



Actualización de las actividades de la red de Laboratorios Europeos de Referencia (EURL-NRL) y de las actividades de referencia del CNA

María Nogueiras
Unidad de Toxinas y Contaminantes del Procesado
mnogueiras@aesan.gob.es

JORNADAS DE REFERENCIA CNA
4 y 5 JUNIO 2024

UNIDAD DE TOXINAS Y CONTAMINANTES DEL PROCESADO

- Rafael Cabanillas
- Isabel García
- Sara Martín
- Ramón Hidalgo
- Mercedes Escaso
- Clara Ibáñez
- Marina Alarcón
- Elvira Barroso
- María Nogueiras

gracias!



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



EJERCICIOS APTITUD CNA Y EURL

- Acrilamida en patatas fritas
- Deoxinivalenol y zearalenona en harina de trigo
- Ejercicios intercomparación EURL-PC y EURL-MYC



WORKSHOPS LABORATORIOS DE REFERENCIA

- EURL-PC
- EURL-MYC



NOVEDADES ANALÍTICAS

- Reglamento criterios métodos analíticos micotoxinas
- Reglamento criterios métodos analíticos toxinas vegetales



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

- EJERCICIOS DE INTERCOMPARACIÓN 2023-2024

- Acrilamida en patatas fritas
- Acrilamida en cacao
- Aflatoxinas y ocratoxina A en cacao
- Alcaloides del opio en semillas de amapola y pan con semillas de amapola
- Furano y alquifuranos en un producto a base de cereales
- MCPDs libres y enlazados en galleta infantil
- Deoxinivalenol y zearalenona en harina de trigo
- Ácido cianhídrico en alimentos y piensos
- Cannabinoides en semillas de cáñamo y harina de cáñamo
- Furano y alquifuranos en cereal deshidratado
- Hidrocarburos aromáticos policíclicos en alimento infantil
- MCPDs libres y enlazados en alimento infantil
- Ocratoxina A en jamón y riñón
- Hidrocarburos aromáticos policíclicos en aceite
- Aflatoxinas en pimentón



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

EJERCICIOS DE INTERCOMPARACIÓN CNA 2023

- DEOXINIVALENOL Y ZEARALENONA
EN HARINA DE TRIGO
- ACRILAMIDA EN PATATAS FRITAS



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

ENSAYO DE INTERCOMPARACIÓN ACRILAMIDA EN PATATAS FRITAS

CNA-AA-01/2023

- **10 laboratorios** de control oficial tanto públicos como privados, designados por la correspondiente Autoridad Competente
- Muestras enviadas 11 julio 2023
- Fecha entrega de resultados 18 agosto 2023



EVALUACIÓN RESULTADOS

Si el Valor asignado V_a , como Valor de Consenso cumple la condición de que su incertidumbre típica $u_{V_a} \leq 0,3 \sigma_{obj}$, la evaluación se realiza a través del z-score, según lo indicado en la UNE-EN ISO 17043, mediante la ecuación:

$$Z = \frac{V_L - V_a}{\sigma_{obj}}$$

El criterio de interpretación es:

$|Z| \leq 2$ Satisfactorio
 $2 < |Z| \leq 3$ Cuestionable
 $|Z| > 3$ No satisfactorio

PARÁMETROS SOLICITADOS

Acrilamida

TABLA RESUMEN RESULTADOS

Muestra	Parámetro	Nº Lab.		Evaluador	V. Asignado	Sigma				r
		Labs.	Asignantes del valor				$ Z \leq 2$	$2 < Z \leq 3$	$ Z > 3$	
CNA-AA-01-23_1	Acrilamida ($\mu\text{g/kg}$)	10	9	Z	2063,64	296,0720	9	0	1	156,52
CNA-AA-01-23_2	Acrilamida ($\mu\text{g/kg}$)	10	8	Z'	567,96	105,3949	8	1	1	70,56

ENSAYO DE INTERCOMPARACIÓN ACRILAMIDA EN PATATAS FRITAS: MÉTODO DE ANÁLISIS



EXTRACCIÓN

- Variedades disolventes de extracción
- Agitación manual/vortex



PURIFICACIÓN

- 7 labs purificación SPE
- 1 lab no purificación



DETECCIÓN

- 9 labs LC-MSMS
- 1 lab HPLC y orbitrap

- Método de elección de los participantes
- Todos los laboratorios han utilizado métodos acreditados
- Todos aportan LQ de entre 10 y 50 $\mu\text{g/kg}$, satisfaciendo, por ello los requisitos del Reglamento (CE) 2019/2093
- Todos realizan la calibración en disolvente y patrón interno
- 8 de ellos añaden el estándar interno antes de la extracción y 2 antes de la purificación.



ENSAYO DE INTERCOMPARACIÓN DE OXINIVALENOL Y ZEARALENONA EN HARINA DE TRIGO

CNA-MX-02/23

- **11 laboratorios** de control oficial tanto públicos como privados, designados por la correspondiente Autoridad Competente
- Muestras enviadas 27 septiembre 2023
- Fecha entrega de resultados 23 octubre 2023



EVALUACIÓN RESULTADOS

Si el Valor asignado V_a , como Valor de Consenso cumple la condición de que su incertidumbre típica $u_{V_a} \leq 0,3 \sigma_{obj}$, la evaluación se realiza a través del z-score, según lo indicado en la UNE-EN ISO 17043, mediante la ecuación:

$$Z = \frac{V_L - V_a}{\sigma_{obj}}$$

El criterio de interpretación es:

$|Z| \leq 2$ Satisfactorio
 $2 < |Z| \leq 3$ Cuestionable
 $|Z| > 3$ No satisfactorio

PARÁMETROS SOLICITADOS

Zearalenona
Deoxinivalenol

TABLA RESUMEN RESULTADOS

Muestra	Parámetro	Labs.	Nº Lab. Asignantes del valor	V. Asignado	Sigma	$ Z \leq 2$	$2 < Z \leq 3$	$ Z > 3$	r
MX-02/23-1	Deoxinivalenol (DON) ($\mu\text{g/kg}$)	10	9	314,3	69,146	10	0	0	28,0
	Zearalenona (ZON) ($\mu\text{g/kg}$)	11	9	43,4	9,552	11	0	0	2,4
MX-02/23-2	Deoxinivalenol (DON) ($\mu\text{g/kg}$)	10	-	<375,0	125,000	10	0	0	-
	Zearalenona (ZON) ($\mu\text{g/kg}$)	11	-	<37,5	12,500	11	0	0	-



ENSAYO DE INTERCOMPARACIÓN ZEARALENONA Y DEOXINIVALENOL EN HARINA DE TRIGO: MÉTODO DE ANÁLISIS



MINISTERIO
DE CONSUMO



EXTRACCIÓN

- Mayoría agua/acetonitrilo
- Agitación manual/vortex



PURIFICACIÓN

- 4 labs IAC
- 3 labs SPE
- 4 labs no purificación



DETECCIÓN

- DON 9 HPLC-MSMS / 1 HPLC-UV
- ZON 7 HPLC-MSMS / 3 HPLC-UV / 1 otro

- Método de elección de los participantes
- Todos los laboratorios han utilizado métodos acreditados
- 3 participantes curva en matriz de muestra
- 5 participantes estándar interno



