

INDICE

	Página
1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN.....	1
2. DEFINICIONES	2
3. ALCANCE DE ACREDITACIÓN	3
3.1. Definición del alcance.....	3
3.2. Lista Pública de Ensayos (LPE)	3
4. VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO.....	4
4.1. Validación inicial completa del método de ensayo.	4
4.2. Actividades adicionales	5
4.2.1. Nuevas matrices	5
4.2.2. Nuevos plaguicidas	5
5. EVALUACIÓN DE LA CALIDAD	5
6. REVISIÓN DE SOLICITUDES E INFORMES DE ENSAYO	6
7. PROCESO DE EVALUACIÓN	7
8. MANTENIMIENTO DE LA ACREDITACIÓN	8
9. REFERENCIAS	8

MODIFICACIONES RESPECTO A LA REVISIÓN ANTERIOR

Establecer un tiempo de retención de las revisiones de la LPE

1. OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN.

El presente documento ha sido elaborado en el seno de un grupo de trabajo en el que han estado representados la Agencia Española de Seguridad Alimentaria y Nutrición (AESAN), el Ministerio de Medio Ambiente y Medio Rural y Marino (MARM) y la Asociación de Entidades de Ensayo, Calibración y Análisis-FELAB – (EUROLAB-España-Asociación Española de Laboratorios de Ensayo, Calibración y Análisis / AELI – Asociación Española de Laboratorios Independientes).

El objeto de este documento es describir los criterios de ENAC a tener en cuenta en la evaluación de laboratorios de ensayo que solicitan la acreditación flexible para análisis de residuos de plaguicidas en productos agroalimentarios (productos vegetales, alimentos, piensos, material vegetal como hojas, ramas, etc.) como categoría de ensayos.

Este documento también es de aplicación a las solicitudes de acreditación que se pueden considerar una situación intermedia, ya que implican expresar de manera flexible sólo el producto de ensayo o bien sólo los plaguicidas a analizar.

El laboratorio debe disponer de dilatada experiencia en la realización de un número de ensayos concretos suficientemente representativos de la categoría para poder optar a este tipo de alcance flexible.

Sin embargo, la acreditación de un laboratorio para realizar un ensayo específico consistente en analizar en un producto concreto determinados residuos de plaguicidas está fuera del campo de aplicación de este documento (alcance cerrado). No obstante, algunos criterios aquí indicados pueden ser considerados como de referencia.

2. DEFINICIONES

- *Alcance flexible*: sistema mediante el cual el laboratorio puede extender el alcance de su acreditación a nuevos ensayos dentro de una categoría de ensayos ya que su competencia técnica ha sido evaluada tanto para la realización de ensayos de la categoría como para el desarrollo y validación de nuevos ensayos dentro de esa categoría.
- *Categoría de ensayo*: un conjunto de ensayos realizados por una técnica o método de ensayo común para determinar un parámetro o familia de parámetros en un producto o familia de productos.
- *Ensayo*: actividad que forma parte de la categoría de ensayo y se describe mediante la siguiente información: i) producto o material a ensayar; ii) residuo/s de plaguicida/s a determinar; iii) técnica analítica; iv) límite de cuantificación o detección según aplique.
- *Procedimiento de categoría de ensayo*: documento que describe la categoría (teniendo en cuenta las diversas situaciones analíticas a las que se puede enfrentar el laboratorio: diferentes modos de extracción, empleo de diferentes detectores...) y la realización de los ensayos o bien que incluye una referencia a procedimientos de ensayo concretos en el caso de que el laboratorio los haya desarrollado. El documento que describe el ensayo debe ser conforme con los requisitos establecidos en la norma UNE-EN ISO/IEC 17025.
- *Familia de productos*: denominación genérica empleada para identificar en el alcance de acreditación y en la Lista Pública de Ensayos (LPE) los productos incluidos en el alcance flexible.
- *Grupo de productos/matrices*: conjunto de productos dentro de la familia agrupados de acuerdo con un criterio convenientemente adoptado por el laboratorio.
- *Matriz representativa*: matriz perteneciente a un grupo de productos y seleccionada de acuerdo a un criterio técnico adecuado en la que se lleva a cabo a la validación del método con objeto de obtener resultados de su funcionamiento extrapolables al grupo de productos.
- *Documento de referencia*: documento elaborado por una organización técnica o de otra índole que disfruta del necesario grado de reconocimiento y aceptación en el ámbito en el que se desenvuelve.
- *Residuos de plaguicida*: los residuos, incluidas las sustancias activas, los metabolitos y los productos de degradación o de reacción de sustancias activas utilizadas actualmente o con anterioridad en productos fitosanitarios.
- *Límite máximo de residuo (LMR)*: el límite legal superior de concentración de un residuo de plaguicida
- *Límite de cuantificación*: la menor concentración de residuo validada que se puede cuantificar (también puede denominarse límite de determinación)
- *Límite de detección*: la menor concentración de residuo validada que se puede detectar y confirmar.

