

# 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 - Correo electrónico: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org) - [www.codexalimentarius.org](http://www.codexalimentarius.org)

Tema 12 del programa

CX/PR 23/54/14

Abril de 2023

## PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

### COMITÉ DEL CODEX SOBRE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Quincuagésima cuarta reunión  
Beijing (República Popular China)  
26 de junio - 1 de julio de 2023

#### DOCUMENTO DE DEBATE SOBRE EL SEGUIMIENTO DE LA PUREZA Y LA ESTABILIDAD DEL MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO DE PLAGUICIDAS DE MÚLTIPLES CLASES DURANTE EL ALMACENAMIENTO PROLONGADO

(Preparado por el Grupo de trabajo por medios electrónicos bajo la Presidencia de la India y Copresidencia de la Argentina e Irán [República Islámica del])

Los miembros y observadores del Codex que deseen presentar observaciones sobre las recomendaciones que figuran en el párrafo 15 del Apéndice I deberán presentarlas como se indica en la carta circular CL 2023/38-PR, disponible en la página web del Codex<sup>1</sup>

#### INTRODUCCIÓN

1. El material de referencia (MR) para plaguicidas es el criterio para las mediciones analíticas que los laboratorios analíticos necesitan para el análisis exacto de los residuos de plaguicidas en los productos alimenticios y las muestras ambientales. El productor del material de referencia (PMR) determina y certifica la pureza del MR de acuerdo con las directrices internacionales. Los principales factores que limitan el MR que se utilizará para la determinación cualitativa y cuantitativa de residuos de plaguicidas en los alimentos son su vida útil limitada y alto costo recurrente.
2. El Comité del Codex sobre Residuos de Plaguicidas (CCPR), en su 51.<sup>a</sup> reunión (2019), sometió a consideración una solicitud relativa a la vida útil del material de referencia certificado (MRC) planteada por algunas delegaciones, del modo siguiente:
  - El MRC se utilizaba para muchos fines, como, por ejemplo, buenas prácticas agrícolas (BPA), datos de ensayos de campo supervisados, seguimiento de muestras de importación/exportación, etc.
  - La mayor parte del MRC mantiene la estabilidad después del plazo de validez mencionado en su certificado de análisis (CdA).
  - La restricción del uso del MRC después de la fecha de caducidad lleva a altos costos recurrentes para los laboratorios y, por lo tanto, debía considerarse la incorporación de orientación sobre el seguimiento de la pureza del MRC de plaguicidas de múltiples clases durante el almacenamiento prolongado.
3. El CCPR, en su 51.<sup>a</sup> reunión, decidió solicitar a la Argentina y la India que preparasen un documento de debate sobre el seguimiento de la pureza del MRC de plaguicidas de múltiples clases durante el almacenamiento prolongado, con el fin de examinarlo en la 52.<sup>a</sup> reunión del CCPR<sup>2</sup>.
4. En la 52.<sup>a</sup> reunión del CCPR (2021), la India presentó el tema en nombre de la Argentina y recordó al CCPR los antecedentes para el trabajo, el procedimiento de trabajo seguido en el desarrollo del documento de debate y los aspectos principales que fueron objeto de debate en el documento. La delegación informó al CCPR de que era necesario seguir trabajando en este tema y el Comité decidió establecer un grupo de trabajo por medios

<sup>1</sup> Página web del Codex/Cartas circulares:  
<http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/es/>

Página web del Codex/CCPR/Cartas circulares:  
<https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/committees/committee-detail/related-meetings/es/?committee=CCPR>

<sup>2</sup> REP19/PR51, párrs. 182-184 y 186

electrónicos (GTE) bajo la dirección de la India, para desarrollar más el documento de debate y examinarlo en la 53.ª reunión del CCPR<sup>3</sup>.

5. En la 53.ª reunión del CCPR (2022), la India, en calidad de Presidente del GTE y en nombre de los copresidentes (Irán y Argentina), presentó el tema y recordó la solicitud relativa a la limitación del uso del MRC después de la fecha de caducidad que lleva a altos costos recurrentes para los laboratorios y la perturbación del comercio, y por lo tanto, la necesidad de unas directrices armonizadas sobre el seguimiento de la pureza del MRC de plaguicidas de múltiples clases durante el almacenamiento prolongado. Dichas directrices permitirían utilizar el MR después de la fecha de caducidad cuando la verificación se realizara de acuerdo con las directrices internacionales proporcionadas por el Codex. El uso de MRC caducado con pureza verificada tendría una repercusión económica por el ahorro del costo de adquisición de MRC reciente, especialmente en los países en desarrollo.
6. La CCPR, en su 53.ª reunión, examinó la propuesta de nuevo trabajo y tomó nota del apoyo para el trabajo. En respuesta a las sugerencias formuladas por algunos miembros para que se consultara al CCMAS, la Secretaría del Codex aclaró que, dado que la propuesta que se examinaba era específica para los plaguicidas, el trabajo era competencia del CCPR. La Secretaría de la JMPR observó que el uso de MRC para plaguicidas era importante para el establecimiento y la implementación de CXL del Codex, y el logro de los objetivos del Codex, es decir, proteger la salud de los consumidores y facilitar el comercio.
7. Tras las deliberaciones detalladas sobre el trabajo propuesto, la CCPR, en su 53.ª reunión, decidió<sup>4</sup>:
  - i. restablecer el GTE, presidido por la India y copresidido por la Argentina e Irán (República Islámica del), que trabajaría solo en inglés y español, para refinar el documento de debate y la propuesta de nuevo trabajo teniendo en cuenta las observaciones formuladas durante la sesión y las presentadas por escrito a la sesión, y desarrollar aún más y explicar con mayor claridad la justificación para el nuevo trabajo.
  - ii. alentar a todos los miembros y observadores a participar activamente en el GTE, en especial aquellas delegaciones que habían intervenido durante la reunión, en particular: China, Japón, Singapur, Egipto e IFT, para facilitar el examen y la adopción de decisiones sobre este tema en la 54.ª reunión del CCPR.

