



# **Sesión de Zoonosarios**

## **Centro Nacional de Alimentación**

### **Jornadas de Referencia**

### **15 junio 2022**



## Programa sesión de Zoosanitarios

- Actividades de referencia y nuevos objetivos  
Patricia Muñoz. CNA
- PT ésteres de hormonas en pelo WFSR-EURL  
Javier Arteaga. CNA
- Nueva estrategia de control de antibióticos en carne  
Rafael Pagán (Instituto Agroalimentario de Aragón & Universidad de Zaragoza)



# Actividades de referencia y nuevos objetivos

Patricia Muñoz

Servicio de Zoonos. CNA

## Referencias del CNA (1)

Grupo A : Sustancias con efecto anabolizante y sustancias no autorizadas

1. Estilbenos
3. Esteroides
4. Lactonas del ácido resorcílico (RALs)
5.  $\beta$ -agonistas
6. Cloranfenicol, nitrofuranos y dapsona

Anexo I de la  
Directiva 96/23/CE  
aún en vigor

Grupo B : Medicamentos veterinarios y contaminantes.

1. Antibacterianos
- 2f. Otras sustancias con actividad farmacológica:
  - Corticosteroides, carbadox y olaquinox
- 3e. Colorantes

(Medida transitoria  
hasta **14/12/2022**  
si no hay un acto  
delegado antes)

(1) Decisión de Ejecución 2016/1365/UE de la Comisión

## Referencias del CNA (1)

Grupo A : Sustancias con efecto anabolizante y sustancias no autorizadas

1. Estilbenos
3. Esteroides
4. Lactonas del ácido resorcílico (RALs)
5.  $\beta$ -agonistas
6. Cloranfenicol, nitrofuranos y dapsona

Anexo I de la  
Directiva 96/23/CE  
aún en vigor

Grupo B : Medicamentos veterinarios y contaminantes.

1. Antibacterianos
- 2f. Otras sustancias con actividad farmacológica:  
- Corticosteroides, carbadox y olaquinox
- 3e. Colorantes

(Medida transitoria  
hasta 14/12/2022  
si no hay un acto  
delegado antes)



(1) Decisión de Ejecución 2016/1365/UE de la Comisión

**Se prevé la publicación de un Reglamento delegado y un Reglamento de ejecución después del verano (derogación total de la Directiva 96/23/CE): NUEVO PNIR**

## Referencias del CNA (1)

Grupo A : Sustancias con efecto anabolizante y sustancias autorizadas

1. Estilbenos
3. Esteroides
4. Lactonas del ácido resorcílico (R)
5.  $\beta$ -agonistas
6. Cloranfenicol, nitrofurantoina, dapsona

Grupo B : Medicamentos veterinarios y contaminantes.

1. Antibacterianos
- 2f. Otras sustancias con actividad farmacológica:  
corticosteroides, carbadox y olaquinox
- 3e. Anticancerígenos

Decisión de Ejecución 2016/1365/UE de la Comisión

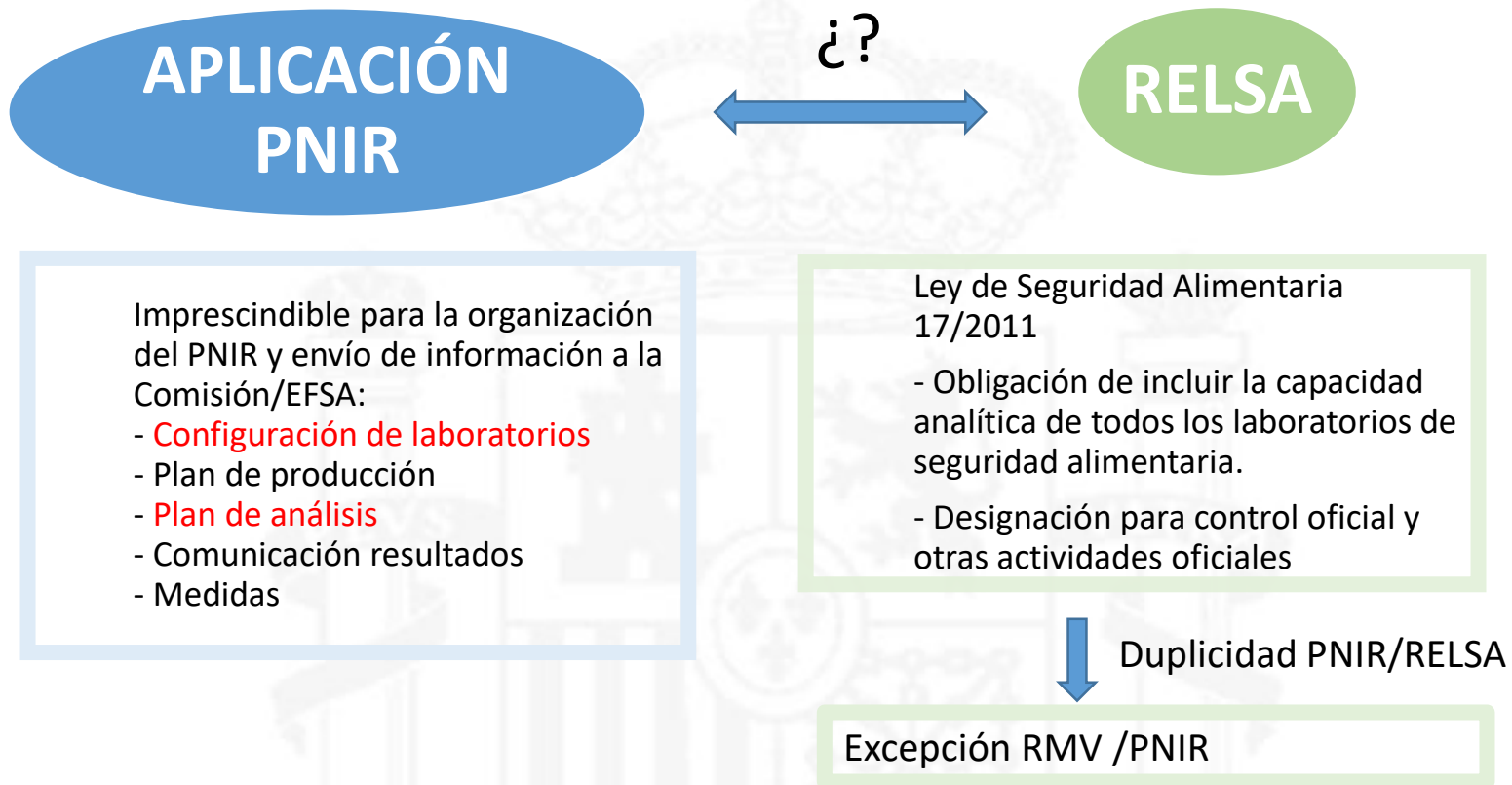
Nueva clasificación de sustancias farmacológicamente activas a final de 2022

Anexo I de la  
Directiva 96/23/CE  
aún en vigor

(Medida transitoria  
hasta 14/12/2022  
si no hay un acto  
delegado antes)



Se prevé la publicación de un Reglamento delegado y un Reglamento de ejecución después del verano (derogación total de la Directiva 96/23/CE):  
**CAMBIOS IMPORTANTES EN EL PNIR**



- Cambios importantes en el PNIR próximamente: se esperará para tomar una decisión en cuanto al “encaje” entre las 2 aplicaciones.
- De momento: \* **Aplicación PNIR imprescindible**  
\* **Configuración en RELSA voluntaria para RMV (PNIR).**