Nota- El significado de los términos aquí empleados está en línea con el documento NT18 y puede no coincidir con los de otros documentos de referencia (ej. SANTE, CODEX...)

3. ALCANCE DE ACREDITACIÓN

3.1. Definición del alcance

El alcance de acreditación para análisis de residuos de plaguicidas como categoría de ensayos se describe en el Anexo Técnico. En él habitualmente se indicará:

- **Producto / material a ensayar**, se describirá el producto de ensayo o familia/as de productos, definida por el laboratorio (teniendo en cuenta su campo de actuación).
- **Ensayo**, se indicarán los plaguicidas, especificando/referenciando la técnica de análisis empleada, sin indicar información relativa al límite de cuantificación de cada residuo (opcionalmente podrá indicarse si éste es único para toda la familia de productos).

Nota- En caso de que el alcance flexible se limite al producto a ensayar, se indicarán los plaguicidas concretos para los que el laboratorio ha validado su método de ensayo.

Nota- Los plaguicidas se identificarán de acuerdo a la nomenclatura establecida en la legislación aplicable. Deben indicarse ordenados alfabéticamente. La denominación debe ser en castellano excepto en los casos en que no esté disponible que se hará en inglés. En el caso de plaguicidas con más de un componente se indicará si se trata del residuo de plaguicida o de componentes individuales.

- **Método de ensayo**, se indicará el procedimiento aplicable a la categoría de ensayos. El laboratorio dispondrá para cada categoría de un procedimiento de ensayo documentado que sea conforme con los requisitos establecidos en la UNE – EN ISO/IEC 17025.
- **Referencia a la “Lista Pública de Ensayos”**.

3.2. Lista Pública de Ensayos (LPE)

Es un documento público, elaborado, revisado y controlado por el laboratorio, en el que se incluyen concretamente las matrices y plaguicidas para los que el laboratorio ha validado o comprobado, según aplique, el funcionamiento del método. Este documento se encontrará referido en el anexo técnico del laboratorio, y deberá ser facilitado por los laboratorios a los clientes que lo soliciten. El laboratorio debe establecer la sistemática de actualización de la LPE en función de las validaciones/comprobaciones realizadas.

La Lista Pública de Ensayos (LPE) incluirá:

- a) Título: “Lista Pública de Ensayos”.
- b) Número de revisión /edición y fecha de aprobación.
- c) Referencia al código y revisión del Anexo Técnico de ENAC.
- d) Familia(s) de productos (tal y como aparece en el Anexo Técnico), grupos de productos establecidos por el laboratorio para cada familia, cubriendo la totalidad de la misma y dentro de cada grupo todas las matrices concretas que han sido validadas/comprobadas por el laboratorio de acuerdo a su sistemática (véase apartado 4).
- e) Los plaguicidas concretos que han sido validados por el laboratorio de acuerdo a su sistemática para cada uno de los grupos de productos (véase apartado 4) y el límite de cuantificación/detección. La denominación de los plaguicidas debe llevarse a cabo de la misma

forma que lo indicado para el anexo técnico. En el caso de alcance cerrado a plaguicidas la LPE sólo puede incluir los indicados en el Anexo Técnico.