#### **PROCEDIMIENTO DE TRABAJO Y PUNTOS CLAVE DE DEBATE**

8. Sobre la base de las observaciones recibidas de los miembros y observadores durante la 53.ª reunión del CCPR, el documento de debate fue refinado ampliando el alcance del documento al material de referencia (MR) con pureza conocida especificada por los PMR en el certificado de análisis (CdA) y la inclusión de los criterios y definiciones de aceptabilidad. El documento se distribuyó entre los miembros del GTE en el foro en línea del Codex para recabar observaciones. En la primera ronda, se recibieron observaciones de México, Alemania, los Estados Unidos de América, Uruguay y el Instituto de Tecnólogos de Alimentos (IFT).
9. En general, todos los miembros del GTE apoyaron la elaboración del documento de debate. La mayoría de los miembros destacaron la eliminación de los ensayos de aptitud para la evaluación de la pureza del MR, la ampliación al 5% de los criterios de aceptabilidad de la pureza del MR y la inclusión de definiciones de estabilidad y pureza. El documento de debate fue revisado y subido al foro por la Presidencia invitando a los miembros y observadores del GTE a formular la segunda ronda de observaciones. En la segunda ronda, Tailandia, Chile, China, los Estados Unidos de América (EE. UU.), el Canadá y Mauricio presentaron sus observaciones en el foro. De acuerdo con las observaciones, el documento de debate ha sido modificado para incluir la propuesta revisada de nuevo trabajo, la referencia a la Guía ISO 80, la inclusión de material de control de la calidad (MCC) en las definiciones y los cambios propuestos en el protocolo analítico.

#### **RESUMEN DE LA INFORMACIÓN PRESENTADA EN EL DOCUMENTO**

10. El objetivo de este documento de debate (Apéndice I) es presentar la información sobre los antecedentes relativa al trabajo realizado sobre el seguimiento de la pureza y estabilidad del MR, el resumen del trabajo realizado por los organismos nacionales/internacionales, los vacíos de conocimiento, las dificultades y los enfoques. En el Apéndice II se presenta la propuesta de nuevo trabajo sobre las directrices para el seguimiento de la pureza del material de referencia de los plaguicidas durante el almacenamiento prolongado. En el Apéndice III figura el esbozo de las directrices propuestas para el seguimiento de la estabilidad de la pureza del material de referencia de los plaguicidas durante el almacenamiento prolongado. Las definiciones de las diversas terminologías utilizadas en el documento de debate se han incluido en el anexo al Apéndice III. En el Apéndice IV figura una lista de los miembros y observadores del GTE.

---

<sup>3</sup> REP21/PR52, párrs. 198-201

<sup>4</sup> REP22/PR53, párrs. 235-242

## APÉNDICE I

### **DOCUMENTO DE DEBATE SOBRE LAS DIRECTRICES PARA EL SEGUIMIENTO DE LA ESTABILIDAD DE LA PUREZA DEL MATERIAL DE REFERENCIA DE LOS PLAGUICIDAS DURANTE EL ALMACENAMIENTO PROLONGADO (Para examen por el CCPR)**

