

INTI – Seminario Internacional

“Validación de Métodos, Control de Calidad y Estimación de la Incertidumbre de Medición Aplicable al Análisis Multirresiduos de Pesticidas”

Buenos Aires (Argentina), 16-17 Junio 2009

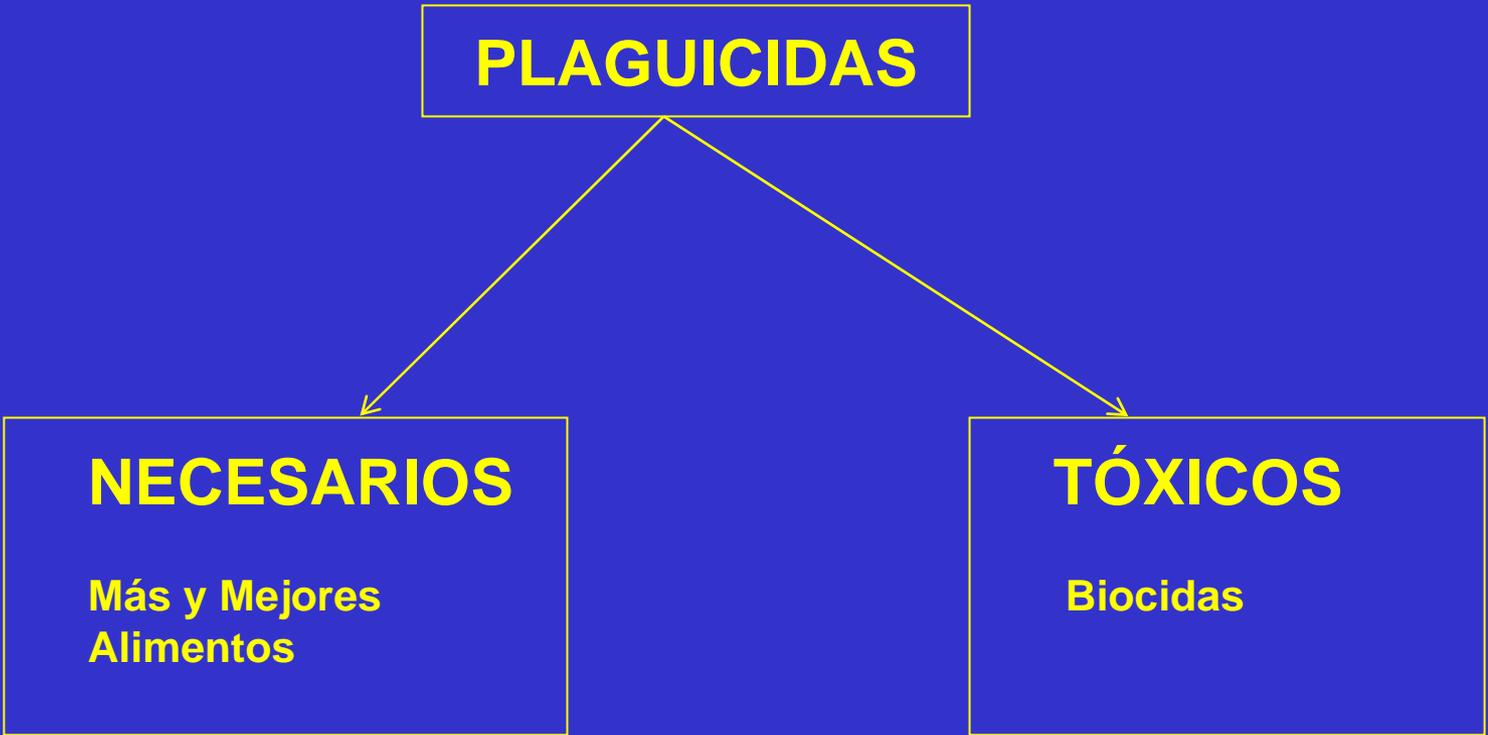
Directrices de Validación y Control de Calidad para el Análisis Multirresiduos de Plaguicidas de la DG SANCO de la UE

Antonio Valverde García

*Grupo Residuos de Plaguicidas
Universidad de Almería*

*Directrices de Validación y Control de Calidad para
el Análisis Multirresiduos de Plaguicidas de la DG
SANCO de la UE*

- *Introducción*
- *Características Generales de los Métodos Analíticos de Control de Residuos de Plaguicidas*
- **Documento SANCO/2007/3131: Validación y Control de Calidad**
- *Ejercicios de Intercomparación sobre Residuos de Plaguicidas de la Comisión Europea (D.G. SANCO)*