## Organización de ensayos de aptitud 2021: Antibióticos en músculo porcino 75-ZO-21

- ✓ Anunciado en CL N° 633 (2 julio 2021)
- ✓ Envío muestras: 21 de septiembre
- ✓ Fecha límite entrega de resultados: 20 de octubre
- ✓ 54 parámetros de diferentes familias evaluados (B1 + dapsona)
- ✓ Métodos:
  - ✓ Físico-químicos y microbiológicos / Criba y confirmación
  - ✓ Posibilidad de emplear más de un método
- ✓ Informe definitivo: 18 de febrero de 2022





## Organización de ensayos de aptitud 2021: Antibióticos en músculo porcino 75-ZO-21

- ✓ 4 muestras:
  - M 1: sulfadizina, sulfametoxipiridazina (suma 123  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) y cloxacilina (368  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
  - M 2: sin adicionar
  - M 3: eritromicina (249  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
  - M 4: doxiciclina (167  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
  
- ✓ 21 laboratorios participantes



# Organización de ensayos de aptitud 2021: Antibióticos en músculo porcino 75-ZO-21

## Métodos utilizados

De los 21 participantes:

- 14 lab realizaron confirmación LC-MS/MS (1 a 5 mét.)
- 14 lab realizaron cribado
  - 5 lab. cribado físico-químico
    - 4 LC-MS/MS
    - 1 LC-HRMS
  - 9 lab cribado microbiológicos (Test 4 y 5 placas, Explorer o combinaciones).
    - 7 lab participan con Test 4 placas
    - 1 lab participa con 2 cribados diferentes:
      - Combinación Explorer + QuinoScan
      - Test de 4 placas)

Participante	MÉTODOS UTILIZADOS			
	CRIBADO		CONFIRMACIÓN	
	Cribado microbiológico	Cribado físico-químico	Técnica	Nº de métodos empleados
1	TEST 5 PLACAS	-	LC-MS/MS	4
2	TEST 4 PLACAS	-	LC-MS/MS	3
3	-	LC-MS/MS	LC-MS/MS	1
4	TEST 4 PLACAS	-	-	0
5	-	-	LC-MS/MS	2
6	TEST 4 PLACAS	-	-	0
7	-	-	LC-MS/MS	2
8	-	-	LC-MS/MS	1
10	-	-	LC-MS/MS	1
11	-	LC-MS/MS	LC-MS/MS	1
12	TEST 4 PLACAS	-	-	0
13	-	LC-MS/MS	LC-MS/MS	2
14	-	-	LC-MS/MS	1
15	-	-	LC-MS/MS	1
16	-	-	LC-MS/MS	1
17	EXPLORER	-	-	-
18	-	LC-MS/MS	LC-MS/MS	4
19	-	LC-HRMS	LC-MS/MS	5
20	TEST 4 PLACAS	-	-	-
21	Explorer + QuinoScan	-	-	-
22	TEST 4 PLACAS	-	-	-
23	TEST 4 PLACAS	-	-	-

# Organización de ensayos de aptitud 2021: Antibióticos en músculo porcino 75-ZO-21

## Alcance métodos físico-químicos (14 lab)

- 7 laboratorios analizan > 70 %
- 7 laboratorios del 41 al 70 %

COMPUESTOS ANALIZADOS POR PARTICIPANTE (MÉTODOS FÍSICO-QUÍMICOS CRIBA Y CONFIRMACIÓN)											
	Quinolonas	Sulfamidas	Trimetoprima	Dapsona	Penicilinas	Cefalosporinas	Tetraciclinas	Macrólidos	Lincosamidas	TOTAL analizado	% analizado
Nº de compuestos analizados por participante	9	16	1	1	6	3	7	5	1	49	
1		7			2		7	3	1	20	41
2	9	3		1			7			22	45
3	7	14	1		3		4	3		34	69
5	6	10	1		2	2	7	1	1	30	61
7	2	10	1		4		4	1		22	45
8	9	15				3	7	4	1	39	80
10	6	15			3		7	3		36	73
11	9	15	1	1	6	2	7	3	1	47	96
13	9	16	1		3		4	4		39	80
14	9	16	1	1	6	3	7	3	1	49	100
15	9	12			3		4	3		33	67
16	9				1	1	7	3	1	24	49
18	9	16	1	1	6	2	4	3	1	45	92
19	6	16	1		6	1	7	4	1	42	86

- Sólo 3 lab. analizan todas las familias de antibióticos.
- Quinolonas, tetraciclinas y sulfonamidas son las familias que se controlan más efectivamente.

# Organización de ensayos de aptitud 2021: Antibióticos en músculo porcino 75-ZO-21

## Resultados relevantes

- En general, resultados satisfactorios (aunque el alcance debería ir aumentándose gradualmente)
- Los 7 lab. que han usado el Test de 4 placas:  
FALSO NEGATIVO en M1
- El resto de métodos aplicados (5 placas -1-, Explorer -1- y combinación Explorer QuinoScan -1-) han obtenido resultado satisfactorio.
- El laboratorio que participa con 2 técnicas de cribado diferentes:
  - Test 4 placas: FALSO NEGATIVO en M1
  - combinación Explorer QuinoScan: resultado satisfactorio

# Organización de ensayos de aptitud 2021: Antibióticos en músculo porcino 75-ZO-21

## Resultados relevantes

- Test de 4 placas:
  - RESULTADO COHERENTE CON LA INFORMACIÓN QUE SE TIENE SOBRE EL MÉTODO (no incluyen CC $\beta$  para la familia de sulfonamida, pero sí incluyen CC $\beta$  para la familia de penicilinas (beta-lactámicos -y no han detectado cloxacilina a concentración > LMR).
  - Lo importante es CONTROLAR EFICAZMENTE LOS RESIDUOS DE ANTIBIÓTICOS
    - ↳ SE DEBERÍA CAMBIAR DE ESTRATEGIA

# Evaluación anual de los PNC (PNIR) por los EURL B1 (non-specific screening methods: inhibitor test )

COMENTARIO EURL ANSES	RESPUESTA LNR (CNA)
<p>To the EU-RL knowledge the performances of the non-specific screening method do not allow to detect aminoglycosides, beta lactams, quinolones, macrolides, tetracyclines...at their MRL level.</p>	<p>Inhibitor tests is being gradually replaced by physicochemical methods (LC-MS/MS, HR-MS, etc.)</p>

# Evaluación anual de los PNC (PNIR) por los EURL B1 (non-specific screening methods: inhibitor test )

COMENTARIO EURL ANSES	RESPUESTA LNR (CNA)
To the EU-RL knowledge the performances of the non-specific screening method do not allow to detect aminoglycosides, beta lactams, quinolones, macrolides, tetracyclines...at their MRL level.	Inhibitor tests is being gradually replaced by physicochemical methods (LC-MS/MS, HR-MS, etc.)

Objetivo  
planteado en  
las Jornadas  
CNA 2017

# Evaluación anual de los PNC (PNIR) por los EURL B1 (non-specific screening methods: inhibitor test )

COMENTARIO EURL ANSES	RESPUESTA LNR (CNA)
To the EU-RL knowledge the performances of the non-specific screening method do not allow to detect aminoglycosides, beta lactams, quinolones, macrolides, tetracyclines...at their MRL level.	Inhibitor tests are being gradually replaced by physicochemical methods (LC-MS/MS, HR-MS, etc.)