#### **ANTECEDENTES**

1. El material de referencia (MR) de plaguicidas de múltiples clases se utiliza normalmente en la determinación de residuos de plaguicidas, la validación del método, el control y garantía de calidad, ensayos de aptitud, comparación entre laboratorios, asignación de valores a propiedades especificadas, etc. por los laboratorios de análisis de residuos de plaguicidas. El MR es el criterio para el análisis de residuos de plaguicidas en diversos productos alimenticios y muestras ambientales.
2. Según la Nota 7 de la solicitud de material de referencia europeo (MRE), los certificados del MR tienen fechas de caducidad limitadas. Sin embargo, existe la posibilidad de prolongar el período de validez del MR, siempre que los usuarios recopilen la información necesaria relacionada con la estabilidad del MR. Su estabilidad se puede evaluar mediante la creación de gráficos de control de calidad, la comparación de los valores certificados del MR caducado con el nuevo MR, y mediante un rendimiento satisfactorio en los ensayos de aptitud (Linsinger, 2019).
3. Roelandts y Gladney (1998) indicaron que el MR caducado con valores de consenso establecidos, puede utilizarse para demostrar la repetibilidad en un sistema de medición.
4. Los experimentos de validación a largo plazo intralaboratorios y entre laboratorios realizados en el Laboratorio de Residuos de Plaguicidas (LRP) en ICAR-Instituto Indio de Investigación Agrícola, Nueva Delhi (India), para evaluar la pureza de los patrones y soluciones madre de 89 MR de plaguicidas de múltiples clases almacenados a -25°C después de su fecha de caducidad revelaron que cuando el MR se almacena en mejores condiciones que las recomendadas por los PMR durante un período de más de tres años, la pureza de la mayoría del MR se mantiene óptimamente estable (Sharma *et al.* 2020). El estudio mostró que más del 96 % del MR permaneció óptimamente estable con respecto a su pureza observada incluso después de su fecha de caducidad de acuerdo con el CdA.
5. El rendimiento del MR válido y caducado también fue evaluado a través de 44 puntajes z para 15 MR caducados y 29 MR válidos obtenidos en 14 programas de EA internacionales y nacionales realizados por los proveedores internacionales de muestras de EA, como EUPT- Laboratorio de Referencia de la Unión Europea, España; FAPAS- Sistema de Evaluación del Rendimiento del Análisis de Alimentos, Reino Unido; y APLAC- Cooperación de Acreditación de Laboratorios de Asia y el Pacífico, Australia. La comparación entre laboratorios de seis MR seleccionados aleatoriamente caducados y válidos fue analizada mediante cromatografía líquida-espectroscopia de masas (LC-MS/MS) en tres laboratorios diferentes con la acreditación ISO 17025 y la desviación porcentual media entre el porcentaje de pureza fue de -2,35 a +0,95% (Sharma *et al.* 2020).
6. Dorweiler et al. (2016) llevaron a cabo un estudio de envejecimiento acelerado simulado de mezclas de MR multicomponentes de 528 plaguicidas y sus metabolitos/productos de degradación en fase de solución a temperatura estresada de 50°C, y las muestras analizadas al período de tiempo del día 0, 1,5, 3 y 6 que simulaba el tiempo de almacenamiento de 0, 6, 12 y 24 meses. Del estudio se desprendió que el 65 % del MR se mantuvo estable hasta 24 meses, el 19% mostró una estabilidad en el límite, y alrededor del 16 % fue significativamente inestable. Por consiguiente, incluso en la fase de solución, la mayoría del MR mantuvo su estabilidad hasta 24 meses.
7. Los experimentos de validación a largo plazo intralaboratorios y entre laboratorios se realizaron también en el laboratorio de la NVWA en Ámsterdam (Países Bajos) para evaluar la estabilidad en el almacenamiento de los patrones y las soluciones madre de plaguicidas-LC (de Kok *et al.* PO006pdf, 2019). La estabilidad de los patrones del MR se evaluó mediante la medición continua de las soluciones madre viejas y nuevas, y las soluciones de la mezcla de calibración, a largo plazo. Del estudio se desprendió que la estabilidad de la mayoría de los patrones de referencia de plaguicidas llega hasta 15 años, y en soluciones madre (en tolueno o MeOH), a -18° C, hasta 10 años.
8. En la norma 17025:2017 de la Organización Internacional de Normalización (ISO)/Comisión Electrotécnica Internacional (IEC) se recomiendan ensayos de aptitud (EA) para los laboratorios de prueba y calibración. La norma internacional ISO/IEC 13528:2015 es complementaria a la norma ISO/IEC 17043 que proporciona orientación detallada sobre el uso de métodos estadísticos en EA. Si durante los programas de EA se obtienen resultados correctos/exactos, se puede inferir que el MR utilizado en el programa ha mantenido su pureza.

## RESUMEN DE LA LABOR REALIZADA POR OTRAS ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

9. Los requisitos de la pureza del MR se destacan en varias normas de la Organización Internacional de Normalización (ISO). La Guía ISO 30 (2015) se refiere a los términos y definiciones del material de referencia, la Guía ISO 31 (2015) proporciona el contenido de los certificados, etiquetas y documentación de acompañamiento del material de referencia, la Guía ISO 33 (2015) hace hincapié en las buenas prácticas en el uso de material de referencia, y la Guía ISO 35 (2017) proporciona orientación para la caracterización y evaluación de la homogeneidad y la estabilidad. La Guía ISO 34 (2009) e ISO 17034:2016 se refieren a los requisitos generales para la competencia de los productores de material de referencia. La certificación del material de referencia se lleva a cabo de acuerdo con los requisitos de las Guías ISO que publica ISO REMCO (Comité de la Organización Internacional de Normalización para Material de Referencia) para producir y certificar el material de referencia. El sistema de medición de la calidad ISO/IEC 17025 hace hincapié en el uso de material de referencia de PMR que cumplen con los requisitos de ISO 17034. La Guía ISO 80 (2014) proporciona orientación para la preparación interna de material de control de calidad (MCC) que es un tipo de MR utilizado para fines de control interno de la calidad en un laboratorio. Las directrices de SANTE (2017) proporcionan procedimientos analíticos de control de calidad y validación de métodos para el análisis de residuos de plaguicidas en alimentos y piensos.

## LAGUNAS DE CONOCIMIENTO Y DIFICULTADES

10. La vida útil limitada, la disminución, con el tiempo, de la pureza y el alto costo recurrente son los principales factores que limitan el uso del MR para la determinación de residuos de plaguicidas en los alimentos. La fecha de caducidad recomendada en el certificado de análisis (CoA) limita el uso del MR después de su caducidad. Esto conduce a un alto costo recurrente para la adquisición de nuevo MR por parte de los laboratorios que trabajan en el campo del análisis de residuos de plaguicidas múltiples. La eliminación del MR caducado también es un gran reto ambiental a nivel mundial.
11. La falta de disponibilidad de protocolos analíticos estandarizados para el seguimiento de la estabilidad de la pureza del MR antes y después de la caducidad es uno de los principales vacíos de conocimiento en la utilización prolongada del MR de plaguicidas para el análisis de residuos de plaguicidas después de su caducidad. No hay información disponible sobre los procedimientos estandarizados.
12. Ninguno de los organismos internacionales, órganos intergubernamentales o países ha proporcionado orientación sobre el uso del MR después de su caducidad.