- f) Procedimiento de ensayo aplicable a cada categoría (tal y como aparece en el Anexo Técnico), detallando la técnica analítica empleada, y referencia a los procedimientos de ensayo concretos en el caso de que el laboratorio los hubiera desarrollado.

El laboratorio debe ser capaz de demostrar si un análisis concreto estaba incluido en la LPE en el momento de su ejecución, para ello debe conservar las revisiones de la LPE durante, al menos, 10 años¹ desde la aprobación de cada revisión.

4. VALIDACIÓN DEL MÉTODO DE ENSAYO.

4.1. Validación inicial del método de ensayo.

Con la validación inicial del método de ensayo el laboratorio demuestra que el método es válido para el uso que se pretende y también le permite demostrar su competencia técnica en validación.

ENAC considera que el laboratorio debe establecer una estrategia sobre validaciones adecuada a la extensión y naturaleza técnica de la categoría de ensayos para la que solicite la acreditación. Por tanto, en la validación, el laboratorio debe comprobar que los resultados de las características evaluadas están dentro de las especificaciones preestablecidas. El laboratorio debe conservar los registros de todas las validaciones realizadas.

Es conveniente que cuando el laboratorio selecciona las matrices representativas de la/s familia/s para realizar la validación inicial tenga en cuenta las matrices más frecuentemente analizadas por el laboratorio.

Sobre los parámetros a evaluar en la validación inicial del método de ensayo, el laboratorio debe documentar en su procedimiento de validación los parámetros a determinar, que en el caso de métodos cuantitativos deben incluir entre otros:

- El límite de cuantificación.
- Estudio de linealidad.
- Estudio de la precisión y recuperación a diferentes niveles incluido el límite de cuantificación que justifique su rango de trabajo.
- Especificidad/Selectividad

Nota- En el caso de métodos cualitativos los parámetros de validación serán los adecuados para ese tipo de métodos, entre otros el límite de detección y especificidad/selectividad.

El laboratorio comprobará que los resultados obtenidos para cada parámetro cumplen los requisitos especificados. ENAC considera orientativos los requisitos establecidos en el documento SANTE en vigor ("Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues análisis in food and feed"). No obstante, también podrían ser aceptables otros documentos de referencia con un reconocimiento equivalente.

¹ La LPE forma parte del alcance de acreditación y, por tanto, su tiempo de conservación debe ser el mismo que el establecido para los registros internos de ENAC.

Con respecto al límite de cuantificación, se considera que el resultado obtenido en cada plaguicida debe ser siempre igual o menor que el límite legislado para ese plaguicida en las matrices analizadas.

En residuos definidos como suma de más de una sustancia, se considera aceptable que el límite de cuantificación sea el mismo para cada analito siempre que sea menor o igual que el límite legislado para el residuo. El resultado de éste se podrá expresar empleando el límite de cuantificación validado para cada analito.

4.2. Actividades adicionales

4.2.1. Nuevas matrices

En el caso de que el laboratorio vaya a realizar un análisis de una muestra de una matriz nueva no incluida en la Lista Pública de Ensayos (aunque perteneciente a un grupo de productos en el que se ha realizado una validación completa), el procedimiento de validación del laboratorio debe indicar los controles a realizar de forma previa a la emisión del informe de resultados y la inclusión de dicha matriz en la LPE. Dichos controles al menos deben incluir comprobar en el límite de cuantificación la recuperación y confirmación de los plaguicidas incluidos en la LPE para ese grupo de productos, así como evaluar los resultados obtenidos de acuerdo con los requisitos especificados por el laboratorio.