Plaguicidas / Fitosanitarios / PPPs NECESARIOS

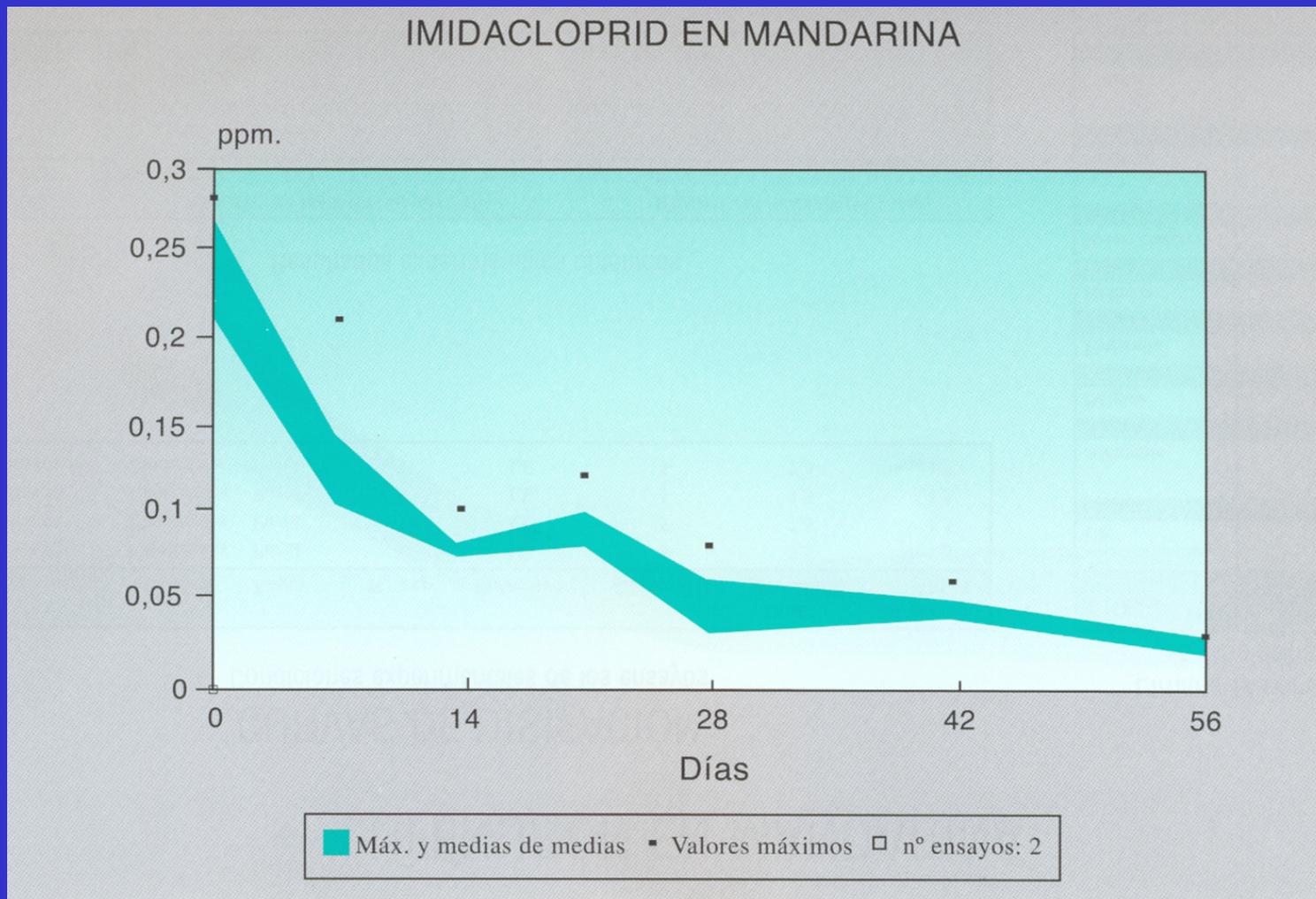
- Cosechas libres de plagas con unas pérdidas mínimas (evitan pérdidas del orden del 30-40%).
- Asegurar y mejorar el suministro de alimentos a la población mundial (> 6.000 millones con un crecimiento de 94 millones/año).
- Disminuir el nivel de toxinas naturales producidas por hongos y bacterias en las cosechas (asegurar la higiene de los alimentos).