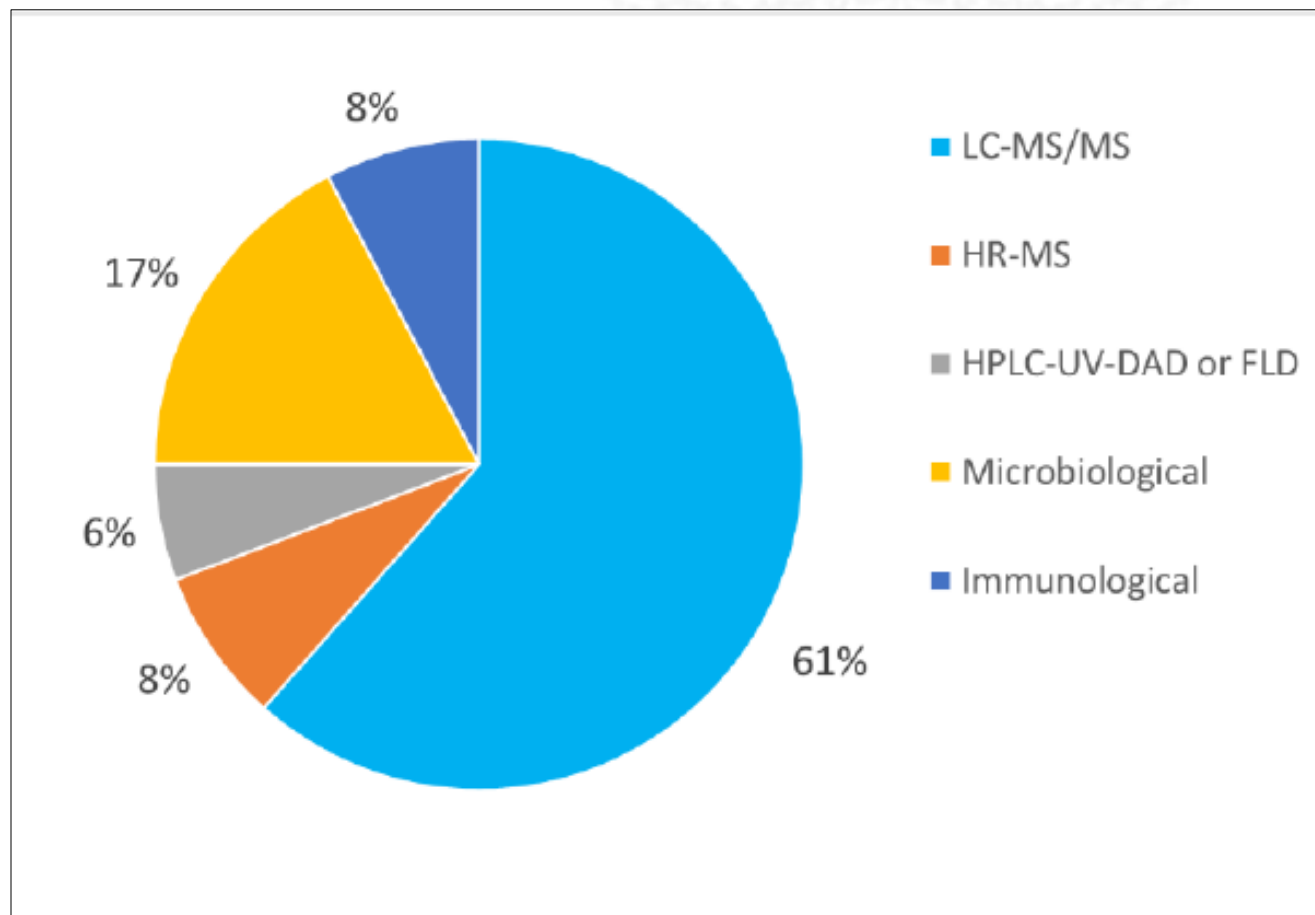
AÑO	Nº de laboratorios con test de inhibición para cribado de antibióticos configurados en APLICACIÓN PNIR
2018	24
2019	23
2020	19
2021	14
2022	13



Clara disminución del uso de test de inhibición en los últimos 5 años: la tendencia debe seguir (compromiso)



# PT cribado antibióticos en músculo de cerdo (ANSES 2019)



Distribución de  
métodos usados  
(25 participantes)

Tendencia a la baja  
en UE:

**27 % en PT de 2015**  
**24 % en PT de 2017**  
**17 % en PT de 2019**



# Organización de ensayos de aptitud 2022

Corticosteroides en hígado bovino (76-ZO-22)

Beta-agonistas en pienso (77-ZO-22)

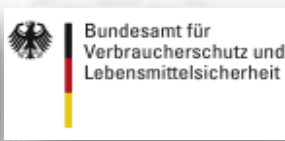


- \* Comunicación de laboratorio (convocatoria oficial e inscripción): se enviará próximamente.
- \* Fecha prevista envío muestras: 19 septiembre 2022

Deben participar todos los laboratorios que realicen estas determinaciones en el PNIR

## PARTICIPACIÓN EN WORKSHOPS LR-EU

- BVL (Berlín) junio 2021 CL N° 660
- ANSES (Fougeres) diciembre 2021 CL N° 654
- RIKILT (Wageningen) noviembre 2021 CL N° 652
- BVL (Berlín) mayo 2022 en elaboración
- ANSES (Fougeres) junio 2022
- RIKILT (Wageningen) otoño 2022



## WORKSHOP ANSES 2021 (CL N° 654)

### ➤ Presentación de ANSES: análisis de residuos de florfenicoles en músculo por LC-MS/MS en músculo

- Sustancia farmacológicamente activa: FLORFENICOL
- Residuo marcador: suma de florfenicol y todos sus metabolitos medidos como FLORFENICOLAMINA (FFA)
- Distintos LMR según la matriz y especie:

Florfenicol	Suma de florfenicol y de sus metabolitos medidos en florfenicolamina					
Florfenicol	Suma de florfenicol y de sus metabolitos medidos en florfenicolamina	Bovinos, ovinos y caprinos	200 µg/kg 3 000 µg/kg 300 µg/kg	Músculo Hígado Riñón	No debe utilizarse en animales que producen leche para consumo humano. No debe utilizarse en animales que producen huevos para consumo humano.	Antiinfecciosos/ Antibióticos
		Porcinos	300 µg/kg 500 µg/kg 2 000 µg/kg 500 µg/kg	Músculo Piel y grasa Hígado Riñón		
		Aves de corral	100 µg/kg 200 µg/kg 2 500 µg/kg 750 µg/kg	Músculo Piel y grasa Hígado Riñón		
		Peces	1 000 µg/kg	Músculo y piel en proporciones naturales		
		Todas las demás especies destinadas a la producción de alimentos	100 µg/kg 200 µg/kg 2 000 µg/kg 300 µg/kg	Músculo Grasa Hígado Riñón		

LMR PARA FLORFENICOL  
(Reglamento 37/2010):

## WORKSHOP ANSES 2021 (CL N° 654)

### ➤ Presentación de ANSES: análisis de residuos de florfenicoles en músculo por LC-MS/MS en músculo

- Hidrólisis previa de las muestras con 2 objetivos:
  1. liberar los residuos unidos a proteínas
  2. Convertir todas las formas de FF (FF y sus metabolitos) a FFA y analizarlos como tal (problema de expresión de resultados resuelto)
- Descripción de la puesta a punto y del método analítico
- Diseño de validación según Reglamento 2021/808

## WORKSHOP ANSES 2021 (CL N° 654)

### ➤ Presentación de la Universidad de Belfast: análisis de residuos de metabolitos de nitrofuranos por LC-MS/MS

- Incluye los 5 ya conocidos -con RPA fijado en el Reglamento 2019/1871- y 3 nuevos metabolitos.
- Descripción de la puesta a punto:
  - \* Horno microondas para la incubación/derivatización: se acorta el tiempo de análisis (normalmente overnight).
- Descripción del método analítico
- Diseño de validación según Reglamento 2021/808