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



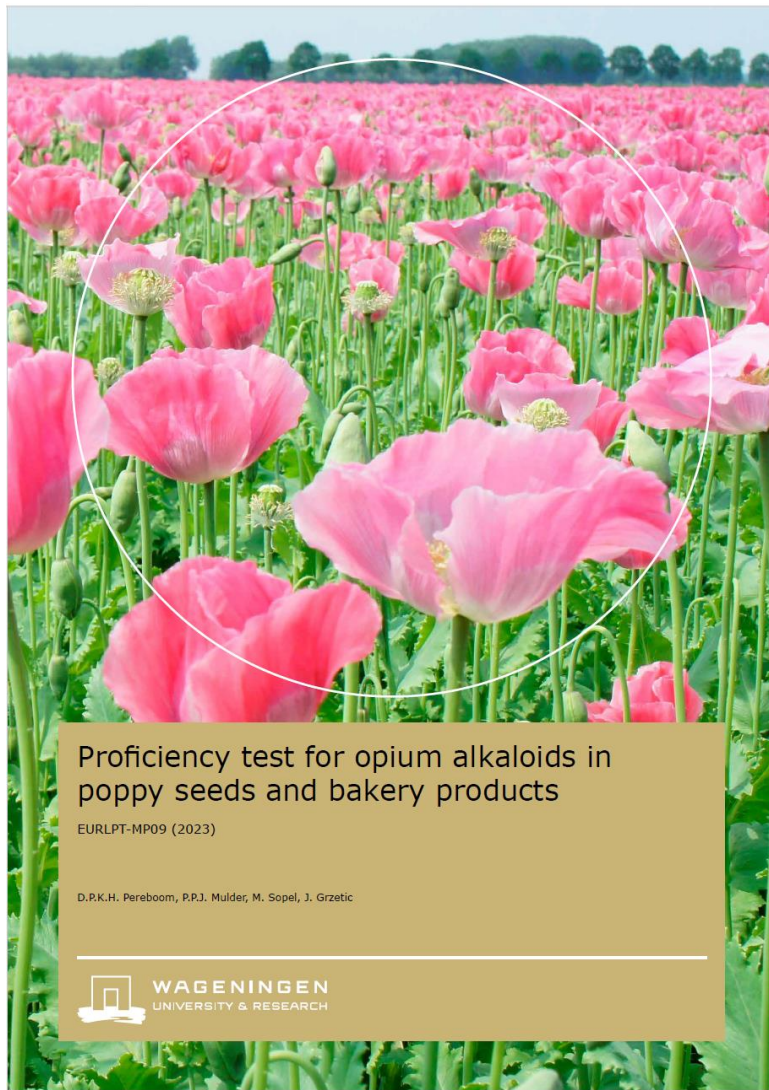
- EJERCICIOS DE INTERCOMPARACIÓN EURL DE MICOTOXINAS Y TOXINAS DE LAS PLANTAS



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



Conclusions & outlook

- Overall PT was succesful
- Most NRLs can meet a LOQ of 1 mg/kg for OAs in poppy seeds, and 0.5 mg/kg in bakery products
- Most laboratories have incorporated IS in their method
- Nevertheless the target RSD_rs are not met
- May be due to matrix effects (IS elute before the target analytes)
- Satisfactory z-scores for the total OA sum: A: 84%, B: 81%

31 laboratorios participantes



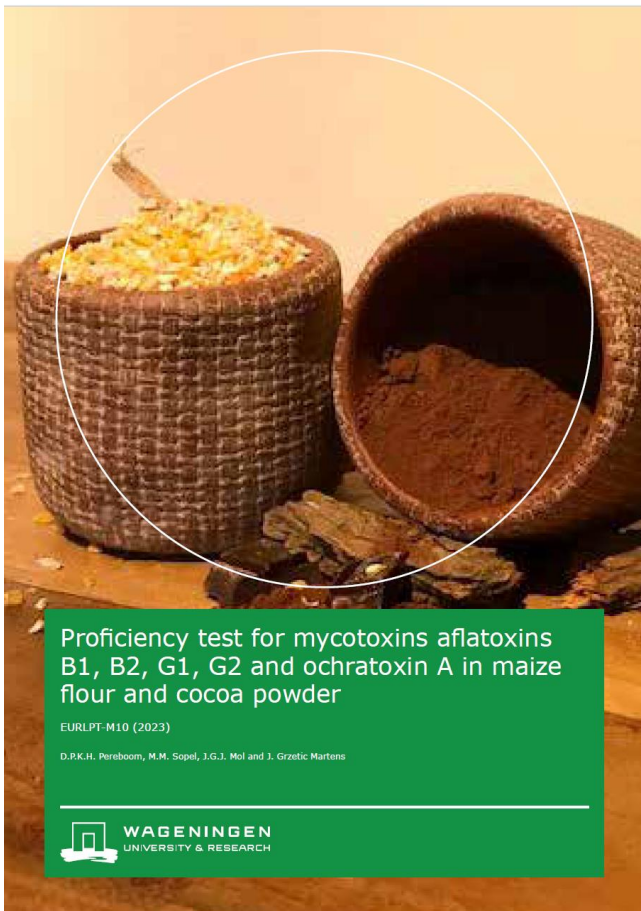
España: CNA



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



CONCLUSIONES

Out of 53 participants, 44 reported for both material A and B a total of 12 results, comprised of the results of individual mycotoxins and the sum of aflatoxins.

High variation in the reported results of the aflatoxins for cocoa powder resulted in relatively high robust RSD_R values (47 to 56%). This implies that the methods used were not suitable enough for evaluation of the aflatoxins at the levels present in this matrix. The proficiency test results suggest that improved methods are required for quantifying both OTA and, to a greater extent, aflatoxins in cocoa powder.



**MATRIZ
COMPLICADA**

53 laboratorios participantes



España: 10 participantes



17 participantes *MÉTODO MULTITOXINA*

13 participantes métodos separados



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



- EJERCICIOS DE INTERCOMPARACIÓN EURL DE CONTAMINANTES DEL PROCESADO



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



CONCLUSION



- 34 laboratories (85%) provided acceptable results,
- 2 laboratories (5%) reported too low values and obtained questionable z-scores,
- 4 laboratories (10%) delivered too high values resulting in unsatisfactory z-scores (switching to a column with better retention of acrylamide may improve separation from interferences)
- 37 laboratories used LC-MS/MS detection; 1 GC-MS and 2 did not specify

40 laboratorios participantes



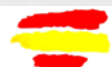
España: 5 participantes

EURL-PC PT-2023-13

Furan and alkylated furans in a salty baked cereal product



20 laboratorios participantes



España: 3 participantes

CONCLUSIONS



The analyses of furans in cereal showed overall good results for the majority of laboratories

- i. 26 laboratories reported results for furan; 18 laboratories achieved acceptable z' -score, 6 achieved questionable z' -score and two unacceptable z' -score.
- ii. For 2-methylfuran 24 laboratories reported results; 19 laboratories achieved acceptable z' -score, one questionable z' -score and four unacceptable z' -score.
- iii. 21 laboratories reported analysis of 3-methylfuran, but with 8 laboratories below their LOQ. A wide range of reported values resulted in a very high uncertainty of the assigned value and the z' -score has therefore not been included
- iv. For 2-ethylfuran 10 and 2-pentylfuran eight laboratories reported results. z' -scores have not been calculated, due to the low number of reported results, combined with the wide range of reported values, as it resulted in a very high uncertainty of the assigned value, despite outlying results being compensated for.