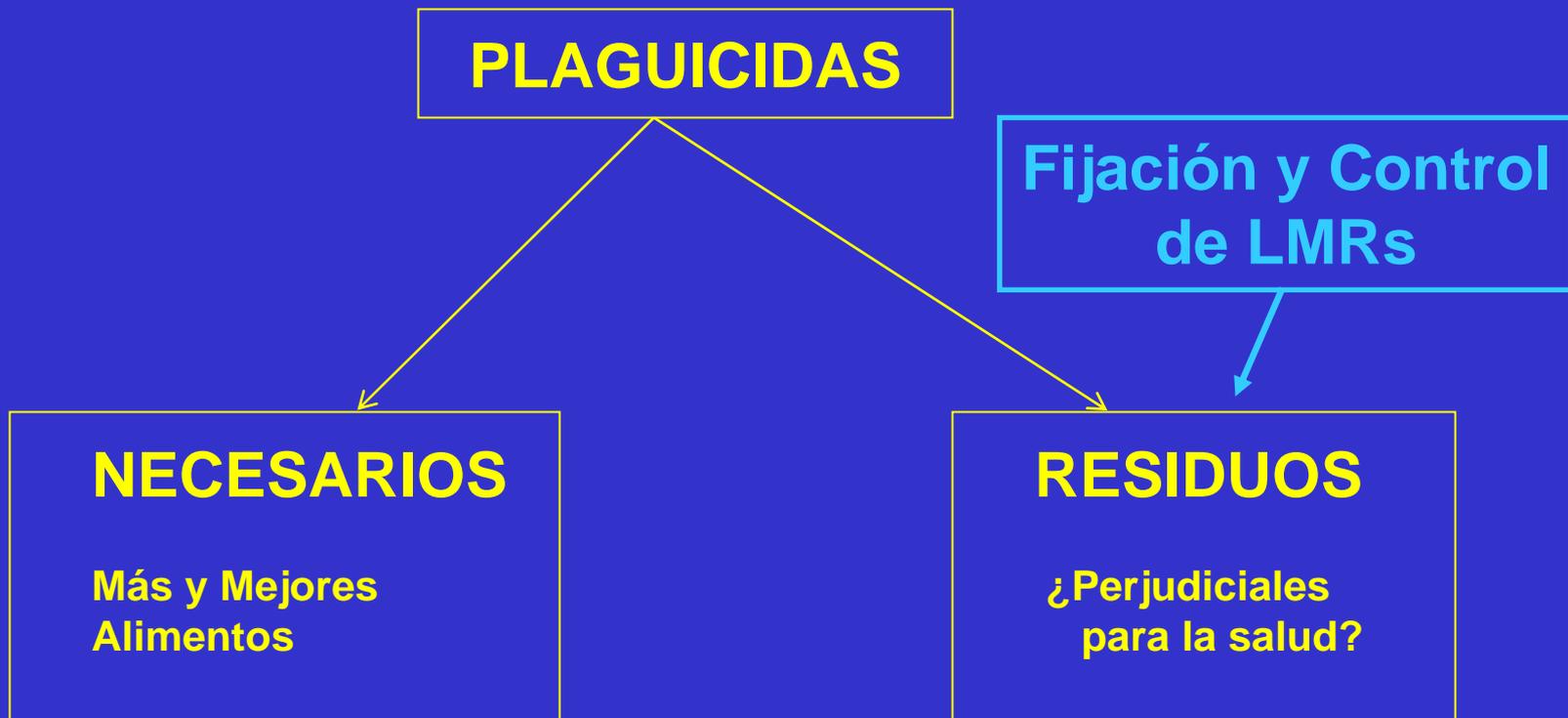
Plaguicidas / Fitosanitarios / PPPs

RIESGOS

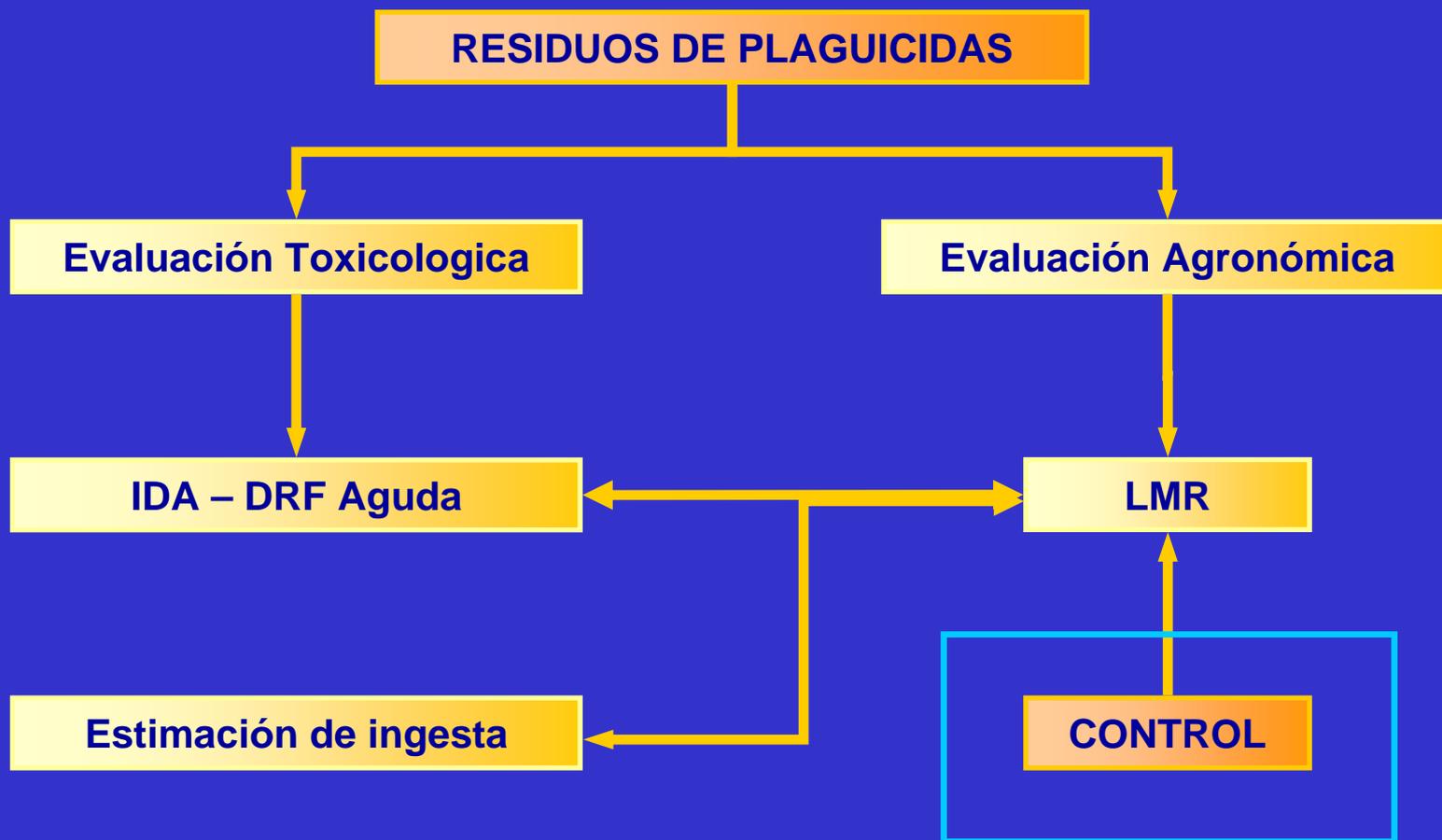
- Pueden ser perjudiciales para salud del aplicador (riesgos laborales).
- Pueden ser perjudiciales para el medioambiente (riesgos mediambientales).
- **Presencia (inevitable) de RESIDUOS EN LOS ALIMENTOS que llegan al consumidor (riesgos relacionados con la seguridad de los alimentos).**