## ENFOQUES

13. Deben desarrollarse protocolos analíticos estándar para el seguimiento de la estabilidad de la pureza del MR antes y después de la caducidad. Los criterios para la pureza aceptable del MR después de la caducidad proporcionarán orientación a los laboratorios de análisis de residuos de plaguicidas para el uso prolongado del MR con pureza aceptable después de su fecha de caducidad especificada en el certificado de análisis (CdA).

## CONCLUSIONES

14. El documento de debate ofrece la justificación sobre la necesidad de armonizar los conceptos y criterios para el seguimiento de la estabilidad de la pureza del MR para seguir utilizándolo después de su fecha de caducidad. El uso en los sistemas de medición de MR caducado con la pureza verificada no solo garantizará la continuidad de su uso en los laboratorios, sino que tendrá también una repercusión económica por el ahorro de costes de adquisición de nuevo MR y solucionará las dificultades de la eliminación del MR caducado en el medio ambiente.

## RECOMENDACIONES

15. El GTE recomienda al CCPR que, en su 54.ª reunión:
  - (i) examine la propuesta de nuevo trabajo sobre el seguimiento de la estabilidad de la pureza del material de referencia de plaguicidas durante el almacenamiento prolongado (Apéndice II) en función de la información proporcionada en el documento de debate (Apéndice I);
  - (ii) revise el esbozo del nuevo trabajo propuesto (Apéndice III) para proporcionar directrices generales para el desarrollo ulterior del documento en el Grupo de trabajo por medios electrónicos (GTE) si se llega a un acuerdo para continuar con el nuevo trabajo; y de ser así,
  - (iii) establezca un GTE para preparar directrices para el seguimiento de la estabilidad de la pureza del material de referencia de los plaguicidas durante el almacenamiento prolongado sobre la base del esbozo presentado en el Apéndice III, para su consideración por el CCPR, en su 55.ª reunión (2024).

**REFERENCIAS**

CCPR51-April, 2019, Report of the 51<sup>st</sup> Session of the Codex Committee on Pesticide Residues, Haikou, P.R. China, 8 - 13 April, 2019.

CCPR53-July, 2022, Report of the 53<sup>rd</sup> Session of the Codex Committee on Pesticide Residues (Virtual), 4-8 July, 2022.

de Kok, A., de Kroon, M. and Scholten, J. (PO 006 pdf, 2019). Stability of pesticides reference standards and stock solutions Part 2. LC-pesticides NVWA - Netherlands Food and Consumer Product Safety Authority, Laboratory of Food and Feed Safety-Chemistry Laboratory, National Reference Laboratory (NRL) for Pesticide Residues in Food and Feed, Wageningen, The Netherlands.

Dorweiler, K. J., Gurav, J. N., Walbridge, J. S., Ghatge, V. S., and Savant, R. H. (2016). Determination of stability from multicomponent pesticide mixes. *J. Agric. Food Chem.* 64, 6108-6124. DOI: 10.1021/acs.jafc.5b05681

ISO 13528:2015, Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparison, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2015, pp.89

ISO Guide 30:2015, Reference materials - Selected terms and definitions, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2015.

ISO Guide 31:2015, Reference materials—contents of certificates, labels and accompanying documentation, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, Geneva, 2015.

ISO Guide 33:2015, Reference materials - Good practice in using reference materials, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2015.

ISO Guide 34: 2009, General requirements for the competence of reference material producers, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2009.

ISO Guide 35:2017, Reference materials—guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2017.

ISO Guide 80:2014, Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs), International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2014.

ISO 17034:2016, General requirements for the competence of reference material producers, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2016.

ISO/IEC 17025:2017, General Requirements for the Competence of Calibration and Testing Laboratories, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, Geneva, 2017.

ISO/IEC 17043:2010, Conformity assessment - General requirements for proficiency testing, International Organization for Standardization (ISO), Geneva, 2010.

Linsinger, T. (2019). European Reference Materials Application Note 7: Prolonging the validity of reference material certificates. European Communities. pp 1-2

Roelandts, I. and Gladney, E. S. (1998). Consensus values for NIST biological and environmental standard reference materials. *Fresenius J. Anal. Chem.* 360(5):327-338.

SANTE (2022). Analytical quality control and Method validation procedures for Pesticide residues analysis in food and feed. SANTE/11312/2021, Implemented by 01/01/ 2022, European Commission Directorate General for Health and Food Safety.1-57.

Sharma, K. K., Tripathy, V., Gautam, R., Gupta, R., Tayade, A., Sharma, K., Yadav, R., Shukla, P., Devi, S., Pandey, P., Singh, G., Kalra, S., Walia, S. (2020). Monitoring of purity of CRMs of multiclass pesticides during prolonged storage before and after expiration. *Accreditation Qual. Assur.*, 25 (10), 89-97. 10.1007/s00769-019-01411-w.