En determinados casos, el laboratorio podría estimar oportuno redefinir los grupos de matrices pertenecientes a la familia de productos indicada en el alcance de acreditación, con objeto de dar cabida a un grupo concreto de la familia con especiales características. Para ello, el laboratorio debe ampliar la validación inicial de manera que al menos se realice en una matriz representativa de cada grupo.

4.2.2. Nuevos plaguicidas

Para la inclusión de un plaguicida en la LPE es necesario que se realice su validación completa. Del mismo modo, si se solicita para una matriz de un grupo de matrices en el que no se haya validado previamente también se deberá validar, aunque este plaguicida estuviera incluido en la LPE para otros grupos.

En el caso de la solicitud de un plaguicida nuevo no incluido en la Lista Pública de Ensayos, será necesario realizar los estudios adecuados con ese plaguicida al menos en la matriz solicitada y en este caso se podría emitir un resultado negativo como acreditado siempre que se garantice la calidad del mismo, aunque no se haya completado la validación.

5. EVALUACIÓN DE LA CALIDAD

Dada la complejidad de este tipo de análisis, es fundamental que el laboratorio implante procedimientos de control de calidad que garanticen la fiabilidad de los resultados de los ensayos. El programa de control de calidad constará de tres tipos de actividades diferenciadas:

- a) Actividades de control rutinarias, que se incluyen con cada tanda de ensayo y que estarán documentadas en el propio procedimiento de ensayo, incluirán el control del proceso de extracción (ej. mediante ensayos de recuperación, "surrogate" en cada muestra de la tanda, etc.) con un criterio de aceptación que será establecido por el laboratorio y que será coherente con los requisitos de validación previamente establecidos, verificación de la respuesta del equipo con una serie de plaguicidas representativos (los plaguicidas se irán cambiando con el tiempo para asegurar que a lo

largo de un año se ha evaluado el conjunto de todos los plaguicidas). Asimismo, el laboratorio incluirá otras actividades rutinarias, aunque no necesariamente con cada tanda de ensayo, en función de su sistemática de análisis como son el control de blancos (de reactivos, de matriz) control de linealidad etc.

- b) Actividades de control interno periódicas, que pueden ser el análisis de “muestras ciegas”, “muestras dobles” y/o materiales de referencia y otras, estas actividades deberán garantizar la inclusión de muestras positivas, tanto a nivel del límite de cuantificación como a niveles de interés (ej. LMR). Estas actividades deberán tener en cuenta especialmente las matrices incluidas en la Lista Pública de Ensayo tras realizar únicamente las comprobaciones indicadas en el apartado 4.2.1. La frecuencia de estos controles viene condicionada por el número de muestras y variedad de matrices que el laboratorio analice habitualmente.
- c) Participación en programas de intercomparación. Actualmente hay suficiente oferta de programas de intercomparación de análisis de plaguicidas y el laboratorio debe participar de forma regular en estos programas, como una herramienta necesaria para demostrar la validez de sus resultados de ensayo.

Nota- Si la participación es suficientemente elevada este tipo de actividad de control de calidad puede sustituir parcial o totalmente a las actividades indicadas en el apartado b.

Cuando el laboratorio elabora el programa de evaluación de la calidad (control interno y ensayos de aptitud o ejercicios de intercomparación) debe tener en cuenta toda la capacidad de análisis que se indica en el alcance de acreditación y no limitarse a las muestras y plaguicidas que habitualmente ensaya para evidenciar el mantenimiento de su competencia técnica para una acreditación flexible. En general, se considerará representativo del alcance de acreditación lo recogido en la Lista Pública de Ensayos.

Una adecuada planificación de las actividades de evaluación de la calidad puede asimismo ser una herramienta muy útil que permita de manera gradual a los laboratorios, la obtención de datos que pueden ser aprovechados para completar las validaciones.

6. REVISIÓN DE SOLICITUDES E INFORMES DE ENSAYO

Es necesario informar al cliente al recibir la solicitud de ensayo de las capacidades del laboratorio en función de la “Lista Pública de Ensayos” en vigor del laboratorio.