Evolución Típica de los Residuos de un Plaguicida en un Alimento que ha sido Tratado Fitosanitariamente





EVALUACIÓN Y CONTROL DE LOS RESIDUOS DE PLAGUICIDAS EN ALIMENTOS



PROGRAMAS OFICIALES DE CONTROL DE LOS LMRs

- Programas Regionales / Nacionales / **UE (D.G. SANCO)**
- Programas No Dirigidos - "Surveillance" / Dirigidos - "Compliance"

CONTROLES "IN HOUSE"

- Controles realizados por los productores, previos a la comercialización
- Deberían ser Controles Dirigidos

Características Generales de los Métodos Analíticos de Control de Residuos de Plaguicidas

Análisis Multirresiduos (analito / matriz)



Métodos Multirresiduos (Futuro: QuEChERS)



QuEChERS – LC/MS-MS

MS Data Review All Plots - 03/08/2006 10:26

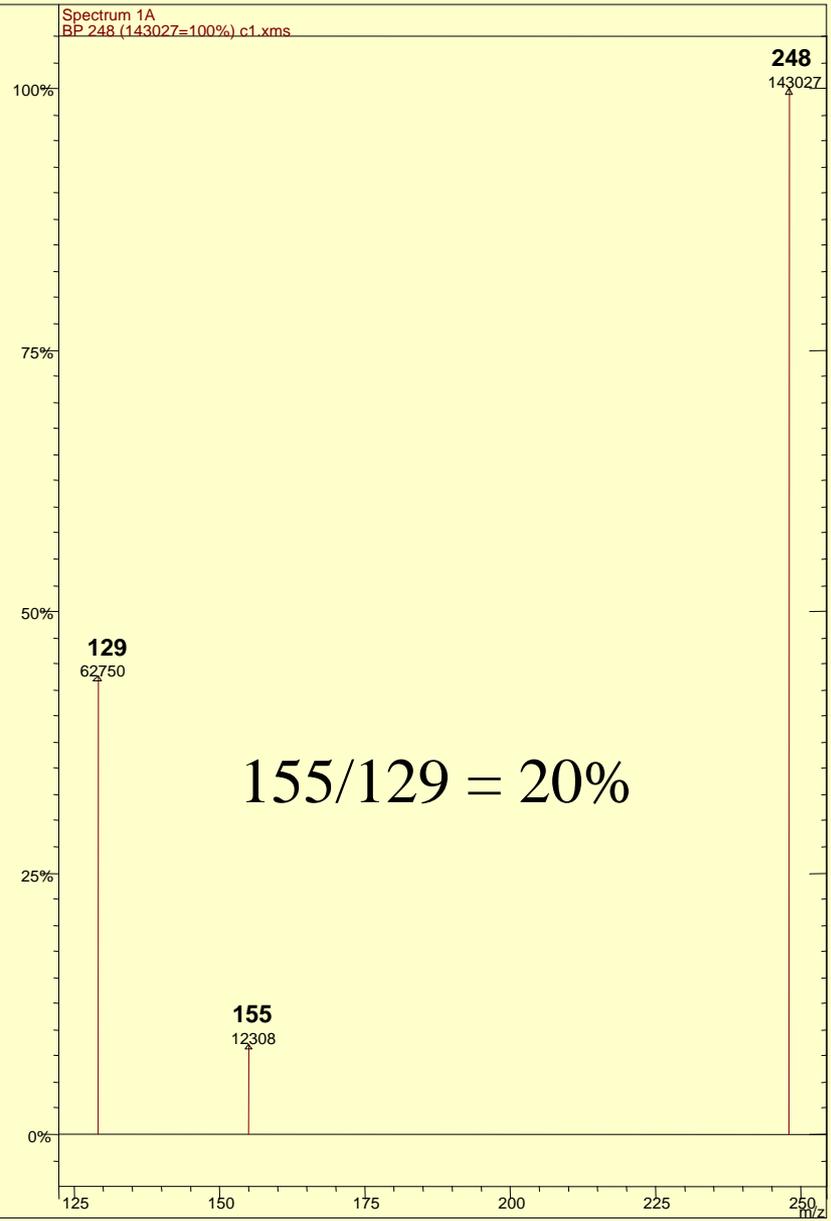
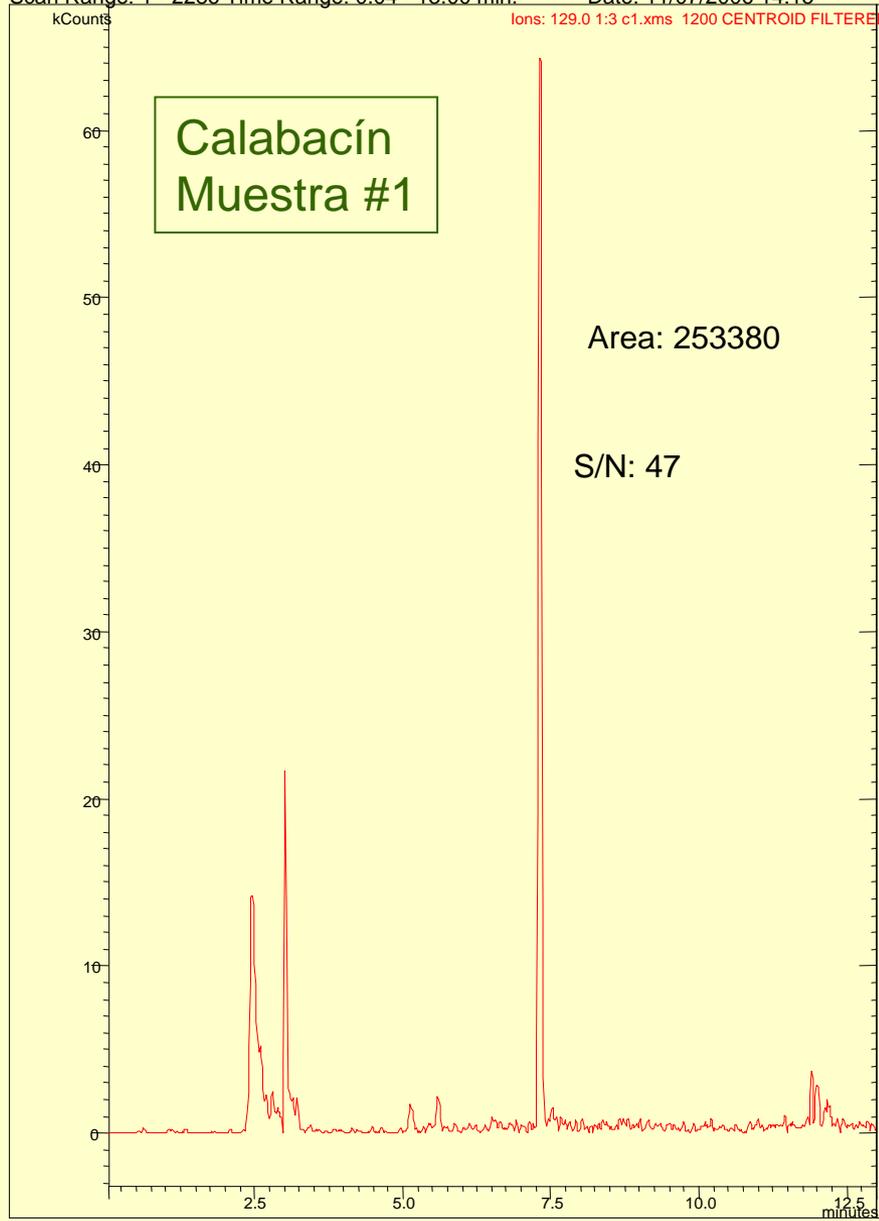
File: c:\varianws\data\20060711\c1.xms