## WORKSHOP ANSES 2021 (CL N° 654)

### ➤ Presentación de la Universidad de Belfast: análisis de residuos de metabolitos de nitrofuranos por LC-MS/MS

Analytical and Bioanalytical Chemistry

<https://doi.org/10.1007/s00216-021-03763-0>

<https://doi.org/10.1007/s00216-021-03763-0>

RESEARCH PAPER



Development and validation of a rapid LC–MS/MS method for the confirmatory analysis of the bound residues of eight nitrofurantoin drugs in meat using microwave reaction

Gemma Regan<sup>1,2</sup>  · Mary Moloney<sup>2</sup> · Melissa Di Rocco<sup>2</sup> · Padraig McLoughlin<sup>2</sup> · Wesley Smyth<sup>3</sup> · Steven Crooks<sup>3</sup> · Christopher Elliott<sup>1</sup> · Martin Danaher<sup>2</sup>



## PARTICIPACIÓN EN PT ORGANIZADOS POR EU-RLs

### WFSR (Wageningen)

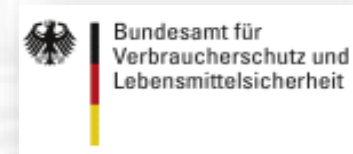


Ésteres de hormonas en pelo bovino (marzo 2021)

Corticosteroides en orina de bovino y porcino (octubre 2021)

Esteroides A3 en orina (junio 2022)

### BVL (Berlín)



$\beta$ - agonistas en orina (junio 2022)





## PARTICIPACIÓN EN PT ORGANIZADOS POR EU-RLs

### ANSES (Fougeres):



Cloranfenicol en músculo de pavo (junio 2021)

Colorantes en pescado (mayo 2022)

Antibióticos en leche (otoño 2022)

\* Estudio colaborativo para el cribado de RMV con LR and HR MS (participación voluntaria).



# Reglamento Ejecución 2021/808 de la Comisión

L 180/84	ES	Diario Oficial de la Unión Europea	21.5.2021
<p><b>REGLAMENTO DE EJECUCIÓN (UE) 2021/808 DE LA COMISIÓN</b> de 22 de marzo de 2021 relativo al funcionamiento de los métodos analíticos para los residuos de sustancias farmacológicamente activas utilizadas en animales productores de alimentos y a la interpretación de resultados, así como a los métodos que deben utilizarse para el muestreo, y por el que se derogan las Decisiones 2002/657/CE y 98/179/CE</p>			

- Entrada en vigor el **10 de junio de 2021**
- Hasta el **10 de junio de 2026**, los requisitos establecidos en los puntos 2 y 3 del anexo I de la **DC 2002/657** seguirán aplicándose a los métodos que hayan sido validados antes del 10 de junio de 2021.
  - Punto 2: criterios de funcionamiento
  - Punto 3: validación



# Reglamento Ejecución 2021/808 de la Comisión

Jornada virtual 17 mayo 2022, organizada por los 2  
LNR de RMV.

## **1ª JORNADA SOBRE VALIDACIÓN DE MÉTODOS SEGÚN REC 2021/808**

*Laboratorio Central de Sanidad Animal de Santa Fe & Centro Nacional de Alimentación*

*Laboratorios Nacionales de Referencia de Residuos Medicamentos Veterinarios*

*Jornada virtual, 17 de mayo de 2022*

164 participantes  
39 laboratorios  
17 CCAA



# 1ª Jornada Reglamento 2021/808: Contenido

- Presentaciones del Laboratorio Agroalimentario de Cabrils y del Laboratorio de Salud Pública de Valencia.
- Presentaciones de los 2 LNRs
- Muy participativa. Temas que más preocupan:
  - Estudio de efecto matriz relativo
  - Niveles de concentración (grado de exigencia, etc.)
  - LCL (NMC)
  - Estabilidad en matriz
  - Otros (repetibilidad, etc.)



# 1ª Jornada Reglamento 2021/808: Tareas pendientes

- Organizar el chat y responder preguntas. Sección de PREGUNTAS FRECUENTES (Eroom del CNA)
- Elevar preguntas a EURL (workshop ANSES 22-25 junio. Webinar BVL 6 julio )
- Elaborar documentos:
  - Adaptación de validación 657 a 808.
  - Validación según 808: documento de apoyo similar a CL CNA 112.
- Organizar más Jornadas específicas sobre REC 2021/808



## Transición DC 2002/657/CE a REC 2021/808

**ALCANCE ACTUAL VALIDADO SEGÚN DECISIÓN 2002/657**

Adaptación a REC 2021/808: comprobar si se cumplen los nuevos criterios y estudiar sólo lo que sea necesario

Nueva validación según REC 2021/808

Transición

**ALCANCE validado según REC 2021/808**

10/junio/2026



## Transición DC 2002/657/CE a REC 2021/808

**ALCANCE ACTUAL VALIDADO SEGÚN DECISIÓN 2002/657**

Planificar en función de:

- Cambios de límites (ej. CAP, colorantes, met NF: nuevo RPA 28/11/22)
- Logística del laboratorio (personal, equipos, etc.)
- Muestras a analizar
- Riesgo