EURL-PC PT-2023-15 Free and Bound 3-MCPD and Glycidyl Esters in baby biscuit

Final report

Amelie Sina Wilde

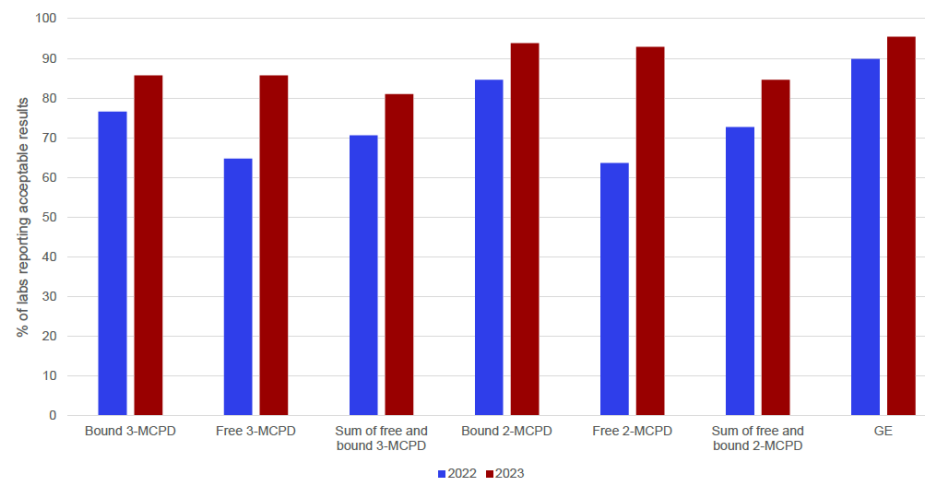
Agnieszka Anna Niklas

Arvid Fromberg (Coordinator)

EURL-PC: EURL-PC@food.dtu.dk

23 laboratorios participantes
 España: 2 participantes

Comparison of results PT-2022-12 and PT-2023-15



- EJERCICIOS DE APTITUD CNA
2024: DETERMINACIÓN DE
AFLATOXINAS EN PIMENTÓN

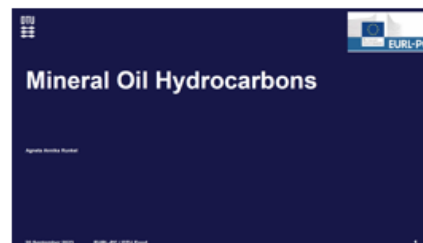
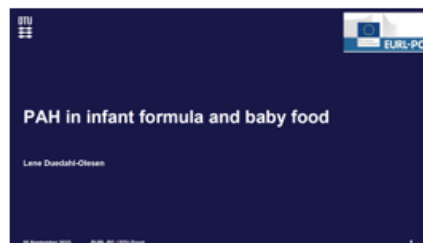
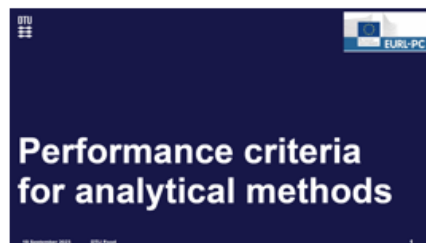
- Se enviarán dos muestras de
pimentón
- Método de elección del
participante
- AFB1, AFB2, AFG1, AFG2,
suma aflatoxinas



- EJERCICIOS DE APTITUD CNA 2024:
DETERMINACIÓN DE
HIDROCARBUROS AROMÁTICOS
POLICÍCLICOS EN ACEITE

- Se enviarán dos muestras de aceite
- Método de elección del participante
- BaP, BbF, Cry, BaA, suma de los 4 HAP





- WORKSHOP ANUAL CONTAMINANTES DEL PROCESADO 2023



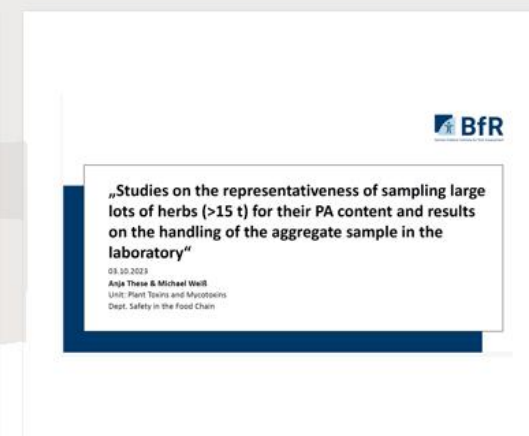
MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



- Workshop MICOTOXINAS Y TOXINAS DE LAS PLANTAS 2023



Novedades legislativas en micotoxinas, toxinas de las plantas y contaminantes del procesado

María Nogueiras
Unidad de Toxinas y Contaminantes del Procesado
mnogueiras@aesan.gob.es

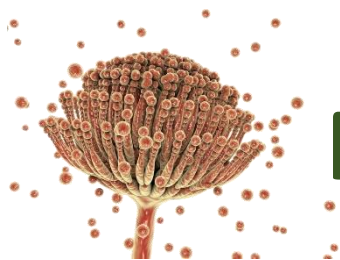
JORNADAS DE REFERENCIA CNA
4 y 5 JUNIO 2024



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



Micotoxinas



Diario Oficial
de la Unión Europea

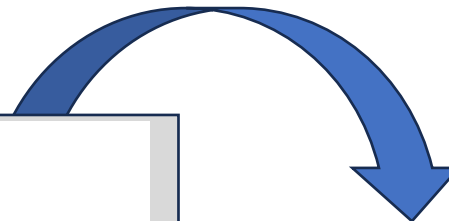
2023/2782

REGLAMENTO DE EJECUCIÓN (UE) 2023/2782 DE LA COMISIÓN

de 14 de diciembre de 2023

por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control del contenido de micotoxinas en los alimentos y se deroga el Reglamento (CE) n.º 401/2006

(Texto pertinente a efectos del EEE)



Entrada en vigor: 04 abril 2024

PARA NUEVAS VALIDACIONES:
obligado cumplimiento

PARA VALIDACIONES SEGÚN 401:
periodo de transición hasta 2029



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



GRUPO DE TRABAJO DE LOS NRL

REPRESENTACIÓN DE LA COMISIÓN EUROPEA

PLANTEAMIENTO EURL



CUESTIONARIOS A LOS NRL

MESAS DE DISCUSIÓN EN LOS WORKSHOPS DE NRL



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



2023/2782

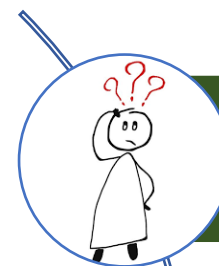
15.

