

## NOTA INFORMATIVA 10/03

### EXPRESSIÓ DE RESULTATS DE L'ANÀLISI DE RESIDUS DE MEDICAMENTS VETERINARIS EN MOSTRES D'ORIGEN ANIMAL I ELS SEUS PRODUCTES

Després de l'aprovació de la Decisió de la Comissió 2002/657/CE referent al funcionament dels mètodes analítics i la interpretació dels resultats, l'agost del 2002, els laboratoris que realitzen anàlisis dins de l'àmbit d'aplicació d'aquesta Decisió, han hagut d'adaptar els seus procediments d'anàlisi als requisits que s'hi han establert.

En relació a la interpretació dels resultats, la Decisió 2002/657/CE, introdueix el concepte de **límit de decisió (CC $\alpha$ )**, definit com aquella concentració de substància o residu per sobre del qual es pot establir amb certesa estadística determinada (99% per substàncies del grup A i 95% per a la resta de substàncies), que:

- S'ha superat el límit permès en cas de substàncies que tinguin establert un límit màxim de residu.
- Es detecta la seva presència, en cas de substàncies que no estiguin permeses.

El límit de decisió de cada substància el determina el laboratori per aplicació del propi mètode d'anàlisi, tenint en compte que:

- En el cas de substàncies permeses el límit de decisió s'ha d'estudiar a nivell del límit permès. Això comporta que el CC $\alpha$  sempre sigui un valor superior al límit permès; i es podria considerar un equivalent del límit permès més la seva incertesa.
- En el cas de substàncies no permeses, el límit de decisió ha de ser inferior al MRPL (límit de funcionament mínim exigint de la tècnica), quan estigui legislat.

El Laboratori de l'Agència de Salut Pública de Barcelona (LASPB), a hores d'ara, té adaptades a la Decisió 2002/657/CE totes les determinacions de l'àrea d'anàlisi de residus de medicaments veterinaris en mostres d'origen animal:

- Hormones sintètiques en greix i orina.
- Corticoesteroides en fetge.
- Metabolits de nitrofurans en carns, peixos, suc de fruita i aliments infantils.
- Colorants zosanitaris (Verd malaquita, leuco malaquita, violeta cristall verd brillant) en peixos.
- Cloramfenicol en carns, peixos, orina, llet i mel.
- Antibiòtics (sulfamides, quinolones, macròlids, tetraciclins i penicilines) en carns, llet i mel.
- Tirostàtics en glàndula tiroide.
- Beta-agonistes en fetge i ull.
- Benzodiazepines en orina.

- Coccidiostàtics en múscul i ou.

En estar acreditats amb un abast obert d'acord amb la nota tècnica d'ENAC NT-18, les substàncies incloses en cada grup descrit i els materials a assajar es descriuen específicament a la Llista d'assaigs sota acreditació (LEBA) que es va actualitzant d'acord amb les peticions dels clients, tenint el compromís d'emetre els resultats acreditats de les determinacions sol·licitades sempre que el laboratori disposi de capacitat tècnica per a la seva anàlisi i s'acompleixin els requisits de qualitat establerts.

### **Expressió dels resultats**

A causa de la complexitat que pot comportar la interpretació dels resultats com aplicació de la decisió, s'expliquen a continuació el significat de les diferents formes d'informar-los amb alguns exemples segons siguin substàncies que tinguin establerts un límit màxim de residu (LMR) o no, (en aquest cas cal considerar-les com a prohibides):

#### **1: Substàncies que no tenen establert un límit permès.**

El resultat pot expressar-se com:

- Inferior al límit de decisió (<CC $\alpha$ ):** quan el resultat obtingut és l'absència de l'analít o bé aquest es troba en una concentració inferior al límit de decisió establert pel LASPB per a aquesta substància.

Exemple:

| Determinació   | Resultat         | Mètode     |
|--|------------------|------------|
| Anàlisi de metabolits de nitrofurans   | <CC $\alpha$ (1) | MA/2/19560 |
| (1) Límits de decisió (CC $\alpha$ ) i límits de quantificació (LQ):<br>AMOZ metabolit de furaltadona: CC $\alpha$ : 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AOZ metabolit de furazolidona: CC $\alpha$ : 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AHD metabolit de nitrofurantoina: CC $\alpha$ : 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>SEM metabolit de nitrofurazona: CC $\alpha$ : 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg. |                  |            |

- >CC $\alpha$  e < LQ:** Substància el resultat de la qual és superior al límit de decisió i inferior al límit de quantificació.  
 En aquest cas es confirma la presència de l'analít en una concentració entre el límit de decisió i el límit de quantificació. Es tracta d'una zona de resultats qualitius, en la qual no és possible quantificar.