Transición

**ALCANCE validado según REC 2021/808**

10/junio/2026



## Transición DC 2002/657/CE a REC 2021/808

**ALCANCE ACTUAL VALIDADO SEGÚN 2002/657**

**Reto para todos y especialmente  
para la gestión de alcance  
flexibles**

Transición

**Alcance validado según REC 2021/808**

10/junio/2026





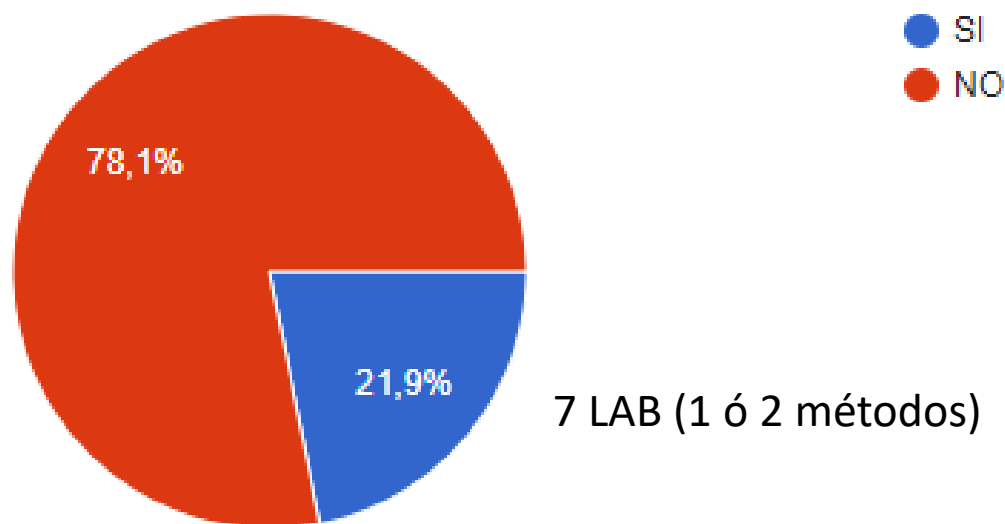
---

# Encuesta sobre la aplicación del REC 2021/808

---

## ¿Ha validado el laboratorio algún método según REC 2021/808?

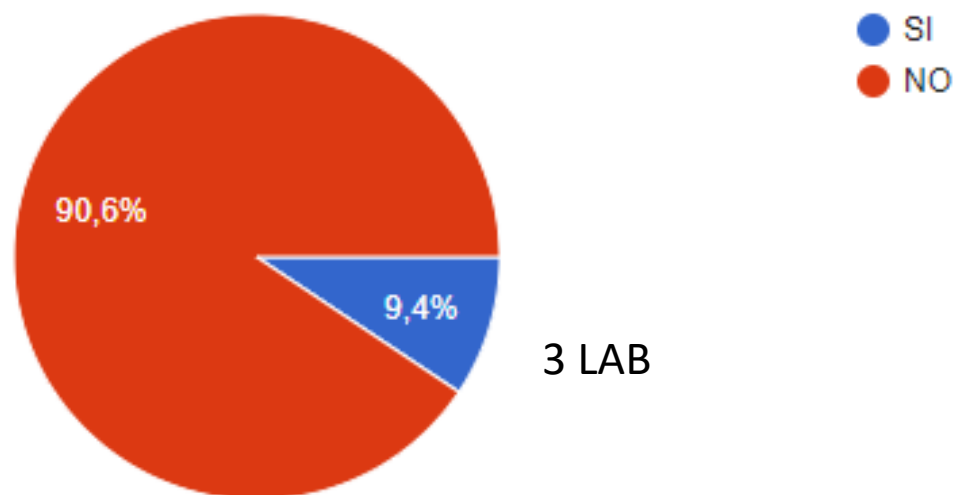
32 respuestas





¿Ha realizado el laboratorio alguna adaptación de validación según Decisión a validación según REC 2021/808?

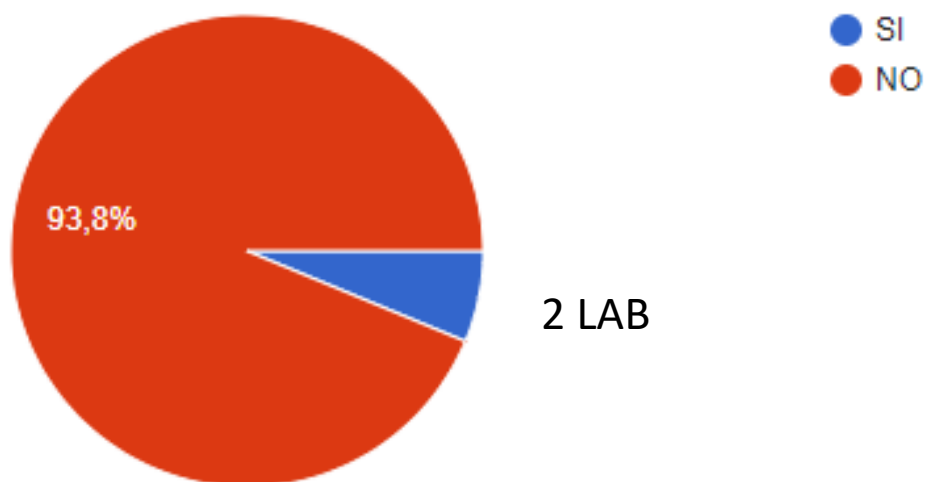
32 respuestas





## ¿Tiene el laboratorio en su alcance de acreditación algún método ya validado según REC 2021/808?

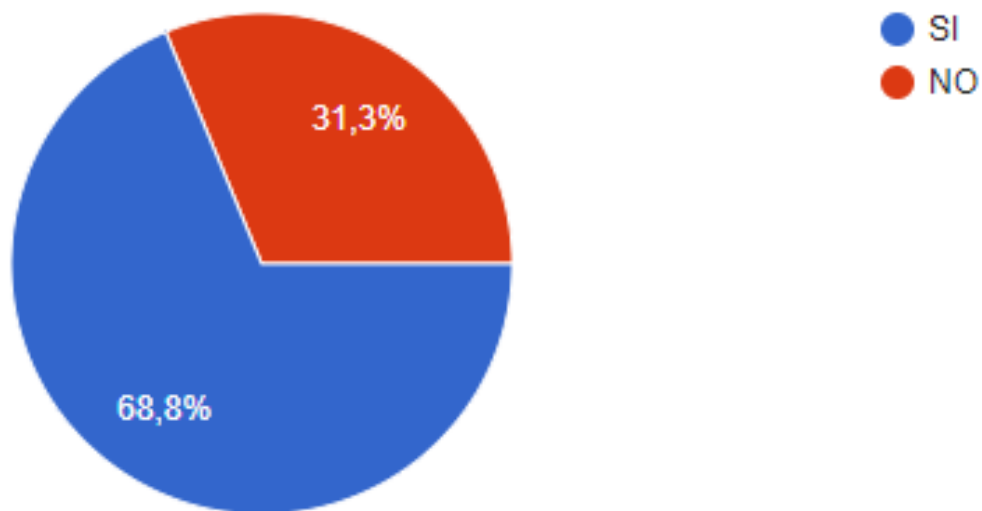
32 respuestas





¿Ve factible cumplir con el plazo límite del 10 de junio de 2026 para tener todo el alcance de acreditación de su laboratorio según REC 2021/808?

32 respuestas



## Servicio de Zoonosarios:

- Macarena Ramos
- Ángela Aranda
- Andrés Fernández
- Pilar Sierra
- Eva Mateos
- Javier Arteaga
- Rocio Jimenez
- Iván Vazquez

**¡Gracias a todos!**





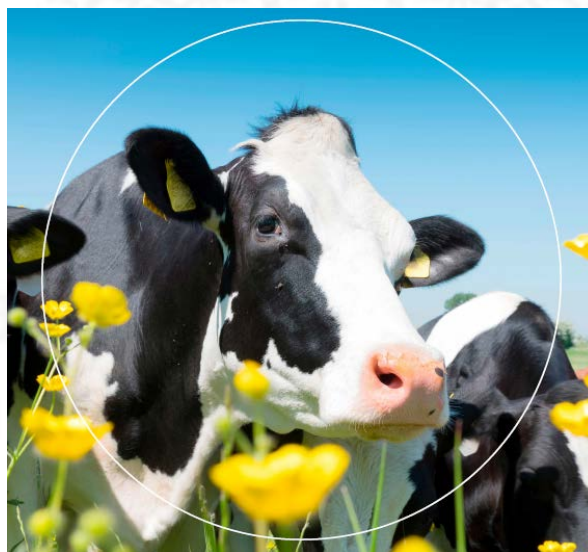
# Gracias por vuestra atención

[pmunozm@aesan.gob.es](mailto:pmunozm@aesan.gob.es)

[zoosanitarios-cna@aesan.gob.es](mailto:zoosanitarios-cna@aesan.gob.es)



# *PT ésteres de hormonas en pelo de bovino*



Fco. Javier Arteaga García. Servicio Zoosanitarios. CNA.  
[farteaga@aesan.gob.es](mailto:farteaga@aesan.gob.es)





# PT ésteres de hormonas en pelo de bovino

Organizado por el EURL WFSR

Interés en seguridad alimentaria



Sustancias exógenas cuyo hallazgo demuestra **tratamiento ilegal**

La matriz (**pelo**):

Alcance: **19 compuestos**

- **Impide el metabolismo**, a diferencia de matrices como el **plasma** o la **orina**, lo que permite detectar el éster
- Es fácil de **muestrear**
- Mantiene los residuos durante **largos periodos** de tiempo tras el tratamiento del animal