Las muestras que se presentan a ensayo pueden ser de muy diferente origen y con objetivos específicos. Habitualmente se analizan muestras para comprobar que cumplen los límites legislados. Hay que tener en cuenta que en algunos casos los límites han sido establecidos a nivel nacional, y por tanto pueden ser diferentes en los distintos países. También pueden llegar muestras a los laboratorios con el objeto de comprobar que se cumplen los límites de residuos de determinados plaguicidas establecidos en reglamentación o normalización específicas como es el caso de agricultura ecológica, producción integrada, producción controlada, etc. Ante esta problemática el laboratorio debe aclarar con el cliente en la revisión de la solicitud el objeto del análisis, la necesidad o no de realizar alguna validación adicional y el tipo de informe de ensayo que puede emitir en función de los resultados de estas validaciones.

La acreditación flexible implica el compromiso del laboratorio de ofrecer ensayos acreditados para cualquier plaguicida o matriz, incluido en el anexo técnico, independientemente de que dicho ensayo estuviese o no incluido en la ‘Lista Pública de Ensayos en vigor en el momento de ser solicitados.

Por tanto, en aplicación del apartado 6.3 punto a. del CEA-ENAC-01, si el laboratorio emite informes de ensayo en los que aparecen plaguicidas marcados como no cubiertos por la acreditación, el laboratorio deberá disponer de la solicitud expresa del cliente. No obstante, es importante recordar que la emisión sistemática de informes

de ensayo que incluyen plaguicidas no cubiertos por la acreditación puede poner en cuestión la acreditación de manera genérica para categorías de ensayo (ver apdo. 6.4 de CEA-ENAC-01).

En el caso de que el laboratorio tenga que realizar una validación adicional debe informar al cliente que puede darse la circunstancia de que los resultados que obtenga no sean aceptables y que en ese caso no podrá emitir resultados de ensayo. Cuando se dé esta situación el laboratorio debe garantizar que se implementan los procedimientos de gestión de trabajos no conformes y que se toman las medidas adecuadas. Finalmente, si el laboratorio concluye que existe alguna limitación técnica para determinadas combinaciones matriz/plaguicida podrá indicarlo en la LPE.

Al emitir los informes de ensayo se tendrán en cuenta además las siguientes consideraciones:

- Se indicarán todos los plaguicidas solicitados que forman parte del método multi-residuos del laboratorio, indicando para cada plaguicida el límite de cuantificación en el caso de métodos cuantitativos y el límite de detección en el caso de métodos cualitativos.
- Si al informar sobre la cantidad de un plaguicida confirmado y cuantificado se ha tenido en cuenta el factor de corrección, se indicará este hecho en el informe, especificando el factor aplicado.
- En el caso de aquellos plaguicidas para los que el residuo incluye más de un componente, el laboratorio preferentemente informará de acuerdo con la definición regulada del residuo. No obstante, puede informar sólo de aquellos componentes individuales que se hayan determinado (ej. sustancia activa, productos de degradación, etc.) sin hacer mención en estos casos al LMR, excepto en caso de que el resultado obtenido no ofrezca dudas respecto al incumplimiento del LMR.

7. PROCESO DE EVALUACIÓN

Los laboratorios que soliciten la acreditación flexible para este tipo de análisis por primera vez, deberán indicar que es de su interés disponer de una acreditación en la que se indiquen de forma genérica las matrices y/o plaguicidas a analizar según se desarrolla en este documento.