Sample: C1

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.04 - 13.00 min.

Operator: LPC

Date: 11/07/2006 14:15



QuEChERS – LC/MS-MS

MS Data Review All Plots - 03/08/2006 10:29

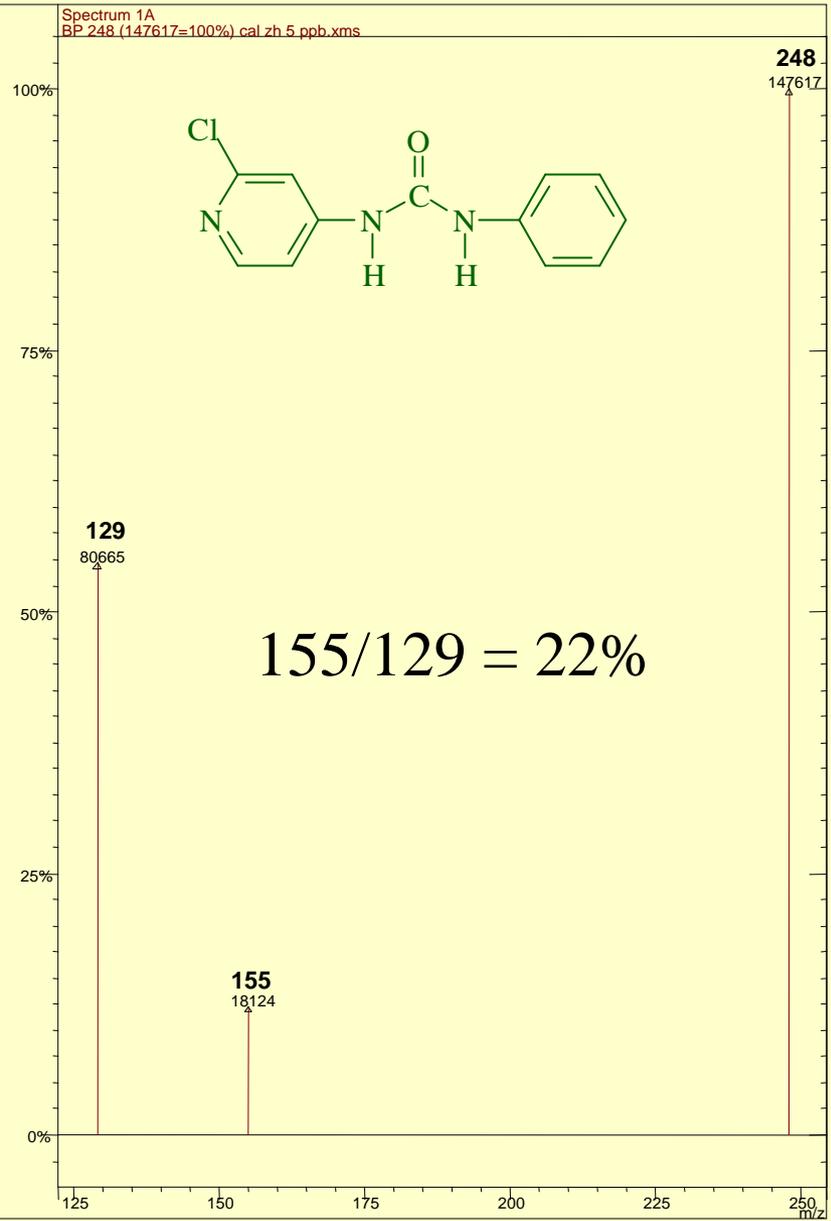
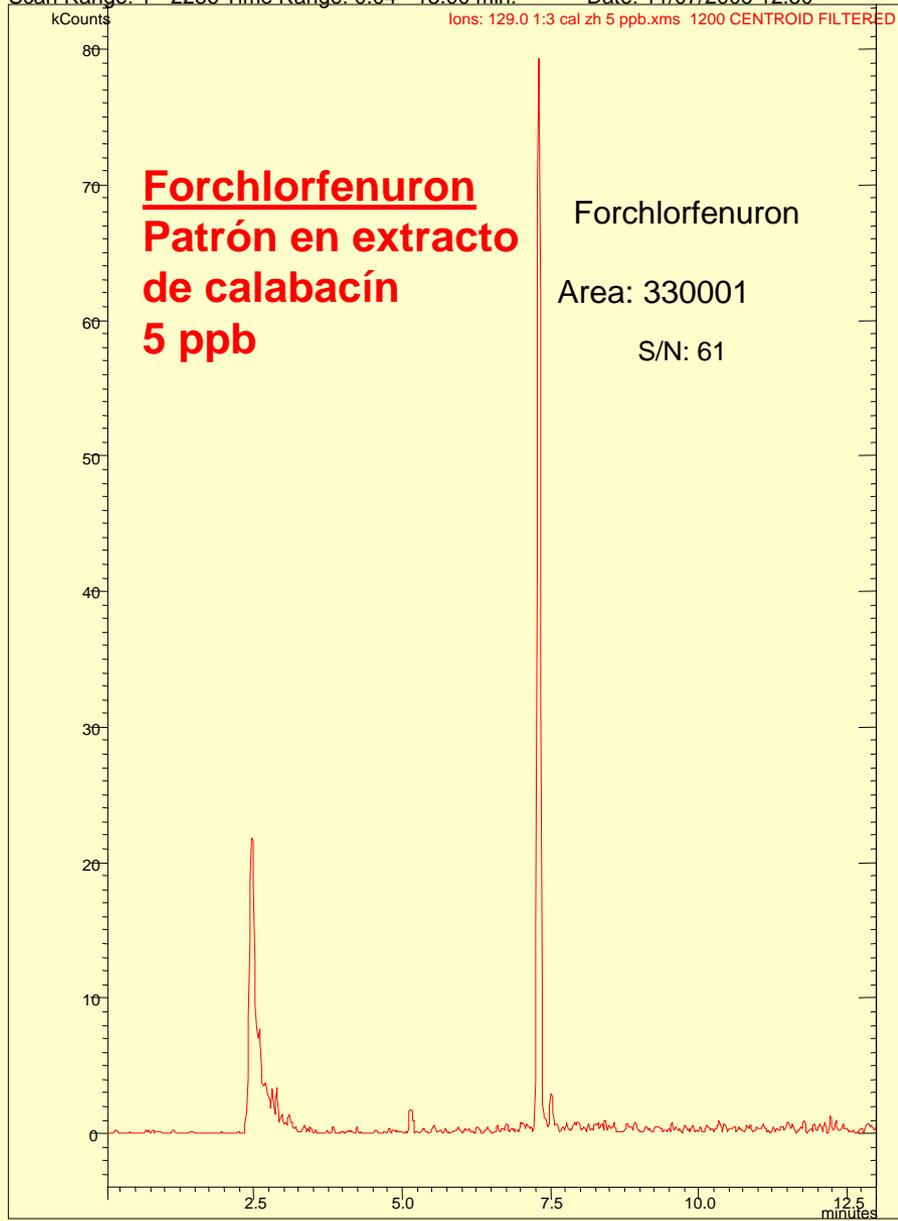
File: c:\varianws\data\20060711\cal zh 5 ppb.xms

Sample: CAL ZH 5 ppb

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.04 - 13.00 min.