Steroid ester compounds	
<input type="checkbox"/> Testosterone acetate	<input type="checkbox"/> Boldenone undecylenate
<input type="checkbox"/> Testosterone propionate	<input type="checkbox"/> Testosterone decanoate
<input type="checkbox"/> Estradiol benzoate	<input type="checkbox"/> Testosterone undecanoate
<input type="checkbox"/> Estradiol valerate	<input type="checkbox"/> Estradiol dipropionate
<input type="checkbox"/> Nortestosterone phenylpropionate	<input type="checkbox"/> Estradiol enanthate
<input type="checkbox"/> Testosterone benzoate	<input type="checkbox"/> Nortestosterone decanoate
<input type="checkbox"/> Testosterone phenylpropionate	<input type="checkbox"/> 1-Testosterone acetate
<input type="checkbox"/> Testosterone isocaproate	<input type="checkbox"/> 1-Testosterone benzoate
<input type="checkbox"/> Testosterone enanthate	<input type="checkbox"/> 1-Testosterone THP ether
<input type="checkbox"/> Testosterone cypionate	

# PT ésteres de hormonas en pelo de bovino

3 muestras de **pelo de bovino** pulverizadas (1 g) y **dopadas**:

- **A**: muestra blanco
- **B**: 15  $\mu\text{g}/\text{kg}$  de benzoato de estradiol (EB)
- **C**: 3  $\mu\text{g}/\text{kg}$  de fenilpropionato de nortestosterona (NTFP) y 3  $\mu\text{g}/\text{kg}$  de undecilato de boldenona (BOLUND)

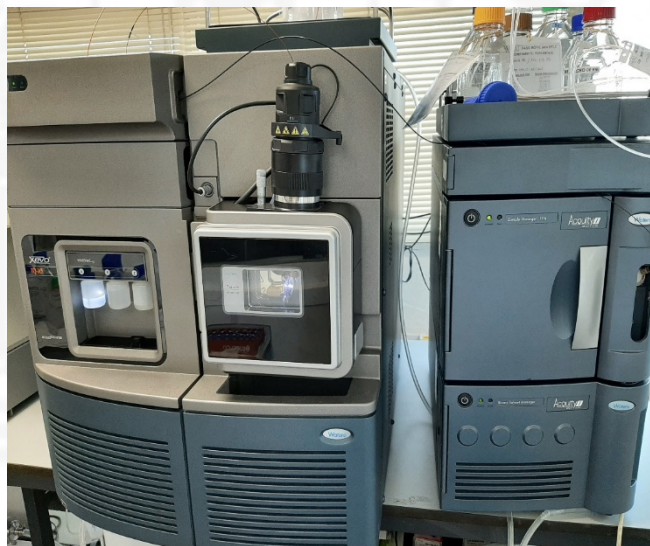


El organizador comprobó **homogeneidad y estabilidad** de las mismas

16 participantes → 15 enviaron resultados (11 LNR)

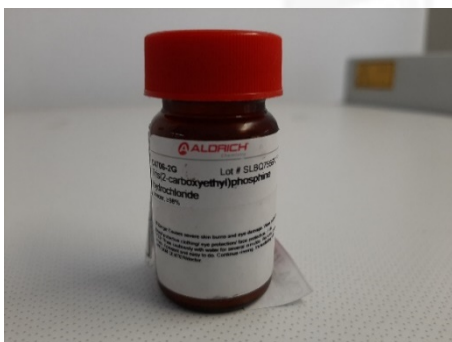
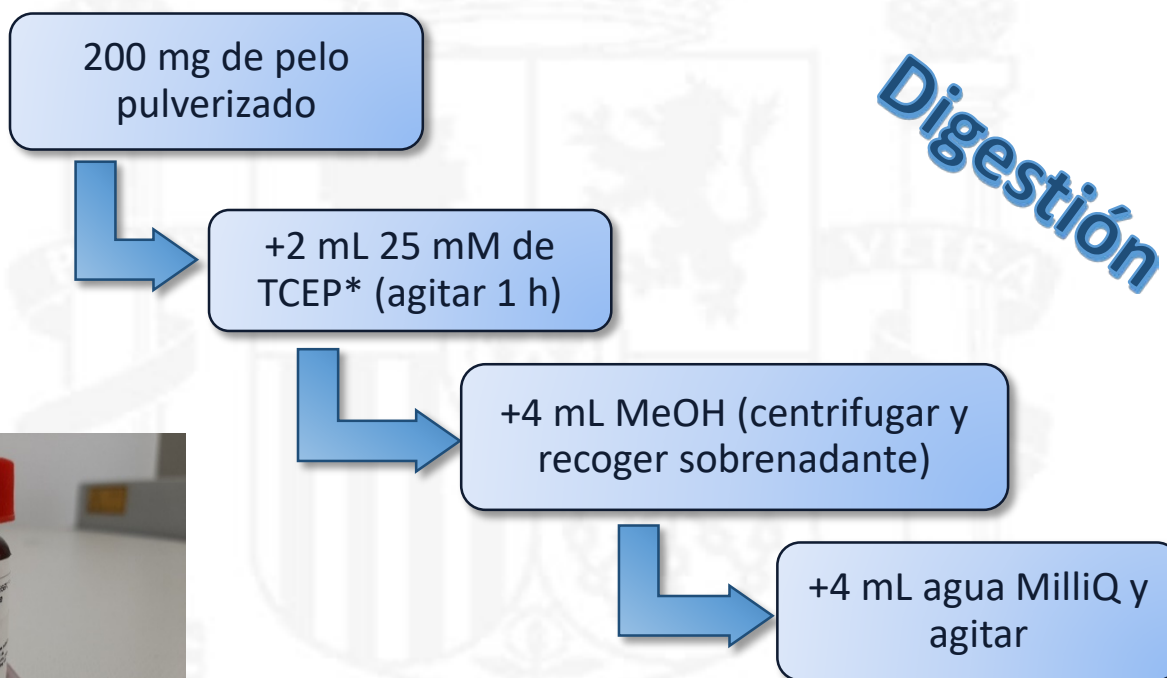
# PT ésteres de hormonas en pelo de bovino

La mayoría de los participantes aplicaron **extracción – purificación con SPE** seguida de **LC-MS/MS**. Dos participantes optaron por **LC-HRMS** y otro, una combinación de **GC-MS** y **LC-MS/MS**