Exemple:

| Determinació  | Resultat      | Mètode     |
|---|---------------|------------|
| Anàlisi de metabolits de nitrofurans  | Presència (1) | MA/2/19560 |
| AMAZ  | > CCα e < LQ  | MA/2/19560 |
| (1) Límits de decisió (CCα) i límits de quantificació (LQ):<br>AMAZ metabolit de furaltadona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AAZ metabolit de furazolidona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AHD metabolit de nitrofurantoina: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>SEM metabolit de nitrofurazona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg. |               |            |

c) **Valor obtingut:** quan aquest valor es troba dins del rang quantificable validat per a aquesta substància.

Exemple:

| Determinació  | Resultat      | Mètode     |
|---|---------------|------------|
| Anàlisi de metabolits de nitrofurans  | Presència (1) | MA/2/19560 |
| AMAZ  | 1.2 µg/kg     | MA/2/19560 |
| (1) Límits de decisió (CCα) i límits de quantificació (LQ):<br>AMAZ metabolit de furaltadona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AAZ metabolit de furazolidona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AHD metabolit de nitrofurantoina: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>SEM metabolit de nitrofurazona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg. |               |            |

d) **>##:** Superior al nivell màxim validat, quan la concentració determinada de l'analít supera aquest nivell i el resultat no qüestiona la seva conformitat. En aquest cas, a petició del client es pot donar un resultat aproximat obtingut per extrapolació i no inclòs en l'abast d'acreditació.

Exemple:

| Determinació  | Resultat      | Mètode     |
|---|---------------|------------|
| Anàlisi de metabolits de nitrofurans  | Presència (1) | MA/2/19560 |
| AMAZ  | > 10 µg/kg    | MA/2/19560 |
| (1) Límits de decisió (CCα) i límits de quantificació (LQ):<br>AMAZ metabolit de furaltadona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AAZ metabolit de furazolidona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>AHD metabolit de nitrofurantoina: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg.<br>SEM metabolit de nitrofurazona: CCα: 0.1 µg/Kg; LQ: 1.0 µg/Kg. |               |            |

En tots els casos s'indica en un comentari associat a la determinació del valor del límit de decisió (CCα) i del límit de quantificació (LQ) per a cada substància.

## 2. Substàncies que pertanyen a una família per a les quals s'ha establert un límit permès.

El resultat es pot expressar com:

- a) **<LQ** Resultat inferior al límit de quantificació, indica l'absència de l'analít o bé que aquest es troba en una concentració inferior al límit de quantificació establert pel LASPB per a aquesta substància.

Exemple:

| Determinació  | Resultat | Mètode     |
|---|----------|------------|
| Anàlisi de sulfamides   | <LQ (1)  | MA/2/19260 |
| (1) Límits de decisió (CC $\alpha$ ) i límits de quantificació (LQ):<br>Sulfaclopiridazina: LQ:10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 110.2 µg/kg.<br>Sulfadiazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 110.1 µg/kg.<br>Sulfadimetoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 106.4 µg/kg.<br>Sulfadoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 112.7 µg/kg.<br>Sulfamerazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.5 µg/kg.<br>Sulfametazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 109.1 µg/kg.<br>Sulfametizol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.7 µg/kg.<br>Sulfametoxazol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 113.6 µg/kg.<br>Sulfametoxipiridazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 109.7 µg/kg.<br>Sulfamonometoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 108.7 µg/kg.<br>Sulfapiridina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.5 µg/kg.<br>Sulfaquinoxalina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.5 µg/kg.<br>Sulfatiazol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 112.6 µg/kg.<br>Sulfisoxazol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 113.2 µg/kg.<br>Trimetoprim: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 56.9 µg/kg. |          |            |

- b) **Valor obtingut:** quan aquest valor es troba dins del rang quantificable validat per a aquesta substància.

Exemple de resultat conforme (< CC $\alpha$ ) de sulfadiazina:

| Determinació  | Resultat      | Mètode     |
|---|---------------|------------|
| Anàlisi de sulfamides   | Presència (1) | MA/2/19260 |
| Sulfadiazina  | 22.4 µg/kg    | MA/2/19260 |
| (1) Límits de decisió (CC $\alpha$ ) i límits de quantificació (LQ):<br>Sulfaclopiridazina: LQ:10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 110.2 µg/kg.<br>Sulfadiazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 110.1 µg/kg.<br>Sulfadimetoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 106.4 µg/kg.<br>Sulfadoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 112.7 µg/kg.<br>Sulfamerazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.5 µg/kg.<br>Sulfametazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 109.1 µg/kg.<br>Sulfametizol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.7 µg/kg.<br>Sulfametoxazol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 113.6 µg/kg.<br>Sulfametoxipiridazina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 109.7 µg/kg.<br>Sulfamonometoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 108.7 µg/kg.<br>Sulfapiridina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.5 µg/kg.<br>Sulfaquinoxalina: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 111.5 µg/kg.<br>Sulfatiazol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 112.6 µg/kg.<br>Sulfisoxazol: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 113.2 µg/kg.<br>Trimetoprim: LQ: 10.0 µg/kg; CC $\alpha$ : 56.9 µg/kg. |               |            |

- c) **>##:** Superior al nivell màxim validat, quan la concentració determinada de l'analít supera aquest nivell i el resultat no qüestiona la conformitat del

mateix. En aquest cas, a petició del client es pot donar un resultat aproximat obtingut per extrapolació i no inclòs en l'abast d'acreditació.

