

# comisión del codex alimentarius



ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES  
UNIDAS PARA LA AGRICULTURA  
Y LA ALIMENTACIÓN

ORGANIZACIÓN  
MUNDIAL  
DE LA SALUD



OFICINA CONJUNTA: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROMA Tel: 39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Tema 12(a) del programa

CX/RVDF 01/1  
Septiembre de 2001

## PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

### COMITÉ DEL CODEX SOBRE RESIDUOS DE MEDICAMENTOS VETERINARIOS EN LOS ALIMENTOS

*Decimotercera reunión, 4 - 7 de diciembre de 2001  
Charleston, Carolina del Sur, EE.UU.*

### EXAMEN DE CRITERIOS CON BASE EN EL DESEMPEÑO PARA MÉTODOS DE ANÁLISIS DE RESIDUOS DE MEDICAMENTOS VETERINARIOS EN LOS ALIMENTOS

Los gobiernos y los organismos internacionales que desean mandar comentarios sobre la materia que se presenta a continuación están invitados a hacerlo **a más tardar el 1º de noviembre de 2001** a: Oficina del Codex de los Estados Unidos de América, Seguridad de Alimentos y Servicio de Inspección, Departamento de Agricultura de los Estados Unidos de América, Room 4861, South Building, 14th and Independence Avenue S.W., Washington DC, 20250 USA (Fax #: +1.202.720.3157; correo electrónico: [uscodex@usda.gov](mailto:uscodex@usda.gov)), con una copia al Secretario, Comisión del Codex Alimentarius, Programa Conjunto FAO/OMS Sobre Normas Alimentarias, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Roma, Italia (Telefax: +39.06.5705.4593; Correo electrónico: [Codex@fao.org](mailto:Codex@fao.org))

#### ANTECEDENTES

1. En la 12ª reunión del CCRVDF, el Comité acordó que un grupo de redacción (Australia, Canadá, Costa Rica, Francia, los Países Bajos, los Estados Unidos, COMISA), tomaría en consideración los criterios para la selección de métodos de análisis incluidos en las *Directrices para el establecimiento de un programa regulador para el control de medicamentos veterinarios en los alimentos (CAC/GL 16-993)* en vista de los avances recientes en el método de validación al nivel internacional y prepararía propuestas para su consideración en la reunión actual.<sup>1</sup>

#### DISCUSIÓN

2. Actualmente, no existe un documento de orientación claro e inequívoco sobre el método de validación dentro de un laboratorio único que se haya establecido como una norma internacional por una

<sup>1</sup> ALINORM 01/31, párr. 98-101

organización científica independiente, como el Sindicato Internacional de la Química Pura y Aplicada (IUPAC, por sus siglas en inglés). Sin embargo, dos consultas expertas (Viena, 1998; Miskolc, 1999) han recomendado que tal enfoque se reconozca como un medio viable para identificar métodos que deberán ser aptos para su uso en un programa regulador para apoyar las recomendaciones para los Límites Máximos de Residuos (LMR) especificados por la Comisión del Codex Alimentarius. Asimismo, estas consultas no solo recomendaron las especificaciones técnicas que han de considerarse en la evaluación de métodos analíticos en un laboratorio único, pero además reconocieron que los laboratorios usando métodos deberán demostrar la capacidad que tienen de realizar métodos analíticos de forma aceptable. Uno de los aspectos principales del procedimiento de evaluación de un laboratorio único deberá ser el de poder demostrar su pericia analítica, procedimientos de garantía de la calidad y competencia que respalde la autoridad de sus conclusiones analíticas. El procedimiento de un laboratorio único considera que el desempeño de método es un resultado directo de la competencia del laboratorio brindando el servicio analítico.