# PT ésteres de hormonas en pelo de bovino

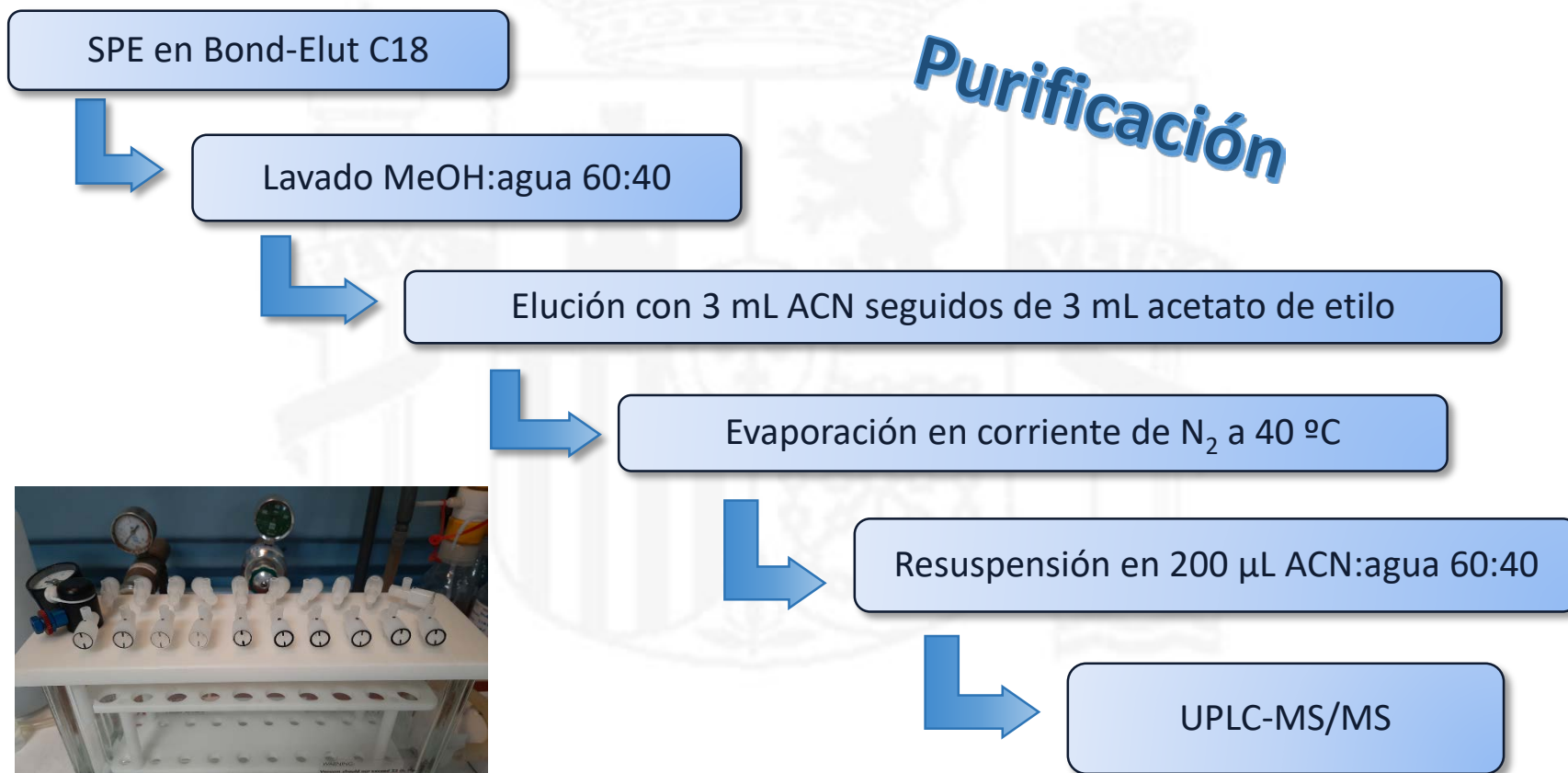
Método aplicado por el CNA:



\*TCEP: (tris-(2-carboxyethyl) phosphine hydrochloride)

# PT ésteres de hormonas en pelo de bovino

Método aplicado por el CNA:



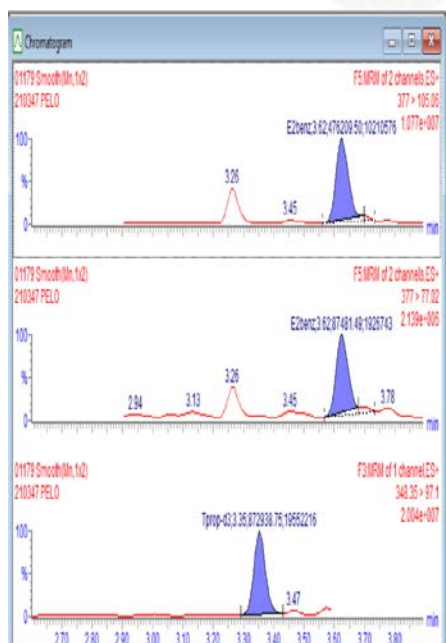
# PT ésteres de hormonas en pelo de bovino

COMPUESTO	LC ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
Undecilenato de Boldenona (Bolund)	1
Cipionato de Testosterona (Tcyp)	6
Propionato de Testosterona (Tprop)	2
Benzoato de Testosterona (Tbenz)	2
Enantato de testosterona (Tent)	2
Decanoato de Testosterona (Tdec)	6
Isocaproato de Testosterona (Tica)	2
Acetato de Testosterona (Tact)	2
Benzoato de Estradiol (E2benz)	2
Dipropionato de Estradiol (E2dprop)	2
Valerato de Estradiol (E2val)	20
Decanoato de Nortestosterona (NTdec)	3
Fenilpropionato de Nortestosterona (NTfprop)	1
Fenilpropionato de Testosterona (Tfprop)	2

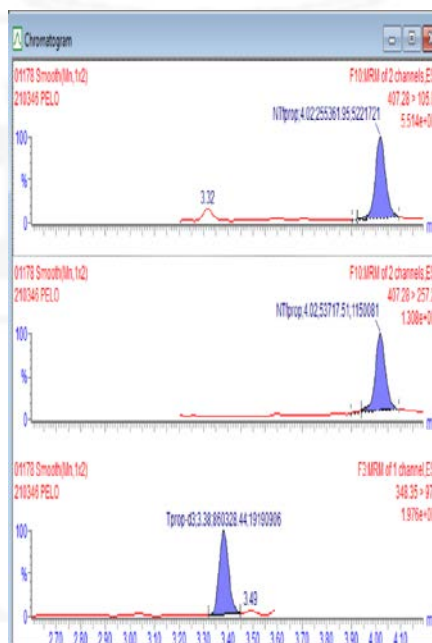
Alcance CNA:  
**14 compuestos**

# PT ésteres de hormonas en pelo de bovino

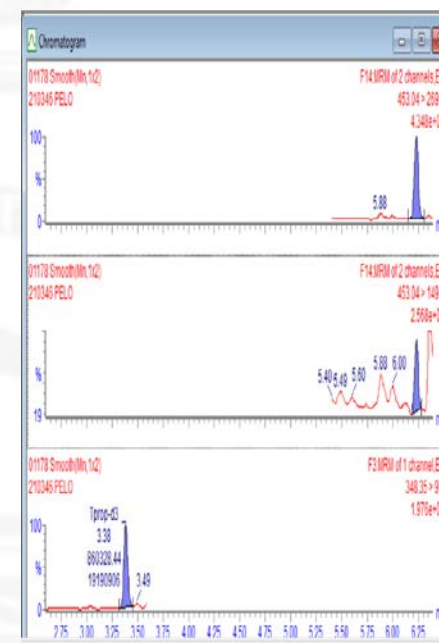
Muestras positivas: “MRM channels” de analitos presentes



Muestra B: EB



Muestra C: NTFP



Muestra C: BOLUND



## PT ésteres de hormonas en pelo de bovino: criterios de evaluación

Para evaluar el resultado de los participantes, el EURL utilizó su **sistema de puntos** para sustancias prohibidas:

Result	Interpretation of result	Points
$ z\text{-score}  > 2$	qualitative detection performed, quantification outside tolerance limits	1.0
$ z\text{-score}  \leq 2$	qualitative detection performed, quantification within tolerance limits	1.5
false positive	one to two false positive results	-1.0
	more than two false positive results	-2.0
false negative		0
plausible qualitative result		0

El PT se considera aprobado si se obtiene el **65% de la puntuación máxima** (4.5 en este caso, por lo que se consideraría satisfactorio con 2.5 puntos)