## APÉNDICE II

### DOCUMENTO DE PROYECTO

#### **PROPUESTA DE NUEVO TRABAJO SOBRE DIRECTRICES PARA EL SEGUIMIENTO DE LA ESTABILIDAD DE LA PUREZA DEL MATERIAL DE REFERENCIA DE LOS PLAGUICIDAS DURANTE EL ALMACENAMIENTO PROLONGADO (Para examen por el CCPR)**

##### **1) Objetivo y ámbito de aplicación del trabajo**

Los residuos de plaguicidas en los productos alimenticios se han convertido en una preocupación para el comercio agrícola mundial que ha dado lugar a la aplicación de estrictas normas en materia de plaguicidas. Los análisis de plaguicidas de múltiples clases en la cadena alimentaria con medición y exactitud fiables requieren MR de pureza química conocida para garantizar la seguridad alimentaria, la calidad de los alimentos y el entorno seguro. La pureza, característica de un material de referencia, cuando se almacena en condiciones específicas, se refiere a la medición de la cantidad de un componente prevalente de una sustancia cuando solo está presente ese componente. En un sistema de medición de la calidad, se necesita MR con pureza certificada para determinar la cantidad del producto químico de referencia en la muestra.

Para controlar las plagas en diferentes productos alimenticios se utilizan más de 1 200 plaguicidas. Para la determinación cuantitativa de los residuos de estos plaguicidas en las matrices alimentarias, los laboratorios de ensayo necesitan su MR específico. Sin embargo, la vida útil limitada, la breve fecha de caducidad y el alto coste recurrente del MR actúan como los impedimentos principales para el análisis de residuos de plaguicidas.

Estos problemas se agravan para los laboratorios de análisis de residuos de plaguicidas múltiples situados en países en desarrollo, ya que están obligados a asignar una gran parte de sus fondos a la adquisición frecuente de costoso MR cuyo uso está restringido por la fecha de caducidad recomendada en su CdA.

Además, debido a las limitaciones de la cadena de suministro, algunos laboratorios reciben MR con una breve fecha de caducidad según el CdA. En tales situaciones, esto obliga a los laboratorios a comprar nuevos patrones y preparar nuevas soluciones madre con más frecuencia de lo necesario. Lo cual conduce a un trabajo adicional insuperable y a un aumento de los costos de laboratorio, especialmente para los compuestos para los que la estabilidad normalmente no es cuestionable. Además, el envío de MR por parte de los proveedores a los laboratorios aumenta el tiempo para la adquisición, lo que en un programa de control sostenible de residuos de plaguicidas crea obstáculos. Muchas veces, los países no pueden permitirse la compra frecuente de MR de alto costo para su trabajo de residuos de plaguicidas y seguridad alimentaria. Mucho MR se mantiene estable incluso después de la fecha de caducidad mencionada en el CdA y sigue conservando la validez de su pureza según el CdA. Por lo tanto, el MR puede utilizarse de forma continua en los laboratorios incluso después de la fecha de caducidad como MR válido siempre que cumpla con los requisitos de pureza.

Las directrices propuestas para el seguimiento de la estabilidad de la pureza del MR proporcionarán orientación a los laboratorios de análisis de residuos de plaguicidas para el uso prolongado de MR con pureza aceptable después de su fecha de caducidad. Estas directrices serán aplicables al MR de plaguicidas de múltiples clases de pureza conocida especificada por el PMR en el certificado de análisis (CdA).

##### **2) Pertinencia y oportunidad del trabajo**

La determinación exacta de los residuos de plaguicidas en los productos alimenticios es necesaria para la inocuidad de los alimentos, el establecimiento de LMR para plaguicidas, la superación de las barreras debido a los residuos de plaguicidas en los productos comercializados y otras aplicaciones. El MR con pureza especificada es necesario para la evaluación de la pureza y el análisis cualitativo y cuantitativo exacto (veracidad y/o precisión) de (los) ingrediente(s) activo(s) del plaguicida en materiales y formulaciones técnicas, soluciones madre, soluciones de trabajo, y para el análisis de residuos de plaguicidas en los productos alimenticios y en las muestras del suelo y el agua.

La determinación cualitativa y cuantitativa de los residuos de plaguicidas en los alimentos se puede lograr mediante el uso de MR de alta calidad, protocolos analíticos validados, sistemas de calidad integrales y personal competente involucrado en el funcionamiento del equipo analítico. El MR que conserve su pureza incluso después de su fecha de caducidad podrá seguir utilizándose tras la verificación de su pureza, que se especifica en el CdA.

En la actualidad, las agencias reguladoras de diferentes países no proporcionan directrices sobre la prolongación de la validez del MR después de la fecha de caducidad.

Por lo tanto, el trabajo propuesto sobre las directrices para el seguimiento de la estabilidad de la pureza del MR de plaguicidas de múltiples clases antes y después de su caducidad para el uso prolongado del MR es pertinente y oportuno para su examen por el Comité del Codex sobre Residuos de Plaguicidas (CCPR).

### **3) Principales aspectos que deben tratarse**

El objetivo central es utilizar el MR después de su fecha de caducidad especificada, para el análisis de residuos de plaguicidas en muestras de alimentos y el medio ambiente. El principal aspecto que debe abordarse es la elaboración de directrices armonizadas globales que permitan a los laboratorios controlar la estabilidad de la pureza del MR de los plaguicidas durante el almacenamiento prolongado (antes y después de su caducidad). Si la pureza del MR se considera aceptable, puede seguir permitiéndose su uso como MR después de su caducidad.