3. Pese a que el uso de un estudio entre laboratorios es el enfoque tradicional para evaluar el desempeño de métodos analíticos, la evaluación de métodos en un laboratorio único no implica que tales métodos sean inherentemente poco confiables o no aptos para su uso en un programa regulador. Simplemente significa que los métodos no se han sometido a una caracterización de desempeño mediante una prueba entre laboratorios como lo define el protocolo de coordinación para el diseño, la conducta e interpretación de estudios de desempeños de métodos.
4. En la 23ª reunión del Comité Codex sobre Métodos de análisis y muestreo en Budapest del 26 de febrero al 2 de marzo del 2001, al Comité se le informó<sup>2</sup> sobre el progreso de un documento de directrices sobre la validación de un laboratorio único dentro del IUPAC, pero no pudo adoptar estas directrices por referencia debido a que aún no habían sido publicadas en su forma final. Además se señaló que estas directrices no brindaban orientación práctica sobre cómo proseguir con la validación de un laboratorio único.
5. Se planteó que las charlas presentadas en el Taller AOAC/FAO/IUPAC/IAEA sobre Principios y Prácticas de Validación de Métodos (4 al 6 de noviembre de 1999, Budapest, Hungría) habían sido publicadas en la literatura científica<sup>3</sup>, incluyendo las Directrices para la validación de métodos analíticos de un laboratorio único para concentraciones a nivel de cantidad mínima de químicos orgánicos, los cuales posteriormente fueron terminados por la consulta experta FAO/IAEA/AOAC sobre procedimientos prácticos para validar métodos de desempeño de análisis de residuos de medicamentos veterinarios y pesticidas y determinar el origen de contaminantes orgánicos en los alimentos (del 8 al 11 de noviembre 1999, Miskolc, Hungría).<sup>4</sup>
6. El Comité (CCMAS) en general reconoció que la validación de un laboratorio único podría utilizarse para los fines de Codex y acordó que la inclusión de un texto específico en el Manual de procedimientos se consideraría en la siguiente reunión.
7. El Comité Codex sobre Residuos de pesticidas (CCPR), en su 33ª reunión en abril, 2001, recordó que la revisión a las Directrices sobre la Buena práctica de laboratorio se había aprobado como trabajo

---

<sup>2</sup> ALINORM 01/23, párr. 65-84; véase también el documento CX/MAS 01/09

<sup>3</sup> Principios y prácticas de la validación de métodos, La Sociedad Real de Química, Cambridge, 2000

<sup>4</sup> Un Resumen del Taller, información pertinente respecto al Taller y la Consulta y las Directrices realizadas por la Consulta están disponibles en el sitio web de la IAEA: [http://www.iaea.org/programmes/rifa/trc/pest-qa\\_val.htm](http://www.iaea.org/programmes/rifa/trc/pest-qa_val.htm)

nuevo por la 47ª CCEXEC y acordó que las Directrices modificadas propuestas del anteproyecto deberían añadirse al informe y ser circulado para comentarios en el Trámite 3.<sup>5</sup>

8. Aunque aún no existe un procedimiento acordado para la validación de métodos analíticos en un laboratorio único, el consenso general parece ser el de ampliar los detalles técnicos generales que deban evaluarse en laboratorios que evalúen métodos analíticos. Esto podría deducirse de una consideración de la confluencia de ideas sobre este asunto que han surgido independientemente de diversas consultas mencionadas anteriormente. Las especificaciones de la evaluación de métodos analíticos como se establecieron en CCRVDF son consistentes con las perspectivas a las cuales se ha entrado en mayor detalle durante estas consultas más recientes.
9. Por ejemplo, el Codex Alimentarius, Volumen 3 (2ª edición, 1994) describe el conjunto de atributos o propiedades que se consideraron para determinar la utilidad de un método dado. La utilidad de un método analítico sería determinada por medio de un ensayo interlaboratorial consistiendo de un mínimo de tres analistas. Los asuntos científicos a evaluarse eran los siguientes:
  - a. especificidad
  - b. precisión
  - c. desvío o error sistemático
  - d. exactitud
  - e. límite de detección
  - f. método de sensibilidad
  - g. aspectos prácticos de su uso
  - h. aplicabilidad de tejido/especies
  - i. límite de cantidad
  - j. Respuestas positiva falsa y negativa falsa
10. El Manual de procedimientos de la Comisión del Codex Alimentarius (11ª Edición, 2000, página 73) enumera los siguientes criterios para la selección de métodos analíticos, a los cuales normalmente se llegaba mediante un estudio de colaboración interlaboratorial formal:
  - a. especificidad
  - b. exactitud
  - c. precisión; repetibilidad dentro del laboratorio; capacidad de reproducir dentro del laboratorio
  - d. límite de detección
  - e. sensibilidad
  - f. aspectos prácticos y aplicabilidad de su uso bajo condiciones normales de laboratorio
  - g. otros criterios que podrían escogerse como necesarios.
11. Los Criterios identificados por la Consulta FAO/IAEA/AOAC en Miskolc, la cual consideraba criterios para la validación de un método en un laboratorio único, incluyendo los siguientes:
  - a. especificidad
  - b. campo analítico, incluyendo la recuperación mediante la extracción, limpieza, derivatización y medida

---

<sup>5</sup> ALINORM 01/24A, párr. 204-205 y Apéndice VII.