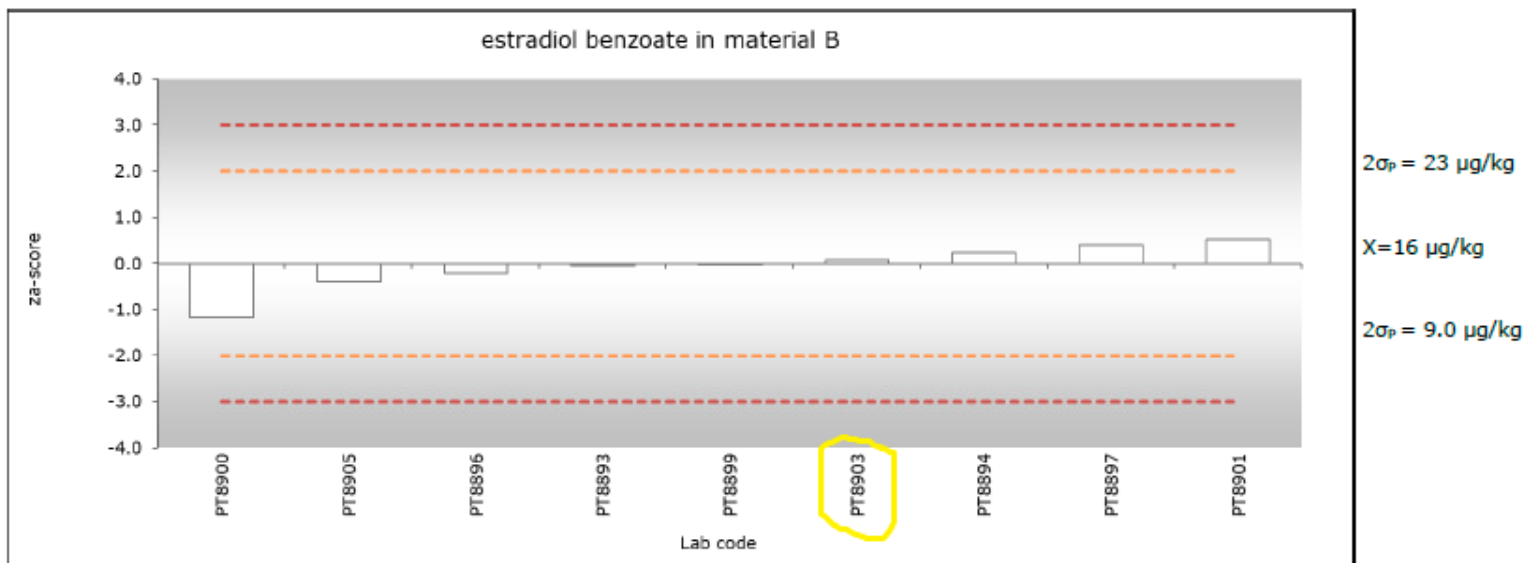
Dado que **no pudo realizarse estadística para BOLUND** en el material C (insuficiente nº de resultados), todas las detecciones y cuantificaciones del mismo obtuvieron 1.5 puntos



## PT ésteres de hormonas en pelo de bovino: resultados

**Material A** (blanco): no se reportaron FP.

**Material B** (15 µg/Kg EB): no se reportaron FP. 9/15 laboratorios comunicaron resultado cuantitativo (todos satisfactorios), y dos más lo detectaron

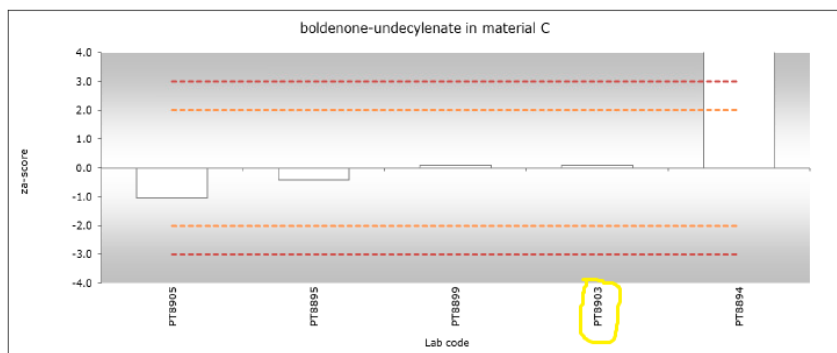


**Figure a** Graphical representation of the  $z_a$ -scores for estradiol benzoate in material B. The  $X \pm 2\sigma_p$  lines are calculated according to equation I in §4.4.

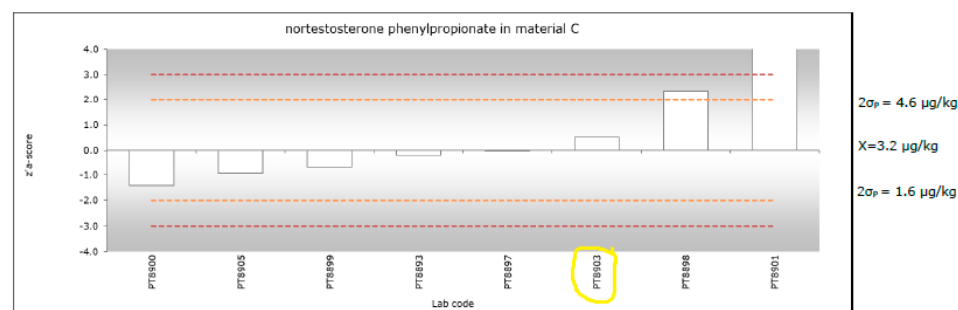
## PT ésteres de hormonas en pelo de bovino: resultados

**Material C** (3 µg/kg NTFP y 3 µg/kg BOLUND): se reportó un FP (benzoato de testosterona).

- BOLUND: 5 laboratorios reportaron resultado cuantitativo y 2 más lo detectaron
- NTFP: 8 laboratorios reportaron resultado cuantitativo (uno cuestionable y otro no satisfactorio) y 3 más lo detectaron. Se asignó un FN a un participante.



**Figure b** Graphical representation of the  $z_p$ -scores for boldenone-undecylenate in material C. No further statistics possible.



**Figure c** Graphical representation of the  $z_p$ -scores for nortestosterone phenylpropionate in material C. The  $X \pm 2\sigma_p$  lines are calculated according to equation II in §4.4.

## PT ésteres de hormonas en pelo de bovino: conclusiones

- 82% de resultados satisfactorios para el EB
- 50% de resultados satisfactorios para NTFP
- Sólo el 25% de los participantes obtuvieron la puntuación máxima

Lab code	Score	First assessment		Second assessment, based on individual scope		
		Maximum score 4.5				
		Passed at 2.5 points	Individual max. score			
PT8846	1.5	33%	failed	1.5	0%	failed
PT8893	4.5	100%	passed			
PT8894	3	67%	passed			
PT8895	1.5	33%	failed	1.5	100%	passed
PT8896	1.5	33%	failed	3	50%	failed
PT8897	3	67%	passed			
PT8898	1	22%	failed	3.0	33%	failed
PT8899	4.5	100%	passed			
PT8900	3	67%	passed			
PT8901	2.5	56%	passed			
PT8902	0	0%	failed	3.0	0	failed
PT8903	4.5	100%	passed			
PT8904	0	0%	failed	4.5	0	failed
PT8905	4.5	100%	passed			
PT8906	0	0%	failed	4.5	0	failed
PT8907	0	0%	failed	0	-	-

No compounds in scope of the participant of this PT.

Queda claro que el análisis de estas sustancias supone un reto importante para los laboratorios, por lo que requiere atención



Gracias a Beatriz Egüen y José Blanca por la realización de este ensayo

## Gracias por su atención **¿PREGUNTAS?**