### **4) Evaluación con respecto a los *Criterios para el establecimiento de prioridades de trabajo***

#### **4.1 Criterio general**

El criterio general del nuevo trabajo propuesto es verificar la pureza del MR según lo especificado por el PMR antes y después de la caducidad mediante protocolos analíticos estandarizados para que el material que conserve su pureza según el CdA, incluso después de la caducidad, continúe utilizándose como MR válido.

#### **4.2 Criterios aplicables a las cuestiones generales**

##### **4.2.1 Ámbito de aplicación del trabajo y establecimiento de prioridades entre las diversas secciones del trabajo**

El CCPR reconoce la importancia del MR en el análisis de residuos de plaguicidas en los productos alimenticios y en el suelo y el medio ambiente acuático. Sin embargo, la falta de datos sobre la pureza del MR durante el almacenamiento prolongado y la ausencia de SOP para su análisis impiden su uso después del período de caducidad. Por lo tanto, el alcance del trabajo se priorizará de forma gradual como i) desarrollar SOP para el seguimiento de la pureza del MR y, ii) determinar su pureza a diferentes intervalos de tiempo dentro del período de caducidad y después del período de caducidad, iii) determinar si la pureza del MR es aceptable para su uso después de su caducidad, y iv) desarrollar directrices para el uso del MR por los laboratorios después de su fecha de caducidad.

##### **4.2.2 Aptitud del tema de la propuesta para la normalización**

El período de caducidad del MR de plaguicidas se determina en función de su tipo, clase, estructura química y condiciones de almacenamiento, como temperatura, humedad, etc. Los plaguicidas se utilizan a nivel mundial y estas directrices serían aplicables a todos los laboratorios con diferentes niveles de tecnología. Existen ciertas notas de solicitud de material de referencia europeo (MRE) que describen algunos aspectos prácticos asociados con el manejo y el uso del MR. Por consiguiente, la propuesta se considera apta para la normalización.

##### **4.2.3 Consideración de la magnitud global del problema o tema**

Los plaguicidas se utilizan en todo el mundo, por lo tanto, la elaboración de protocolos analíticos normalizados para el seguimiento de la pureza del MR de los plaguicidas para prolongar el uso después de su caducidad es de importancia mundial para garantizar la inocuidad de los alimentos y las prácticas de comercio justo para los productos agrícolas que son objeto de comercio internacional.

No se prevé ningún impedimento para el comercio internacional por disponer de una orientación internacional convenida sobre el uso de MR verificado caducado en el análisis de residuos de plaguicidas en productos alimenticios destinados a la exportación.

### **5. Pertinencia para los objetivos estratégicos del Codex**

El Plan estratégico del Codex 2020-2025 fundamenta la alta prioridad que la FAO y la OMS siguen asignando a la seguridad y la calidad de los alimentos, y guía a la Comisión del Codex Alimentarius en el cumplimiento de sus responsabilidades para realizar el mandato de proteger la salud de los consumidores y garantizar prácticas justas en el comercio de alimentos. El uso de MR para plaguicidas es importante para el establecimiento y la implementación de los límites máximos de residuos del Codex (CXL) y para lograr los objetivos del Codex. La elaboración de directrices para el seguimiento de la pureza del MR de los plaguicidas durante el almacenamiento prolongado es pertinente para los objetivos estratégicos del Codex.

### **6. Información sobre la relación entre la propuesta y otros documentos existentes del Codex, así como otro trabajo en curso**

No se dispone de ningún documento de directrices relacionado con el seguimiento de la estabilidad de la pureza del MR durante el almacenamiento prolongado ni el Codex lo está considerando en la actualidad.

### **7. Determinación de la necesidad y disponibilidad de dictámenes científicos de expertos**

Para la elaboración de estas directrices no se precisa ningún dictamen científico.

### **8. Determinación de cualquier necesidad de aportación técnica a la norma procedente de órganos externos**

Para la elaboración de este documento se tendrá en cuenta el asesoramiento de la FAO, la OMS y la Secretaría de la JMPR según corresponda. Otros documentos publicados por organizaciones internacionales, como las directrices SANTE, ISO e informes de investigación pertinentes en la literatura se han utilizado como referencia para desarrollar el documento de directrices.

**9. El calendario propuesto para la finalización del nuevo trabajo, incluida la fecha de inicio y la fecha propuesta para su aprobación por la Comisión**

A reserva de la aprobación por la Comisión del Codex Alimentarius (CAC), las Directrices serán examinadas por el CCPR, en su 54.ª reunión (2023), y deben finalizarse para su adopción por la CAC en 2025 o antes.



### APÉNDICE III

#### **DIRECTRICES PROPUESTAS PARA EL SEGUIMIENTO DE LA ESTABILIDAD DE LA PUREZA DEL MATERIAL DE REFERENCIA DE LOS PLAGUICIDAS DURANTE EL ALMACENAMIENTO PROLONGADO**

–Esbozo–

(Para examen por el CCPR)

#### **OBJETIVO**

1. La finalidad de estas Directrices es proporcionar un marco que podría ayudar a los laboratorios a controlar la estabilidad de la pureza del material de referencia (MR) de los plaguicidas durante el almacenamiento prolongado e identificar el MR caducado con pureza persistente. Permitirá a los laboratorios que participan en el análisis de residuos de plaguicidas en los productos alimenticios y en las muestras ambientales superar las deficiencias asociadas con el MR y utilizarlo después de su fecha de caducidad mencionada en el certificado de análisis (CdA).
2. Este documento es aplicable al MR sólido/líquido de plaguicidas con pureza especificada en el CdA emitido por un productor de material de referencia (PMR) conforme a ISO 17034. Comprende las condiciones de almacenamiento que deben mantenerse y las mediciones cuantitativas que deben realizarse para controlar la pureza del MR antes y después de su período de caducidad.