Exemple:

| Determinació  | Resultat      | Mètode     |
|---|---------------|------------|
| Anàlisi de sulfamides   | Presència (1) | MA/2/19260 |
| Sulfadimetoxina   | > 150.0 µg/kg | MA/2/19260 |
| (1) Límits de decisió (CCα) i límits de quantificació (LQ):<br>Sulfaclopiridazina: LQ:10.0 µg/kg; CCα: 110.2 µg/kg.<br>Sulfadiazina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 110.1 µg/kg.<br>Sulfadimetoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 106.4 µg/kg.<br>Sulfadoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 112.7 µg/kg.<br>Sulfamerazina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 111.5 µg/kg.<br>Sulfametazina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 109.1 µg/kg.<br>Sulfametizol: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 111.7 µg/kg.<br>Sulfametoxazol: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 113.6 µg/kg.<br>Sulfametoxipiridazina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 109.7 µg/kg.<br>Sulfamonometoxina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 108.7 µg/kg.<br>Sulfapiridina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 111.5 µg/kg.<br>Sulfaquinoxalina: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 111.5 µg/kg.<br>Sulfatiazol: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 112.6 µg/kg.<br>Sulfisoxazol: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 113.2 µg/kg.<br>Trimetoprim: LQ: 10.0 µg/kg; CCα: 56.9 µg/kg. |               |            |

En tots els casos s'indica en un comentari associat a la determinació del valor del límit de decisió (CCα) i del límit de quantificació (LQ) per a cada substància.

### 3. Substàncies que pertanyen a una família que conté simultàniament analits amb límit permès i prohibits:

- a) <CCα/LQ: El resultat indica l'absència d'analits i s'expressa com inferior al límit de decisió i al límit de quantificació simultàniament amb, la finalitat d'abastar tots els resultats possibles (per a analits prohibits i amb LMR)

Exemple:

| Determinació   | Resultat       | Mètode     |
|--|----------------|------------|
| Anàlisi de corticoesteroides   | < CCα / LQ (1) | MA/2/19610 |
| (1) Límits de decisió (CCα) i límits de quantificació (LQ):<br>Beclometasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 0.1 µg/kg.<br>Betametasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 2.3 µg/kg.<br>Dexametasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 2.4 µg/kg.<br>Flumetasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 0.2 µg/kg.<br>Metilprednisolona: LQ:1.0 µg/kg; CCα: 12.5 µg/kg.<br>Prednisolona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 12.6 µg/kg.<br>Triamcinolona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 0.1 µg/kg. |                |            |

- b) **Valor obtingut:** quan aquest valor es troba dins del rang quantificable validat per a aquesta substància.

## Exemple

| Determinació  | Resultat      | Mètode     |
|---|---------------|------------|
| Anàlisi de corticoesteroides  | Presència (1) | MA/2/19610 |
| Dexametasona  | 1.8 µg/kg     | MA/2/19610 |
| Metilprednisolona   | 24.5 µg/kg    | MA/2/19610 |
| (1) Límits de decisió (CCα) i límits de quantificació (LQ):<br>Beclometasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 0.1 µg/kg.<br>Betametasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 2.3 µg/kg.<br>Dexametasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 2.4 µg/kg.<br>Flumetasona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 0.2 µg/kg.<br>Metilprednisolona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 12.5 µg/kg.<br>Prednisolona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 12.6 µg/kg.<br>Triamcinolona: LQ: 1.0 µg/kg; CCα: 0.1 µg/kg. |               |            |

- c) **>##:** Superior al nivell màxim validat, quan la concentració determinada de l'analit supera aquest nivell i el resultat no qüestiona la conformitat del mateix. En aquest cas, a petició del client es pot donar un resultat aproximat obtingut per extrapolació i no inclòs en l'abast d'acreditació. L'expressió és com els exemples dels apartats anteriors per aquest cas.

En tots els casos s'indica en un comentari associat a la determinació del valor del límit de decisió (CCα) i del límit de quantificació (LQ) per a cada substància.

Febrer de 2010



Francesc Centrich  
Cap del Servei