Operator: LPC

Date: 11/07/2006 12:50



QuEChERS – LC/MS-MS

MS Data Review All Plots - 03/08/2006 10:26

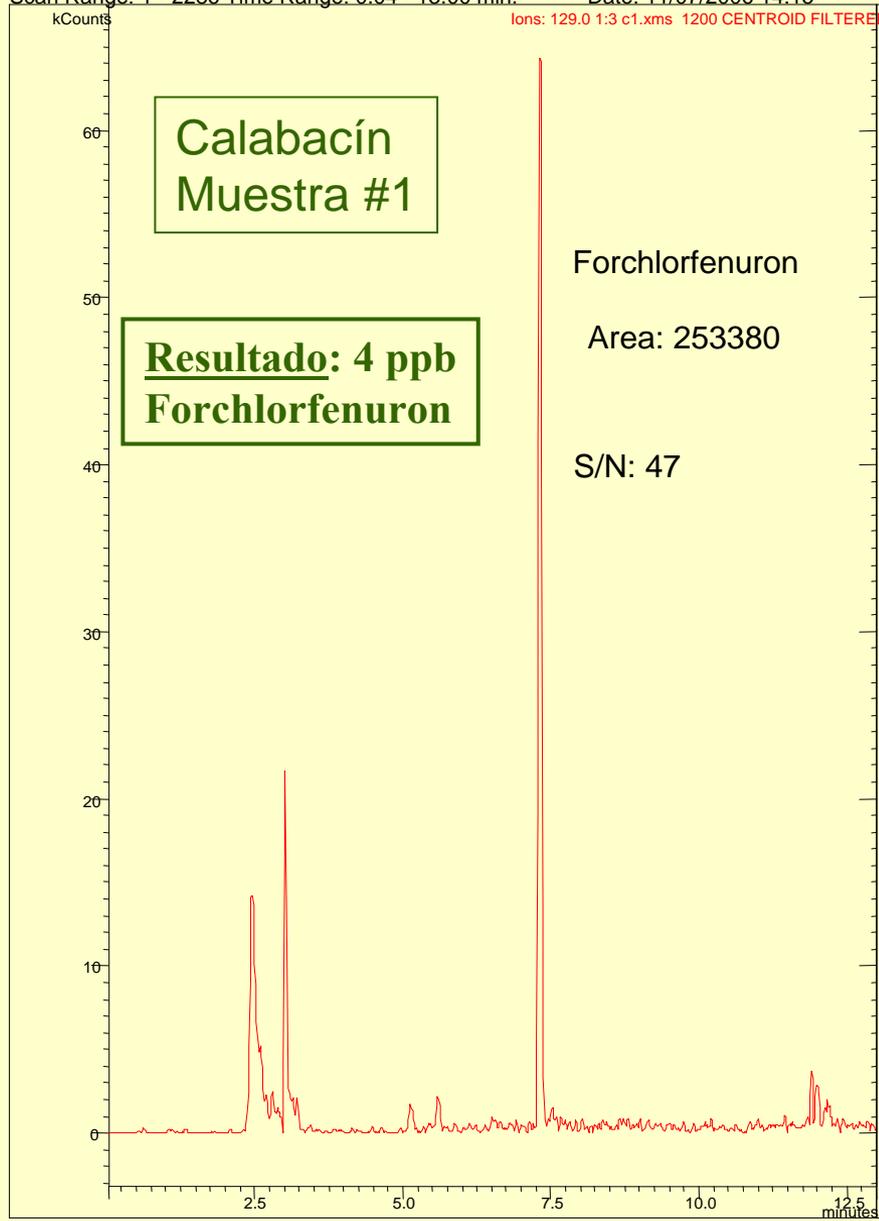
File: c:\varianws\data\20060711\c1.xms

Sample: C1

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.04 - 13.00 min.

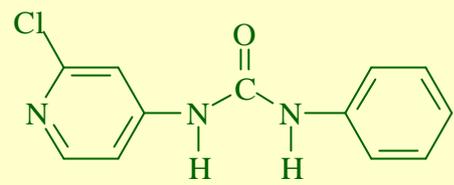
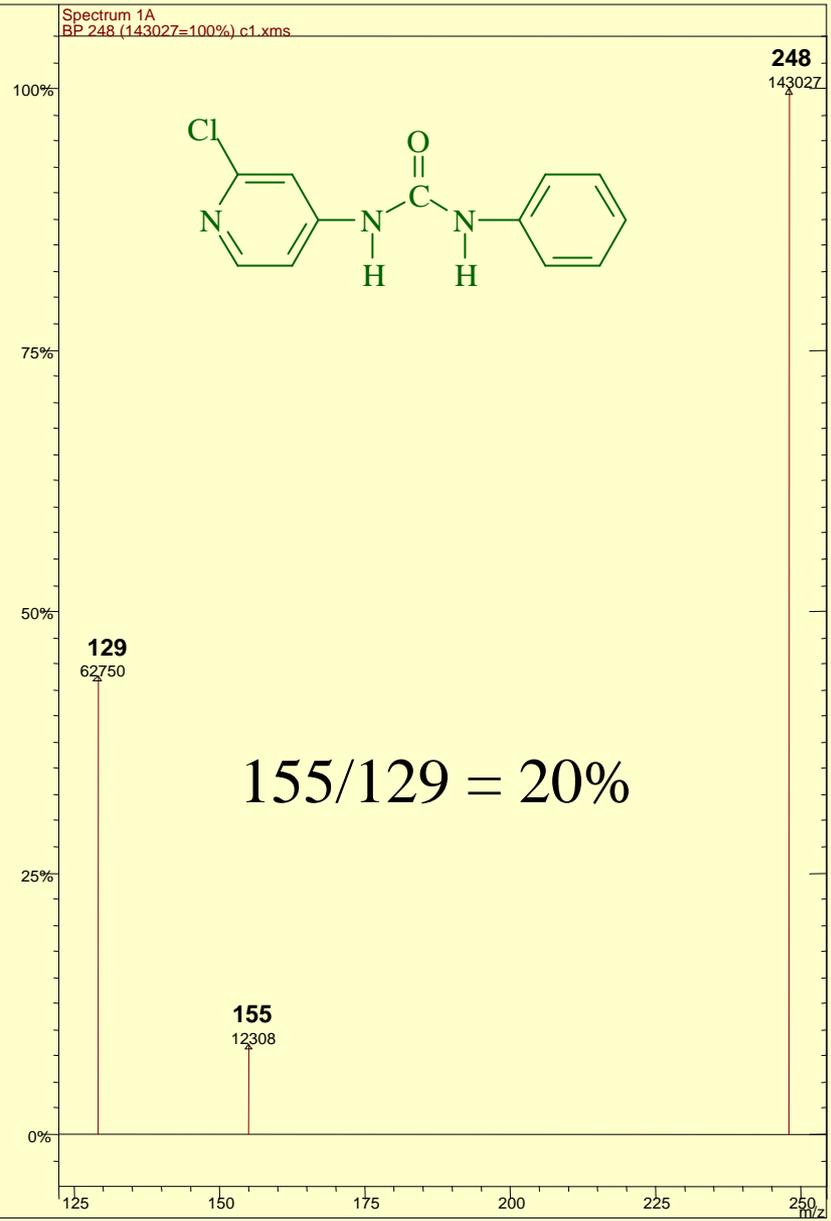
Operator: LPC