#### **CONDICIONES DE ALMACENAMIENTO DEL MATERIAL DE REFERENCIA**

3. Las condiciones de almacenamiento del MR son especificadas por los PMR en el CdA ya que el MR puede degradarse a alta temperatura y bajo otros factores ambientales.
4. Si un laboratorio mantiene el MR en mejores condiciones de almacenamiento que las recomendadas por los PMR (es decir, temperatura más baja que la recomendada sin exposición a la luz y la humedad), el grado de degradación del MR se reduce considerablemente. En tales condiciones, la fecha de caducidad recomendada por los PMR puede prolongarse según corresponda para un MR hasta una fecha que permita el almacenamiento hasta 10 años o mientras los valores certificados de las propiedades mencionados en el certificado de análisis (CdA) se mantengan bien ( $\leq \pm 10\%$ ) (SANTE<sup>1</sup>, 2022). Otro estudio reveló que la estabilidad de la solución de referencia del plaguicida alcanza hasta 15 años, y la de la solución madre hasta 10 años (de Kok *et al.* PO006pdf, 2019).
5. Para evitar la degradación del MR, los viales deben colocarse en un tubo cerrado herméticamente/envases sellados y almacenarse inmediatamente en el refrigerador a  $\leq -25^\circ\text{C}$  ((Sharma *et al.* 2020).

#### **PROTOCOLO ANALÍTICO PARA DETERMINAR LA PUREZA DEL MR**

6. En el momento de adquisición, la pureza del MR se determina bajo las condiciones analíticas mencionadas en el CdA utilizando los protocolos analíticos recomendados o cualquier protocolo analítico adecuado ((HPLC<sup>2</sup>-DAD<sup>3</sup>/HPLC-UV<sup>4</sup>/GC<sup>5</sup>-FID<sup>6</sup>/GC-ECD<sup>7</sup>/LC<sup>8</sup>-MS<sup>9</sup>/GC-MS y otros detectores que se utilizan normalmente) en cuanto a tiempo de retención (TR en minutos) y porcentaje de área de pico, mediante la inyección de una solución de concentración adecuada preparada en un disolvente orgánico.
7. La pureza del MR durante el almacenamiento prolongado debe controlarse de forma periódica, preferiblemente cada dos años y compararse con la pureza del MR que se menciona en el CdA, antes y después de su caducidad utilizando el mismo protocolo analítico. El análisis debe realizarse en un laboratorio con acreditación ISO 17025.
8. Si la desviación en la pureza del MR después de la caducidad se encuentra dentro del 5%, el analito en el MR es aceptable y, por lo tanto, puede tenerse en cuenta para su uso prolongado como MR.
9. Durante el almacenamiento deben mantenerse los registros gravimétricos del MR.

---

<sup>1</sup> Dirección General de Salud y Seguridad Alimentaria, Comisión Europea (SANTE)

<sup>2</sup> Cromatografía líquida de alta resolución

<sup>3</sup> Detección por red de diodos

<sup>4</sup> Espectroscopia ultravioleta

<sup>5</sup> Cromatografía de gases

<sup>6</sup> Detector de ionización de llama

<sup>7</sup> Detector de captura de electrones

<sup>8</sup> Cromatografía líquida

<sup>9</sup> Cromatografía de masas

## ANEXO

### DEFINICIONES

#### Material de referencia (MR)

El material de referencia es un material primario que es suficientemente homogéneo y estable con respecto a una o más propiedades especificadas, y que se ha demostrado que es apto para su uso previsto en un proceso de medición.

#### Certificado de análisis (CdA)

Documento que proporciona la información relevante sobre la pureza certificada, la fecha de caducidad de la concentración y la incertidumbre de medición de un MR.

#### Material de referencia certificado (MRC)

Un material de referencia certificado es una clase específica de material de referencia, en el que los valores de sus propiedades (pureza, concentración, etc.) se determinan y certifican de acuerdo con principios metroológicos utilizando protocolos internacionales de mejores prácticas establecidos según las directrices de la ISO. Proporciona un punto de referencia para que los laboratorios analíticos entreguen resultados precisos y comparables. Los laboratorios de ensayo utilizan material de referencia certificado para calibrar los instrumentos de medición, evaluar los procedimientos de ensayo y con fines de control de calidad.

#### Pureza

Característica de un material de referencia, cuando se almacena en condiciones específicas; medición de la cantidad de un componente prevalente de una sustancia cuando solo está presente ese componente.

#### Productor de material de referencia (PMR)

Empresa, organización o agencia acreditada según la Guía ISO 34:2009 que produce material de referencia y autoriza sus valores de propiedad, y emite un certificado de análisis para el material de referencia.

#### Estabilidad

Pruebas del material de referencia certificado (MRC) utilizando mediciones "isócronas" basadas en el diseño de almacenamiento (almacenamiento del MRC a diferentes temperaturas  $\leq 25^{\circ}\text{C}$  durante períodos de tiempo diferentes). Todas las mediciones se realizan al mismo tiempo y se comparan con estudios de estabilidad a largo plazo utilizando el tiempo de referencia o la temperatura de referencia.