REGLAMENTO DE EJECUCIÓN (UE) 2023/2782 DE LA COMISIÓN

de 14 de diciembre de 2023

por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control del contenido de micotoxinas en los alimentos y se deroga el Reglamento (CE) n.º 401/2006

(Texto pertinente a efectos del EEE)



Definiciones



Criterios del método



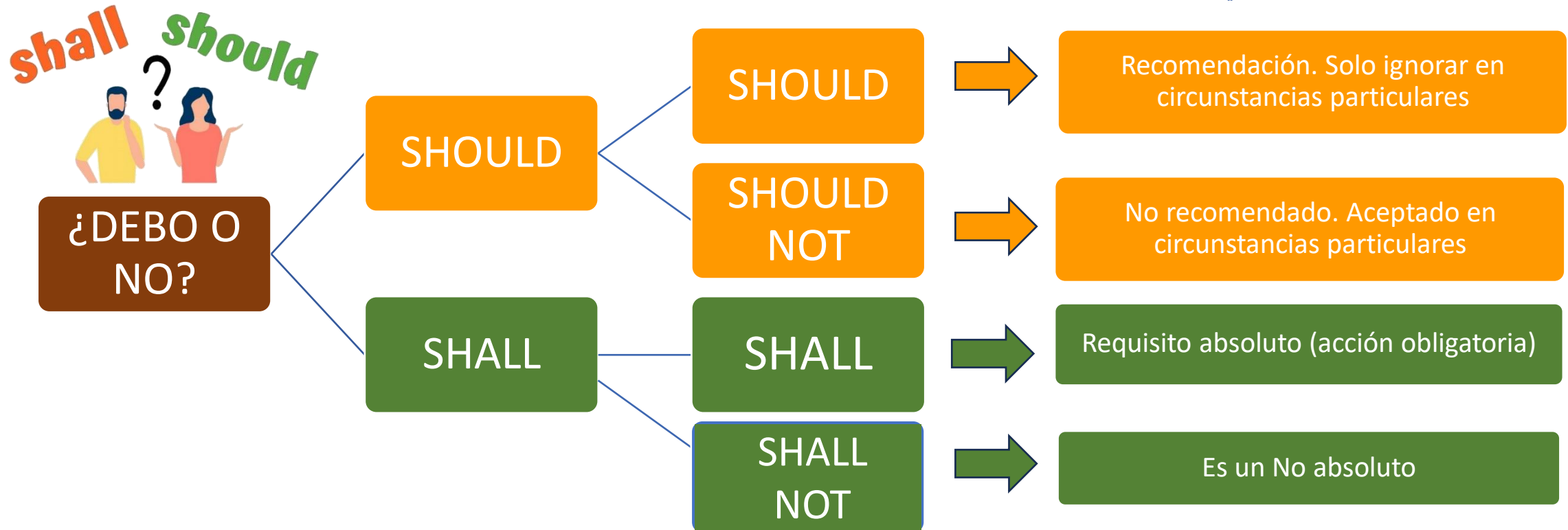
Expresión de resultados



Indican dónde las excepciones/flexibilidad pueden ser aceptables y dónde no.



Definiciones



Numerosas micotoxinas, toxinas vegetales, alimentos, piensos y combinaciones de concentraciones, especialmente con métodos multitoxina, puede ser muy difícil cumplir plenamente todos los criterios para cada toxina/matriz/combinación de concentraciones



Definiciones

Performance criteria

For confirmatory methods the following performance criteria apply:

Recovery: the average recovery **should** be between 70 and 120 %.

The average recovery is the average value from replicates obtained during validation when determining the precision parameters RSD_r and RSD_{w_R}. The criterion applies to all concentrations and all individual toxins, with the exception of ergot alkaloids.

For ergot alkaloids the criterion applies to the sum of each epimer-pair.

In exceptional cases, average recoveries outside the above range can be acceptable but shall lie within 50-130 %, and only when the precision criteria for RSD_r and RSD_{w_R} are met.

Precision

RSD_r shall be ≤ 20 %.

RSD_{w_R} shall be ≤ 20 %.

RSD_R **should** be ≤ 25 %.

Criterios de funcionamiento

En lo que respecta a los métodos de confirmación, se aplicarán los siguientes criterios de funcionamiento:

Recuperación: la recuperación media **debe** situarse entre el 70 y el 120 %.

La recuperación media es el valor medio de las muestras idénticas obtenido durante la validación al determinar los parámetros de precisión para la RSD_r y la RSD_{w_R}. El criterio se aplica a todas las concentraciones y toxinas individuales, excepto a los alcaloides de cornezuelo.

Para los alcaloides de cornezuelo, el criterio se aplica a la suma de cada par de epímeros.

En casos excepcionales, podrán ser aceptables recuperaciones medias que se sitúen fuera del intervalo anterior, pero deberán estar entre un 50 y un 130 % y cumplir los criterios de precisión de la RSD_r y la RSD_{w_R}.

Precisión

La RSD_r será inferior o igual al 20 %.

La RSD_{w_R} será inferior o igual al 20 %.

La RSD_R será inferior o igual al 25 %.



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



Desviación estándar relativa de reproducibilidad



RSDR de los resultados generados en condiciones de reproducibilidad que involucran a múltiples laboratorios, analizando la misma muestra



ensayos colaborativos, en los que varios laboratorios utilizan el mismo método



Ensayos de aptitud en las que los laboratorios pueden utilizar diferentes métodos (RSDR = desviación estándar robusta de los resultados de los participantes)





Desviación estándar relativa de reproducibilidad intralaboratorio

mismo método en el mismo material de muestra en un laboratorio

en diferentes días

diferentes operadores

diferentes instrumentos (equivalentes)

Importante!

NO INCLUIDO en 401/2006 , pero es un parámetro de precisión interno más relevante y realista en comparación con el RSDr





Recuperación y veracidad

La veracidad se expresa como sesgo

% Recuperación

$$\text{Rec (\%)} = (x/x_{\text{ref}}) \times 100$$

veracidad = cercanía entre el valor promedio y un valor de referencia (normalmente en términos de sesgo)

sesgo = diferencia (relativa) entre la concentración medida y la **verdadera**

La veracidad y la recuperación a veces se usan indistintamente, pero no son lo mismo

El sesgo relativo y la recuperación están correlacionados:
 $\text{sesgo (\%)} = \text{recuperación (\%)} - 100\%$.

Conc verdadera

Valor CRM

Valor asignado PT o colaborativo

Experimentos de adición





LÍMITE DE DETECCIÓN



Criterios del método

1

Estimación del LOD basada en $S/N = 3$) es relativamente sencilla

no es inequívoca, especialmente en MS

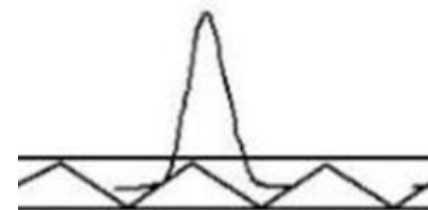
El ruido depende de

- la tasa de adquisición
- el suavizado
- el método de cálculo de S/N (manual o basado en software)

2

Inspección visual de los cromatogramas de una sola medición a un nivel bajo

LOD
 $\text{Signal/Noise} = 3$



puede dar una indicación del límite inferior en el que se puede detectar el analito.



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



LÍMITE DE DETECCIÓN

1



JRC TECHNICAL REPORTS

Guidance document on the estimation of LOD and LOQ for measurements in the field of contaminants in feed and food; EUR 28099, Publications Office of the European Union, Luxembourg, 2016, ISBN978-92-79-61768-3; doi:10.2787/8931.

https://publications.jrc.ec.europa.eu/repository/bitstream/JRC102946/eur%2028099%20en_lod%20loq%20guidance%20document.pdf.