- c. campo de calibración para determinación del analito
- d. límite de detección
- e. límite de cantidad
- f. límite para informar o menor nivel de calibración (LCL, por sus siglas en inglés)
- g. Estabilidad de analito en extractos de muestra
- h. Estabilidad de analito durante el almacenamiento y proceso de muestra
- i. Homogeneidad de analito en muestras
- j. Exactitud
- k. Veracidad
- l. Precisión
- m. Selectividad
- n. Eficiencia de extracción
- o. Pureza de los reactivos y materiales

12. Además, la Consulta brindó orientación específica sobre los experimentos que habrían de llevarse a cabo para determinar la adhesión a estos criterios en las dos situaciones de residuos de pesticidas y de medicamentos veterinarios en los alimentos. Los criterios ampliados recomendados para su inclusión en la validación señalan algunos de los asuntos que normalmente se resolverían antes de una colaboración o ensayo interlaboratorial (estabilidad de analito, homogeneidad de muestra, especificaciones de pureza de reactivos y materiales), así como la introducción de consideraciones prácticas de las especificaciones para el campo de calibración requerido. El apoyo de un LMR requiere que un método se realice en un buen control estadístico dentro de los límites analíticos que encierran el LMR.
13. En tales casos, el desempeño de un método dentro de esos límites y la inclusión de puntos de calibración apropiados (incluyendo el menor nivel de calibración, o LCL) podría ser más importante que la caracterización de un límite de detección o límite de cantidad. El asunto de selectividad de método y en particular la habilidad que tiene un método de brindar identificación inequívoca de un analito también se consideró como algo crítico y reconoció trabajo reciente para establecer un número mínimo de puntos de identificación que deberían exigirse para brindar confianza en un resultado de confirmación.
14. Es evidente que existe similitud en los puntos de vista sobre los artículos técnicos cruciales que deben considerarse en la evaluación de un método analítico. Además es aparente, sin embargo, que las diversas consultas sobre el asunto de la validación del método analítico también están evidenciando un entendimiento común cambiante de lo que comprendería la evaluación analítica de un laboratorio único. Debe realizarse una mayor labor y llegarse a un acuerdo sobre los detalles técnicos específicos, pero está claro que estos detalles técnicos específicos están comenzando a surgir.
15. Considerando la serie de actividades sobre el procedimiento de evaluación de método de un laboratorio único que se han realizado y que siguen en curso, existe una buena posibilidad de obtener un procedimiento de evaluación de método analítico coordinado a través de los Comités del Codex. En vista de esto, en lugar de emprender una nueva iniciativa por separado dentro del CCRVDF para realizar criterios analíticos, se presentan las siguientes recomendaciones para su discusión y acuerdo con el Grupo de Trabajo.

## **RECOMENDACIONES**

16. En consideración a las deliberaciones del CCMS y CCPR que tomaron lugar anteriormente en el presente año, las siguientes recomendaciones han de considerarse por parte del Grupo de Trabajo experto sobre Métodos Analíticos y Muestreo:
  - a. Que el Comité (CCRVDF) apoye los intentos de coordinar los procedimientos para la identificación de métodos de análisis adecuados que apoyen las recomendaciones de LMR con aquellos recomendados por CCMAS y CCPR.
  - b. Que el Comité (CCRVDF) tome nota de la intención del CCMAS de incluir texto sobre métodos de validación de un laboratorio único en una revisión futura del Manual de Procedimientos.
  - c. Que el Comité (CCRVDF) considere anexar un documento realizado a base de las recomendaciones de la Consulta AOA/FAO/IAEA en Miskolc con respecto a los criterios y orientación práctica para la validación de métodos analíticos para residuos de medicamentos veterinarios en alimentos al Informe de la 14ª Reunión en busca de comentarios por parte del gobierno mediante el procedimiento Codex, como se hizo en la 33ª Reunión de la CCPR. Este documento es el resultado de una tarea del grupo de redacción (Australia, Canadá, Costa Rica, Francia, Los Países Bajos, Los Estados Unidos, COMISA) por la 21ª Reunión del CCRVDF.