Se deberá rellenar la solicitud de acreditación adjuntando además de lo indicado en dicha solicitud:

- Formato “alcance de acreditación” reflejando en el mismo la propuesta de anexo técnico.
 - Lista de ensayos validados, en esta lista se debe reflejar:
 - i) cada matriz validada junto con los correspondientes plaguicidas validados incluyendo su límite de cuantificación/rango de medida (ver apartado 4.1); ii) cada matriz junto con los correspondientes plaguicidas, para la que se han realizado las comprobaciones necesarias para poder emitir un informe de ensayo acreditado (ver apartado 4.2.1).
- En la lista se deben incluir las fechas de realización de las actividades de validación y de comprobación de matrices.
- Propuesta de la futura “Lista Pública de Ensayos” (véase apartado 3.2).
 - Procedimiento/s de ensayo, en el caso de que alguna de las fases del procedimiento (preparación de patrones, realización de la recta de calibrado...) se desarrolle en otros documentos referidos en el procedimiento de ensayo, es necesario adjuntar todos ellos.
 - Procedimiento/s de validación, los documentos que reflejen su estrategia de validación, incluyendo sus criterios de selección de matrices y plaguicidas representativos, así como su procedimiento de validación.
 - Documentos que recojan la sistemática de gestión del alcance flexible, incluyendo el tratamiento de trabajos de ensayo no conformes.

Durante la fase de ejecución de ensayos de la auditoría, se puede solicitar la realización de ensayos en matrices y/o plaguicidas incluidos en el alcance de acreditación, pero no previamente validados por el laboratorio, es decir, no incluidos en la propuesta de Lista Pública de Ensayos. Se informará de esta situación con al menos 15 días de antelación para que el laboratorio aplique sus procedimientos y realice las validaciones oportunas previamente a la auditoría. Durante la auditoría se comprobarán los resultados de las validaciones y se presenciara la realización del ensayo. Las actividades de evaluación adicionales que conlleva la acreditación de manera genérica pueden implicar un incremento en el tiempo necesario para la realización de la correspondiente auditoría.

8. MANTENIMIENTO DE LA ACREDITACIÓN

Durante las auditorías de seguimiento se comprobará la implantación y eficacia del control establecido por el laboratorio para la gestión de la Lista Pública de Ensayos. El laboratorio debe evidenciar que mantiene su capacidad técnica y que utiliza la sistemática definida.

Para ello tres meses antes de la fecha prevista para el seguimiento, el laboratorio enviará la Lista Pública de Ensayos y la Lista de Ensayos Validados que incluya los plaguicidas que no se hayan validado de forma completa (ver apartado 4.2.2), el procedimiento de ensayo y el de validación si se han modificado.

Si el laboratorio hubiera emitido informes de ensayo acreditados sin cumplir los requisitos establecidos en el presente procedimiento ENAC tomará las medidas que considere oportunas.

Asimismo, en función de la naturaleza, implicaciones y gravedad de los posibles incumplimientos detectados, en lo que respecta a la acreditación de manera genérica, y sin perjuicio de lo establecido en el procedimiento de acreditación, ENAC podría decidir modificar el alcance limitándolo a las matrices y/o plaguicidas incluidos en la Lista Pública de Ensayos.

9. REFERENCIAS

- EA-2/15 "EA Requirements for the Accreditation of Flexible Scopes".
- NT18 Laboratorios de Ensayo: Acreditación para Categorías de Ensayo.
- Reglamento (CE) nº 396/2005 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 23 de febrero de 2005, relativo a los límites máximos de residuos de plaguicidas en alimentos y piensos de origen vegetal y animal.
- UE-LMR de plaguicidas https://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-db_en.
- Documento Nº SANTE/12682 /2019 Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed.
- CAC/GL 40-1993 Directrices sobre buenas prácticas en el análisis de residuos de plaguicidas www.codexalimentarius.net.
- Decisión 2002/657/CE Decisión de la Comisión de 12 de agosto de 2002 por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados ².

La edición en vigor de este documento está disponible en www.enac.es. Las organizaciones acreditadas deben asegurarse de que disponen de la edición actualizada.

Puede enviar a ENAC sus puntos de vista y comentarios en relación con este documento, así como sus propuestas de cambio o de mejora para futuras ediciones, en la siguiente dirección (calidad@enac.es) indicando en el asunto el código del documento.

² Se considera que la Decisión 657/CE/2002 puede ser de aplicación en el análisis de residuos de plaguicidas en alimentos de origen animal.