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



Criterios del método

2



Eurachem Guide: The Fitness for Purpose of Analytical Methods – A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics, (2nd ed. 2014)

[Method Validation \(eurachem.org\)](https://www.eurachem.org)



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición



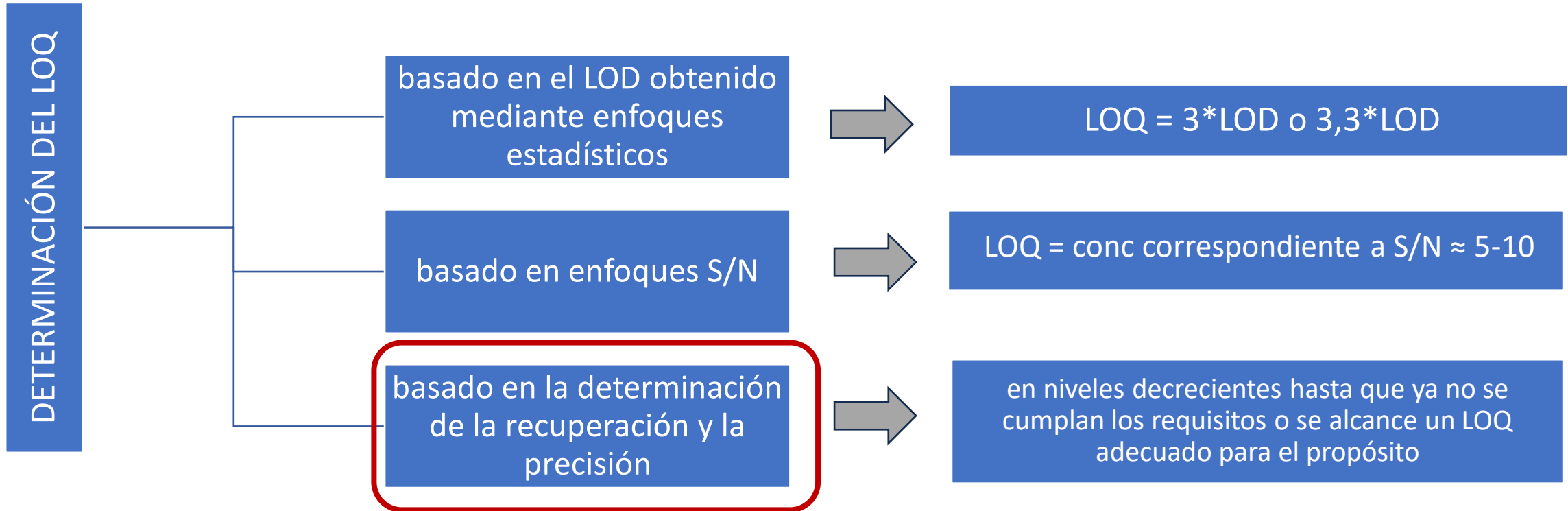
50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN



Criterios del método

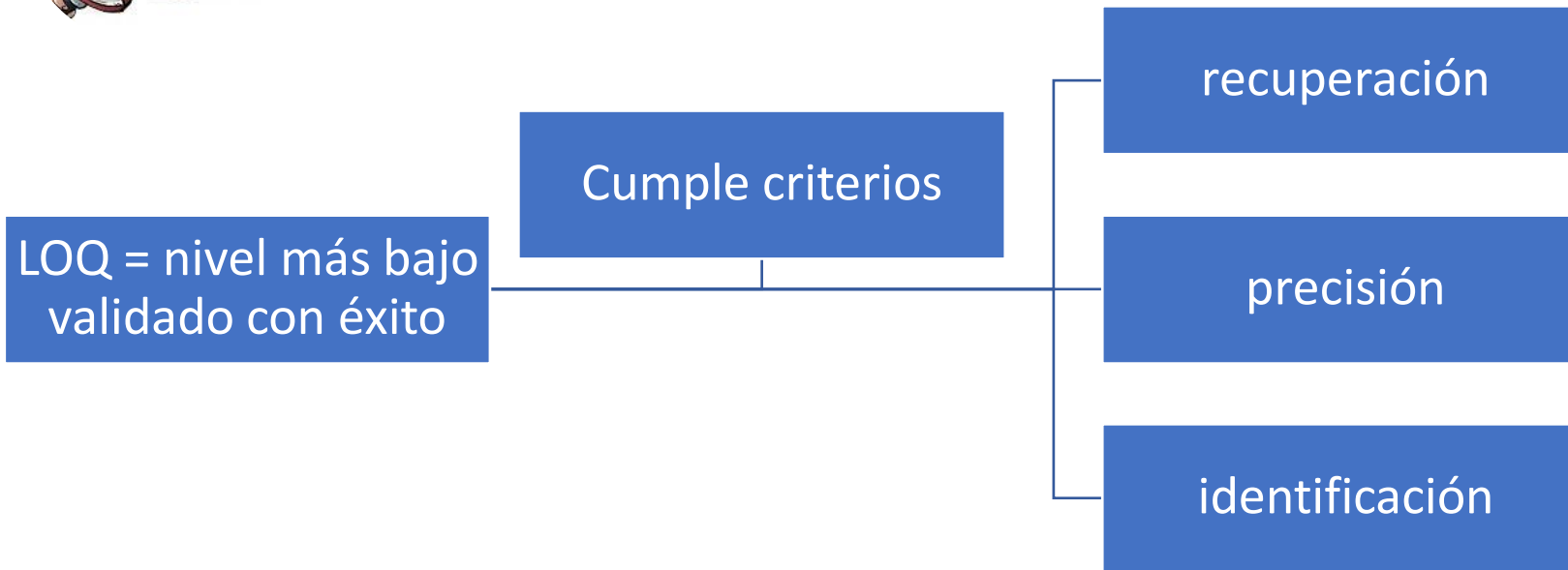




LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN



Criterios del método



- ✓ Esta definición y la forma de determinar el LOQ son menos ambiguas que las opciones existentes.
- ✓ Con esta definición no existe relación entre LOQ y LOD. **!**

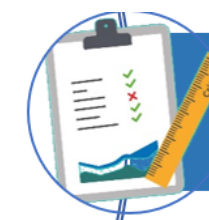


MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN



Criterios del método

Micotoxina	Alimentos	Requisito para el LOQ (µg/kg)
Aflatoxinas		
Aflatoxina B1	Alimentos infantiles y alimentos transformados a base de cereales para lactantes y niños de corta edad, alimentos para usos médicos especiales destinados a lactantes y niños de corta edad	$\leq 0,1$
Aflatoxina B1, B2, G1, G2, cada una de las aflatoxinas	Todos los demás alimentos	≤ 1
Ocratoxina A	Productos de confitería a base de regaliz que contengan < 97 % Extracto de regaliz en base seca	$\leq 10,0$
	Cacao en polvo	$\leq 3,0$
Alcaloides de cornezuelo (cada uno de los doce epímeros incluidos en la definición de la suma de límites máximos)	Cereales y alimentos a base de cereales	≤ 4
	Alimentos transformados a base de cereales para lactantes y niños de corta edad	≤ 2

LÍMITES DE CUANTIFICACIÓN PARA ALGUNAS MICOTOXINAS



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN



Criterios del método

Demás casos:

$$\text{LOQ} \leq 0,5 * \text{límite máximo}$$

$$\text{preferible} \leq 0,2 * \text{límite máximo}$$

SUMA DE TOXINAS:

En caso de que el límite máximo se aplique a una suma de toxinas:

$$\text{LOQ de cada una de las toxinas} \leq 0,5 * \text{límite máximo}/n$$



$$\text{LOQ (ATF totales)} \neq \text{LOQ AFB1} + \text{LOQ AFB2} + \text{LOQ AFG1} + \text{LOQ AFG2}$$

Desde una perspectiva científica, no tiene sentido sumar LOQ individuales en un LOQ de suma como parámetro para comparar con un ML de suma. Los LOQ se determinan y notifican únicamente para toxinas individuales



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

1.- CONTROL OFICIAL



Criterios del método



LÍMITE DE DETECCIÓN

No se requiere la determinación del límite de detección (LOD).

