov](mailto:louis.bluhm@fsis.usda.gov)

**Dr. Steve J. Lahotay**

Lead Scientist  
Eastern Regional Research Center  
Agricultural Research Service  
US Department of Agriculture  
600 East Mermaid Lane  
Wyndmoor, PA 19038  
Tel: +1 215-233-6433, Fax: +1 215-233-2642  
Email: [Steven.Lehotay@ars.usda.gov](mailto:Steven.Lehotay@ars.usda.gov)

**E. Scott Weber III VMD, MSc**

AAAS Science and Technology Policy Fellow  
Scientific Analyst, International Regulations and Standards Division  
Office of Agreements and Scientific Affairs  
Foreign Agricultural Service  
US Department of Agriculture  
Tel: (202) 720-6868  
Fax: (202) 720-0433  
Email: [scott.weber@fas.usda.gov](mailto:scott.weber@fas.usda.gov)

**John J. Johnston, PhD, MBA**

Scientific Liaison  
U.S. Department of Agriculture  
Food Safety and Inspection Service  
Office of Public Health Science  
Fort Collins, CO 80526  
Tel: +1- 202-365-7175  
Email: [John.Johnston@fsis.usda.gov](mailto:John.Johnston@fsis.usda.gov)

**Thuy Nguyen**

Director, Analytical Chemistry Laboratory  
Environmental Science Center  
701 Mapes Road  
Ft. Meade, MD 20755  
Tel: +1-410-305-2905  
Email: [nguyen.thuy@epa.gov](mailto:nguyen.thuy@epa.gov)

**Sara Kucenski**

Agricultural Scientific Analyst  
International Regulations & Standards Division  
International Standards Group  
Office of Agreements & Scientific Affairs  
Foreign Agricultural Service  
U.S. Department of Agriculture  
1400 Independence Ave., SW  
Washington, DC 20250  
Tel: +1 202-720-6741  
Email: [SaraKucenski@fas.usda.gov](mailto:SaraKucenski@fas.usda.gov)

**Terry Councill**

U.S. Food and Drug Administration  
Center for Food Safety and Nutrition  
Office of Food Safety  
5100 Paint Branch Parkway  
College Park, MD 20740  
Phone: +1 240-402-1180  
Email: [Terry.Councill@fda.hhs.gov](mailto:Terry.Councill@fda.hhs.gov)

**FEDERACIÓN DE RUSIA****Prof. Konstantin Eller**

Head of the Laboratory  
Institute of Nutrition  
Russian Academy of Medical Sciences  
Moscow, Russia  
Email: [eller@ion.ru](mailto:eller@ion.ru)

**FRANCIA****Mr Frédéric HOMMET**

National expert  
French Agency for Food, Environmental and Occupational Health & Safety  
27-31 avenue du Général Leclerc 94701 Maisons-Alfort Cedex, FRANCE  
Tel: +33 (0) 1 49 77 13 50  
Email: [frederic.hommet@anses.fr](mailto:frederic.hommet@anses.fr)

**GHANA****Dr. Augustine Donkor**

Codex Contact Point, Ghana  
Email: [adonkor@ug.edu.gh](mailto:adonkor@ug.edu.gh)

**GRECIA****Dr Konstantinos S. Liapis**

Head of Pesticides Residues Laboratory (National Reference Laboratory)  
Head of Department for Pesticides Control & Phytopharmacy  
Benaki Phytopathological Institute  
7 Ekalis Street, Kifissia, Athens 145 61, GREECE  
Tel +302108180366  
Email: [k.Liapis@bpi.gr](mailto:k.Liapis@bpi.gr) & [codex@efet.gr](mailto:codex@efet.gr)

**Dr Chris Anagnostopoulos**

Researcher  
Laboratory of Pesticide Residues (National Reference Laboratory)  
Department of Pesticides Control and Phytopharmacy,  
Benaki Phytopathological Institute,  
7 Ekalis Street, Kifissia, Athens 145 61, GREECE  
Tel. +30-210-8180364  
email: [c.anagnostopoulos@bpi.gr](mailto:c.anagnostopoulos@bpi.gr)

**INDIA****Dr. K.K. Sharma (CO-CHAIR)**

Principal Scientist & Network Coordinator (Pesticide Residues)  
All India Network Project on Pesticide Residues  
Indian Agricultural Research Institute  
New Delhi, India  
Email: [kksaicrp@yahoo.co.in](mailto:kksaicrp@yahoo.co.in)