#### Ensayos de aptitud (EA)

Los ensayos de aptitud son la comparación entre laboratorios que permite a los laboratorios controlar la calidad de sus resultados analíticos. Determinan el rendimiento de los laboratorios individuales para ensayos o mediciones específicas y se utilizan para evaluar el rendimiento continuo de los laboratorios. El laboratorio recibe y analiza una muestra (o muestras) desconocida(s), los resultados del laboratorio se devuelven al proveedor del EA, se realiza un análisis estadístico de los resultados de todos los laboratorios, y el laboratorio individual recibe los datos sobre su rendimiento en comparación con todos los demás laboratorios.

#### Material de control de la calidad (MCC)

El MCC es MR y su función principal es proporcionar a los laboratorios un medio económico para verificar la precisión de sus procedimientos de prueba de rutina de forma regular. El MCC también se conoce como material de referencia interno, muestras de control de calidad, cuyos valores de propiedad son lo suficientemente homogéneos, estables y bien establecidos para ser utilizados para mantener o verificar los procesos medidos. Un MCC no tiene valores de propiedad o incertidumbres formalmente asignados y se caracteriza solo por un alcance limitado (un número limitado de valores de propiedad) y para aplicaciones de laboratorio específicas.

**APÉNDICE IV****LISTA DE PARTICIPANTES:****Presidente: India**

Dr. Vandana Tripathy  
 Network Coordinator & Principal Scientist  
 All-India Network Project on Pesticide Residues  
 ICAR- Indian Agricultural Research Institute, New Delhi

**Copresidentes****Argentina**

Codex Contact Point  
 Agroindustry Secretariat

**Irán**

Roya Noorbakhsh  
 ISIRI

**PAÍSES MIEMBROS****Argentina**

Carla Serafino  
 Secretary of the Committee on Pesticide Residues  
 Codex Argentina

**Australia**

Karina Budd  
 Member Country  
 Department of Agriculture Water & the Environment

**Canadá**

Jian Wang  
 Member Country  
 Canadian Food Inspection Agency

**Chile**

Roxana Inés Vera Muñoz  
 Servicio Agrícola y Ganadero

**Chile**

Luis Yerko Honda Soto  
 Instituto De Salud Pública De Chile

**China**

Canping Pan  
 Member Country  
 China Agricultural University

**Costa Rica**

Alejandro Rojas Leon  
 Member Country  
 Servicio Fitosanitario del Estado

**Costa Rica**

Amanda Lasso Cruz  
 Member Country  
 Ministerio de Economía Industria y Comercio

**Costa Rica**

Ivania Morera Rodríguez  
 Servicio Fitosanitario del Estado  
 Alejandro Rojas Leon  
 Servicio Fitosanitario del Estado

**Costa Rica**

Tatiana Vásquez Morera  
 Servicio Fitosanitario del Estado-MAG

**Unión Europea**

Stephanos Kirkagalis  
 Policy Officer  
 European Commission  
 Directorate General for Healthy and Food Safety  
 Brussels, Belgium

**Unión Europea**

European Union Codex Contact Point  
 European Commission  
 Health and Food Safety  
 Directorate General  
 UnitD 2: Multilateral International Relations

**Egipto**

Mariam Barsoum Onsy  
 Member Country  
 Egyptian Organization for Standardization & Quality

**Alemania**

Florian Hägele  
 Member Country  
 Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Stuttgart

**India**

Codex-India  
 Codex Secretariat  
 Food Safety Standards and Authority of India

**Japón**

Hidetaka Kobayashi  
 Coordinator, Risk and Crisis Management  
 Food Safety Policy Division  
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries

**Japón**

Takahiro Watanabe  
 Section Chief, Division of Food Safety Information  
 National Institute of Health Sciences

**Japón**

Codex Japan  
 FAO/WHO  
 Ministry of Health, Labour, and Welfare

**Mauricio**

Shalini A. Neeliah  
 Member Country  
 Ministry of Agro-Industry and Food Security

**México**

Tania Daniela fosado Soriano  
 Member Country  
 Secretaría de Economía

**España**

Ana Lozano  
 Head of Pesticide Residue Department

**Suecia**

Niklas Montell  
 Swedish Food Agency

**Tailandia**

Chompoonuch Sentongkaew  
 Member Country  
 ACFS

**Tailandia**

Namaporn Attaviroj  
 ACFS (Codex Contact Point of Thailand)

**Estados Unidos de América**

Aaron Niman  
 Member Country  
 U.S. Environmental Protection Agency

**Estados Unidos de América**

Alexander Domesle  
 U.S. Department of Agriculture

**Estados Unidos de América**

Marie Maratos Bhat  
 Member Country  
 USDA-US Codex Office

**Estados Unidos de América**

Sara McGrath  
 Member Country  
 US FDA

**Uruguay**

Susana Franchi  
 FAO/OMS,  
 Dirección General de Servicios Agrícolas/M.G.A.P

**ORGANIZACIONES OBSERVADORAS****CropLife International**

Wibke Meyer  
 Observer Organization  
 Director of Regulatory Affairs

**Instituto de Tecnólogos de Alimentos (IFT)**

Timothy J Herman  
 Observer Organization

**Consejo Internacional de Asociaciones de Bebidas (ICBA)**

Simone SooHoo  
 Observer Organization  
 ICBA Secretariat and Director of Global Affairs  
 International Council of Beverage Association