Los niveles máximos/valores orientativos/niveles indicativos para micotoxinas y toxinas vegetales a menudo están muy por encima del LOD del método.

Su determinación no tiene valor agregado y aumenta innecesariamente la carga de trabajo de validación.



LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

LOQ = nivel más bajo validado con éxito:

concentración más baja de analito probada en un material de muestra, para la cual se cumplen criterios de

- recuperación
- precisión
- identificación



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

2.- EVALUACIÓN DEL RIESGO



Criterios del método



LÍMITE DE DETECCIÓN

A menos que:

- LOQ suficientemente bajo como para proporcionar resultados cuantificables en (prácticamente) todas las muestras
- LOQ por debajo del nivel en la matriz de alimentos/piensos considerado relevante para la evaluación de riesgos (proporcionado por EFSA o autoridad competente)



requiere la determinación del LOD

debe realizarse siguiendo el enfoque estadístico según JRC o Eurachem



LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

- LOQ: misma definición que en control oficial
- LOQ requeridos mucho más bajos

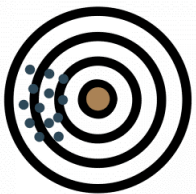
Cuando el método ***se vaya a utilizar para ambas cosas***, el nivel más bajo incluido en la validación deberá ajustarse en consecuencia.



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030

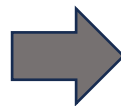


50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



REPETIBILIDAD

	valor recomendado	valor máximo
RSD _r	≤ derivado ec. Horwitz	≤ 2 x derivado ec. Horwitz



	valor máximo
RSD _r	≤ 20

Este criterio aplica a todas
las concentraciones



Criterios del método

SUMA DE TOXINAS:

Si el nivel máximo aplica a una
suma de toxinas, los criterios
de precision aplican tanto a la
suma como a las toxinas
individuales



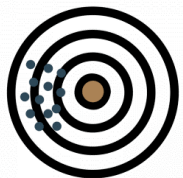
Generalmente se lleva a cabo **durante la validación inicial** mediante
5 o 6 análisis repetidos de la matriz para cada concentración



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030

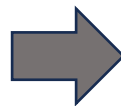


50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



REPRODUCIBILIDAD

	valor recomendado	valor máximo
RSD_R	$\leq$ derivado ec. Horwitz	$\leq 2 \times$ derivado ec. Horwitz



	valor máximo
RSD_R	≤ 25

Este criterio aplica a todas las concentraciones



¿Por qué?

CEN/TS 17455:2020. 2020. Animal feeding stuffs - Methods of sampling and analysis - Performance criteria for single laboratory validated and ring-trial validated methods of analysis for the determination of mycotoxins



se concluía que un 22% es factible en colaborativos

<< Horwitz

¿Por qué conformarnos?

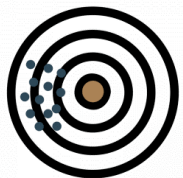


Criterios del método

SUMA DE TOXINAS:

Los criterios de precision aplican tanto a la suma como a las toxinas individuales





REPRODUCIBILIDAD



¿Por qué 25%?

se eligió el valor del 25% sobre el 22% de CEN/TS 17455:2020:

- i) para tener en cuenta que diferentes laboratorios utilizarán diferentes métodos
- ii) debido a la tendencia hacia un mayor uso de LC-MS Métodos multitoxina
- iii) mismo criterio para pesticidas en alimentos y piensos por LC-MS/MS



Criterios del método

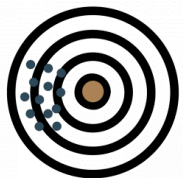
- Valores más altos pueden restringir las posibilidades de tomar medidas legislativas.
- Para hacer cumplir los niveles máximos: positivo más allá de toda duda razonable → restar la incertidumbre expandida
- Si un alimento se analiza en distintos laboratorios:
 $U \geq 2 \cdot \text{RSDR} = 50\%$ (Esto significa que, el resultado del análisis excede el NM más allá de toda duda razonable) cuando el resultado del análisis es el doble del nivel máximo.



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



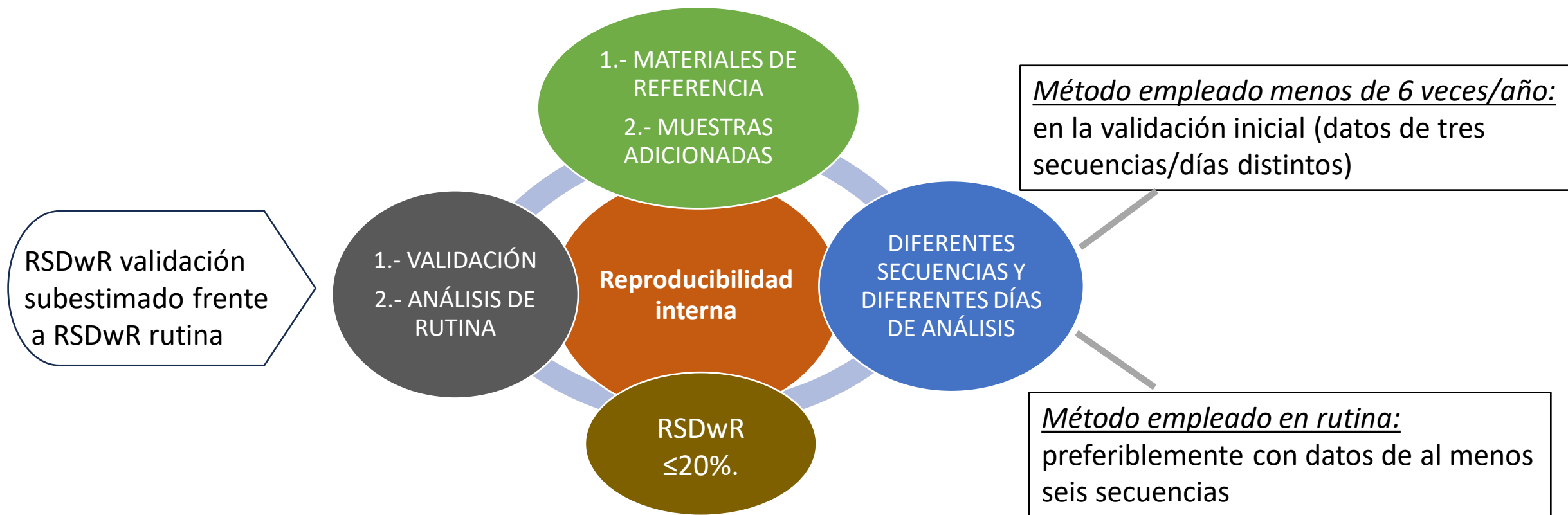
50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