**Dr. P. Nagaraj**

Scientist, Quality Evaluation Laboratory  
Spices Board of India  
Email: [ccschnagaraj@gmail.com](mailto:ccschnagaraj@gmail.com)

**INDONESIA****Mr. Flan Hernadi**

Supervisor for Agricultural Product Quality  
Ministry of Agriculture  
Email: [akh.hanif@gmail.com](mailto:akh.hanif@gmail.com); and  
[codex\\_kementan@yahoo.com](mailto:codex_kementan@yahoo.com)

**IRÁN****Mrs. Roya Noorbakhsh**

Secretary of CCPR in Iran  
Expert on Pesticide Residues in Food  
Fax: +98 26 32803889  
Email: [roybakhsh@yahoo.com](mailto:roybakhsh@yahoo.com)

**JAPÓN****Mr. Yoshiyuki TAKAGISHI**

Section Chief  
Agricultural Chemicals Office  
Plant Products Safety Division  
Food Safety and Consumer Affairs Bureau  
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries  
1-2-1 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8950,  
Japan  
Phone: +81-3-3502-5969  
Email: [yoshiyuki\\_takagishi@nm.maff.go.jp](mailto:yoshiyuki_takagishi@nm.maff.go.jp),  
[codex\\_maff@nm.maff.go.jp](mailto:codex_maff@nm.maff.go.jp)

**Mr. Kazuyoshi KOJIMA**

Director, Precision Management  
Planning and Coordination Department  
Food and Agricultural Materials Inspection Center  
(Incorporated Administrative Agency)  
Saitama Shintoshin National Government Building  
Kensato BLDG.  
2-1, Shintoshin, Chuo-ku, Saitama-shi, Saitama  
330-9731 JAPAN  
Phone: +81-50-3797-1827  
Email: [kazuyoshi\\_kojima@nm.famic.go.jp](mailto:kazuyoshi_kojima@nm.famic.go.jp)

**Ms. Asako OGAWA**

Assistant Director  
Standards and Evaluation, Department of Food  
Safety,  
Ministry of Health, Labour and Welfare  
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku Tokyo 100-8916,  
Japan  
Phone: +81-3-3595-2341  
Email: [codexj@mhlw.go.jp](mailto:codexj@mhlw.go.jp)

**Dr. Satoru NEMOTO**

Section Chief  
Organization: Division of Foods, National Institute  
of Health Sciences  
1-18-1, Kamiyoga, Setagaya-ku, Tokyo 158-8501,  
Japan  
Phone: +81-3-3700-1141  
Email: [nemoto@nihs.go.jp](mailto:nemoto@nihs.go.jp)

**LUXEMBURGO****Danny Zust**

Chargé de mission  
Présidence luxembourgeoise 2015  
Direction de la santé  
Service de la sécurité alimentaire  
9, avenue Victor Hugo L-1750 - Luxembourg  
Tel: +352 247-75632  
Fax: +352 27 47 80 86  
[danny.zust@ms.etat.lu](mailto:danny.zust@ms.etat.lu)

**NIGERIA****Mr. B.I. Urulor**

National Agency for Food Drugs Administration  
and Control (NAFDAC)  
Phone: 08037584580  
Email: [urubik@yahoo.com](mailto:urubik@yahoo.com);  
[codexsecretariat@son.gov.ng](mailto:codexsecretariat@son.gov.ng)

**PAÍSES BAJOS****Dr. Henk van der Schee**

Scientific Officer  
Dutch Food and Consumer Product Safety  
Authority  
Catharijnesingel 59  
3511 GG Utrecht, PO box 43006  
3540 AA Utrecht  
Tel: + 31 (0) 900 0388  
Mobile: +31 (0) 615036231  
Email: [h.a.vanderschee@nvwa.nl](mailto:h.a.vanderschee@nvwa.nl)

**PARAGUAY****José Eduardo Giménez Duarte**

Agronomist  
Head, Department of Vegetable Traceability  
National Quality and Plant Protection  
SENAVE- Paraguay  
Email: [jose.gimenez@senave.gov.py](mailto:jose.gimenez@senave.gov.py)

**REPÚBLICA DE COREA****Sohn Yong-Wook**

Deputy Director, Food Standard Division  
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)  
Email: [s9918@korea.kr](mailto:s9918@korea.kr)