REPRODUCIBILIDAD INTERNA



Criterios del método

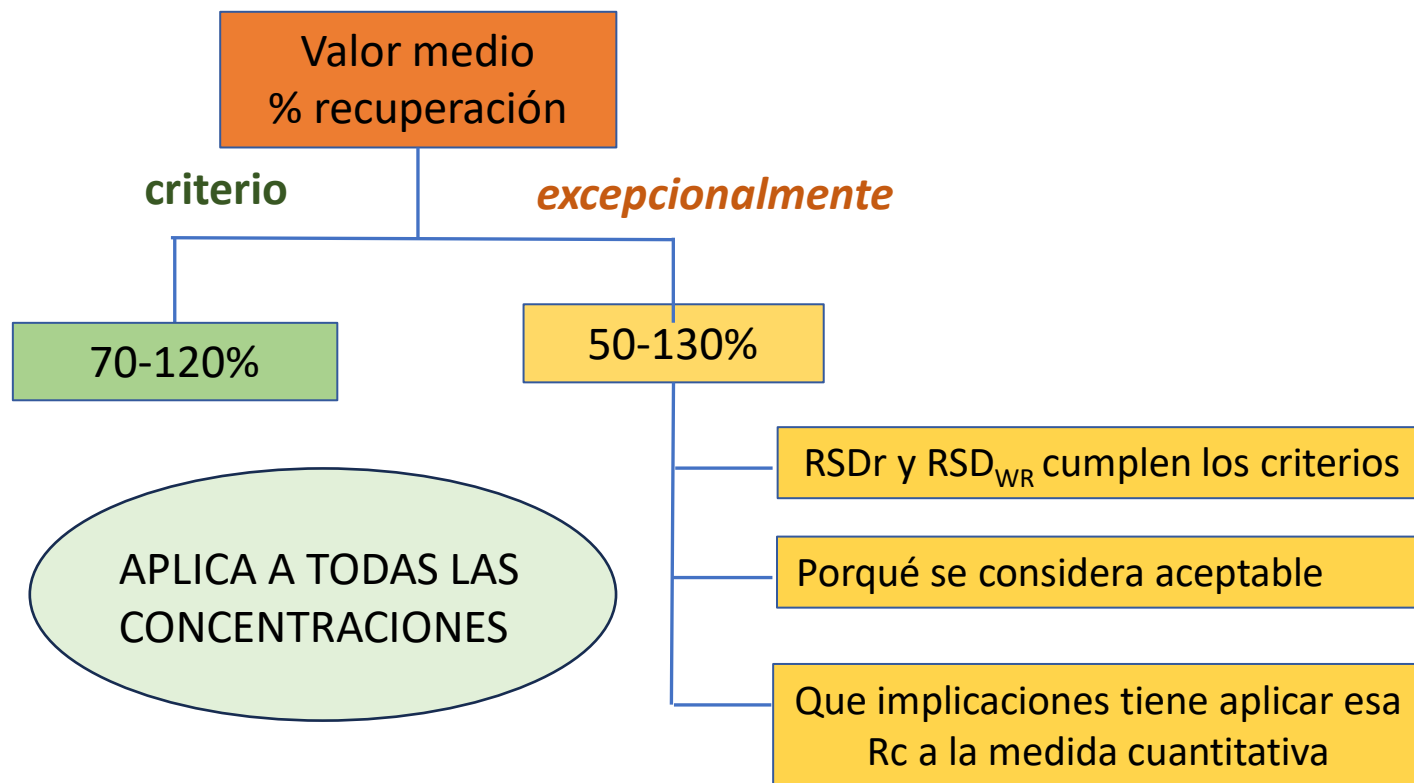




TASA DE RECUPERACIÓN



Criterios del método



SUMA DE TOXINAS:

aplicar el %Rc a las toxinas individuales antes de hacer la suma. Para alcaloides del ergot a los pares de epímeros



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

Grupos de productos para validar los métodos de confirmación y de cribado

Grupos de productos	Categorías de productos	Productos típicos representativos incluidos en la categoría
Alto contenido de agua	Zumos de frutas Bebidas alcohólicas Raíces y tubérculos Purés a base de cereales o frutas	Zumo de manzana, zumo de uva Vino, cerveza, sidra Jengibre fresco, infusiones (líquidas) Purés para lactantes y niños de corta edad
Alto contenido de aceite	Frutos de cáscara arbóreos Semillas oleaginosas y productos a base de semillas oleaginosas Frutos oleaginosos y productos a base de frutos oleaginosos	Nueces, avellanas, castañas colza, girasol, semillas de algodón, soja, cacahuetes, sésamo, etc. Aceites y pastas (como la manteca de cacahuete o la pasta de sésamo)
Alto contenido de almidón o proteína y bajo contenido de agua y grasa	Semillas de cereales y productos a base de semillas de cereales Productos dietéticos	Trigo, centeno, cebada, maíz, arroz, avena Pan integral, pan blanco, galletas saladas, cereales de desayuno, pastas alimenticias Polvos secos para preparar alimentos para lactantes y niños de corta edad
Alto contenido de ácido y de agua (*)	Productos cítricos	
Productos raros o únicos (**)		Cacao en grano y productos a base de cacao en grano, copra y productos a base de copra, café, té (producto desecado) Especias, raíz de regaliz, infusiones (producto desecado), complementos alimenticios, polen y productos a base de polen
Alto contenido de azúcar y bajo contenido de agua	Frutas desecadas	Higos secos, pasas, pasas de Corinto y sultaninas
Leche y productos lácteos	Leche Queso Productos lácteos (como leche en polvo)	Leche de vaca, cabra y búfala Queso de vaca y de cabra Yogur, nata
Carne (tejido)	Despojos comestibles Músculo, productos cárnicos transformados	Riñón, hígado jamón



Ampliación del ámbito de aplicación

AMPLIACIÓN A OTRAS MICOTOXINAS



VALIDACIÓN COMPLETA

AMPLIACIÓN A OTROS PRODUCTOS

ESTÁN EN EL GRUPO



VALIDACIÓN COMPLEMENTARIA

NO ESTÁN EN EL GRUPO



VALIDACIÓN COMPLETA



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

SUMA DE TOXINAS



Expresión de resultados



Aflatoxinas
Toxinas T2/HT2
Fumonisin
Alcaloides del ergot

¡COMUNICAR LOS RESULTADOS
ANALÍTICOS DE TODAS LAS
TOXINAS INDIVIDUALES!

**NIVELES MÁXIMOS
SUMAS DE
TOXINAS**

LOWER-BOUND:
valores menores al LOQ = CERO

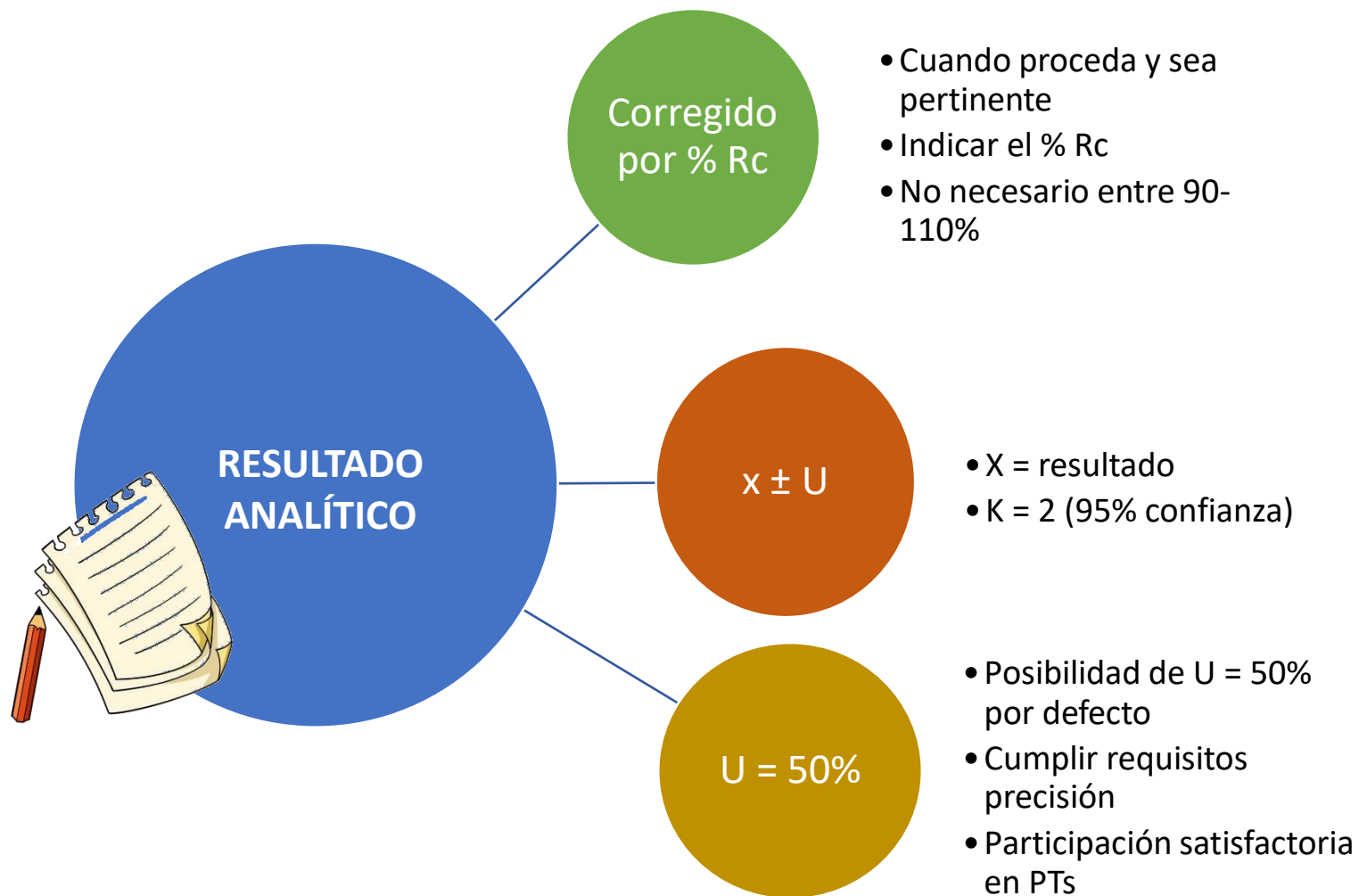
ALCALOIDES DEL ERGOT:
permitido informar de la **suma**
de los epímeros



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN



- El criterio no ha cambiado
- Se incluye como novedad la posibilidad de notificar una incertidumbre de medida expandida por defecto del 50%





Toxinas vegetales



Diario Oficial
de la Unión Europea

ES
Serie L

2023/2783

15.12.2023

REGLAMENTO DE EJECUCIÓN (UE) 2023/2783 DE LA COMISIÓN

de 14 de diciembre de 2023

por el que se establecen los métodos de muestreo y análisis para el control del contenido de toxinas vegetales en los alimentos y se deroga el Reglamento (UE) 2015/705

(Texto pertinente a efectos del EEE)



Entrada en vigor: 04 abril 2024

PARA NUEVAS VALIDACIONES:
obligado cumplimiento

PARA VALIDACIONES anteriores:
periodo de transición hasta 1 julio
2028



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición

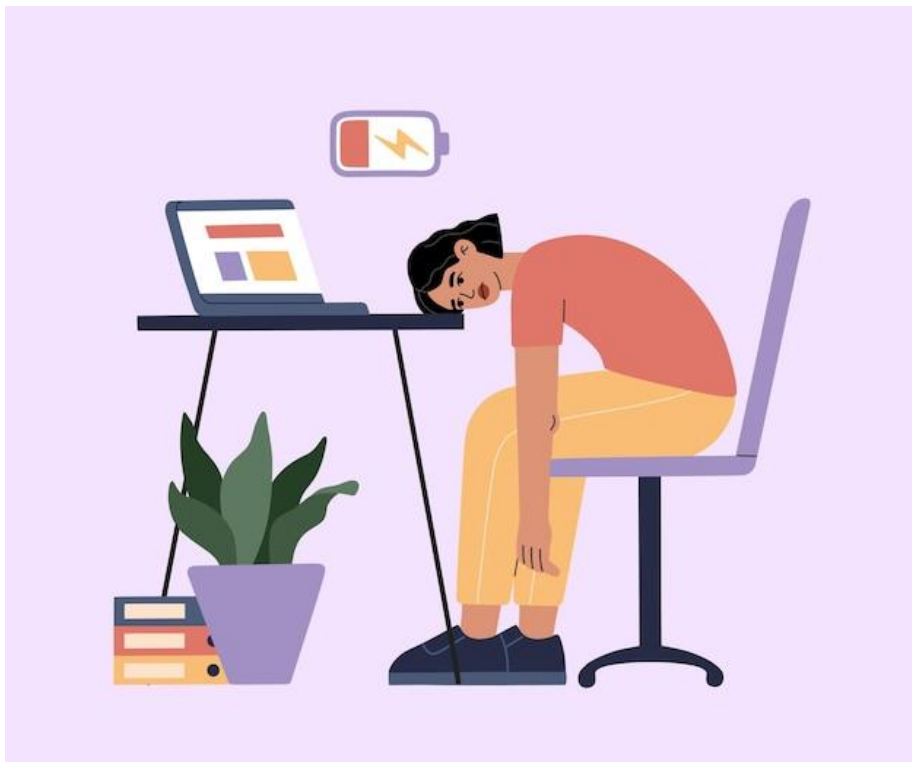


50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

ÁNIMO



¡¡¡LO VAMOS A CONSEGUIR!!!



mnogueiras@aesan.gob.es
toxinas-hap-cna@aesan.gob.es



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

MUCHAS GRACIAS



MINISTERIO
DE DERECHOS SOCIALES, CONSUMO
Y AGENDA 2030



agencia
española de
seguridad
alimentaria y
nutrición

50

50 ANIVERSARIO
CENTRO NACIONAL
DE ALIMENTACIÓN

*Cuidando de ti
desde el laboratorio*



Centro
Nacional de
Alimentación