**Chang Moon-Ik**

Deputy Director, Pesticide & Veterinary Drug  
Residue Division  
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)  
Email: [1004@korea.kr](mailto:1004@korea.kr)

**Kwon Chan-Hyeok**

Scientific Officer, Food Standard Division  
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)  
Email: [chkwon@korea.kr](mailto:chkwon@korea.kr)

**Kim Hyo-Chin**

Scientific Officer, Food Standard Division  
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)  
Email: [hckim77@korea.kr](mailto:hckim77@korea.kr)

**Kim Hee-Jung**

Deputy Director, Pesticide & Veterinary Drug  
Residue Division  
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)  
Email: [heejung731@korea.kr](mailto:heejung731@korea.kr)

Codex Korea Contact Point  
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)  
Email: [codexkorea@korea.kr](mailto:codexkorea@korea.kr)

**REPÚBLICA ESLOVACA****Dr. Jarmila Ďurčanská**

Veterinárny a potravinový ústav Bratislava  
(Veterinary and Food Institute in Bratislava)  
Botanická 15  
842 52 Bratislava, Slovak Republic  
Email: [durcanska@svuba.sk](mailto:durcanska@svuba.sk)

**SUECIA**

Mrs. Tuija Pihlstrom  
Chemist, National Food Agency  
Sweden  
Email: [Tuija.pihlstrom@slv.se](mailto:Tuija.pihlstrom@slv.se)

**SUIZA**

Ms. Henri Diserens  
Early Warning Group  
Food Safety & Quality Competence Pillar  
Nestlé Ltd  
Nestlé Research Center  
PO Box 44  
CH-1000 Lausanne 26, Switzerland  
Email: [henri.diserens@rdls.nestle.com](mailto:henri.diserens@rdls.nestle.com)

**TAILANDIA****Mrs. Kanokporn Atisook**

Medical Scientist, Expert Level  
Bureau of Quality and Safety of Food, Department  
of Medical Sciences,  
Ministry of Public Health  
88/7 Moo 4 Tiwanon Road, Tambon Talad Kwan  
Amphur Muang Nonthaburi 11000, Thailand.  
Tel: + 662 951 0000 ext. 99602  
Email: [katisook@yahoo.com](mailto:katisook@yahoo.com) & [codex@acfs.go.th](mailto:codex@acfs.go.th)

**Miss Panpilad Saikaew**

Standards Officer  
Office of Standard Development  
National Bureau of Agricultural Commodity and  
Food Standards  
50 Phaholyothin Road, Ladyao, Chatuchak,  
Bangkok 10900 Thailand  
Tel: (662) 561 2277 ext 1427  
Email: [panpilad@acfs.go.th](mailto:panpilad@acfs.go.th)

**UNIÓN EUROPEA****Ms Almut Bitterhof**

Email: [Almut.bitterhof@ec.europa.eu](mailto:Almut.bitterhof@ec.europa.eu)

**Ms Veerle Vanheusden**

Email: [Veerle.vanheusden@ec.europa.eu](mailto:Veerle.vanheusden@ec.europa.eu)

**ASOCIACIÓN INTERNACIONAL DE ALIMENTOS CONGELADOS (IFFA)****Ms. Maia M. Jack, Ph.D.**

Director, Regulatory and International Affairs  
American Frozen Food Institute  
International Frozen Food Association Secretariat  
Tel: +1 703-821-0770  
Email: [mjack@affi.com](mailto:mjack@affi.com)

**OFICINA INTERNACIONAL DE LA VIÑA Y DEL VINO (OIV)****Dr Jean- Claude RUF**

OIV, Scientific Coordinator  
18, rue d'Aguesseau  
F-75008 Paris, France  
Tel: +33 (0) 1 44 94 80 94  
Fax: +33 (0) 1 42 66 90 63  
Mobile: +33 674 663 451  
Email: [jruf@oiv.int](mailto:jruf@oiv.int)

**ORGANISMO INTERNACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA (OIEA)****Dr. Johannes Corley**

International Atomic Energy Agency (IAEA)  
Vienna International Centre  
PO Box 100  
1400 Vienna, Austria  
Phone: (+43-1) 2600-21695  
Email: [j.s.corley@iaes.org](mailto:j.s.corley@iaes.org)