Date: 11/07/2006 14:15



Calabacín
Muestra #1

**Resultado: 4 ppb
Forchlorfenuron**



Análisis de Residuos de Plaguicidas

DIFÍCILES

RESULTADOS CON ELEVADA INCERTIDUMBRE

- Gran influencia de la destreza del analista
- y del estado de mantenimiento de los equipos
- Respuesta de los equipos variable con el tiempo
- "Efecto Matriz" imprevisible
- Interferencias imprevisibles (matriz, reactivos, etc.)
- Inexistencia de "Materiales de Referencia"

Análisis de Residuos de Plaguicidas

DIFÍCILES

RESULTADOS CON ELEVADA INCERTIDUMBRE

Imprescindible
la utilización de
MÉTODOS VALIDADOS
y la aplicación de
CONTROLES DE CALIDAD

VALIDACION DEL METODO ANALITICO

OBJETIVO

Demostrar, de forma experimental y previamente a su utilización, que el método es adecuado para el propósito que se ha fijado (alcance) y que produce resultados de calidad verificable.

RESULTADO

Información suficiente para probar que, para el alcance fijado (ANALITOS, CONCENTRACIONES, MATRICES), el método tiene adecuadas:

ESPECIFICIDAD
VERACIDAD (*Trueness*)

SENSIBILIDAD
PRECISIÓN (*Precision*)

EXACTITUD (*Accuracy*) = VERACIDAD y PRECISIÓN

Análisis de Residuos de Plaguicidas

Validación

NECESARIA

- **Defender los resultados del análisis**
(ante consumidores, clientes, importadores, jueces, ...)
- **Acreditación**

PROBLEMÁTICA ACTUAL

Limitado acuerdo internacional sobre los requisitos mínimos que deben exigirse, sobre todo para métodos MULTIRRESIDUOS.

Análisis de Residuos de Plaguicidas

Control de Calidad

- Actualmente, es admitido por todo el mundo que las características de este tipo de métodos de análisis pueden variar apreciablemente de un día a otro, e incluso de una secuencia de análisis a otra.
- Por tanto, es completamente necesario realizar controles de calidad (internos) rutinarios, además de los controles de calidad externos, para verificar y complementar la validación del método de forma continua.

Análisis de Residuos de Plaguicidas

Control de Calidad

- Incluso en laboratorios acreditados, los controles de calidad aplicados en cada laboratorio de análisis de residuos de plaguicidas pueden ser muy diferentes, pudiendo ser por tanto muy diferentes la “calidad” de sus resultados.
- Impulso de estrategias para llegar a armonizar dichos criterios, sobre todo en los laboratorios oficiales de control:

Method Validation and Quality Control Procedures
for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed

SANCO/2007/3131 (31/10/2007)

Garantía de la Calidad de los Análisis

- **No confundir con las actividades rutinarias de “Control de Calidad” de los ensayos.**
- **El “Control de Calidad Rutinario” forma parte de los ensayos y se realiza para demostrar la validez de los resultados de cada ensayo.**
- **Las actividades de “Garantía de la Calidad” forman parte del plan global de evaluación de la calidad del laboratorio.**
- **En general, las actividades de “Garantía de la Calidad” consisten en la realización periódica de “pruebas de actitud”**

Garantía de la Calidad

Actividades Típicas

- **“Ejercicios de Intercomparación”**
- **Análisis de “muestras ciegas”**
- **Intercambio de muestras con otros labs**
- **Análisis de “Materiales de Referencia”**

Implicación de la Comisión Europea (D.G. SANCO) en la Calidad de los Análisis Oficiales de Residuos de Plaguicidas

<http://www.europa.eu.int/comm/food>

<http://www.crl-pesticides.eu>

Method Validation and Quality Control Procedures
for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed
SANCO/2007/3131 (31/10/2007)

EU Proficiency Tests for Pesticide Residues
in Fruits and Vegetables (EU-PTs 1 to 10)

METHOD VALIDATION AND QUALITY CONTROL PROCEDURES FOR PESTICIDE RESIDUES ANALYSIS IN FOOD AND FEED

Document No. SANCO/2007/3131

31/October/2007

Supersedes Document No. SANCO/10232/2006

Coordinator

Dr. Tuija Pihlström

National Food Administration,
Uppsala, Sweden.

Advisory Group

Dr. Michelangelo Anastassiades

CVUA Stuttgart, Fellbach,
Germany.

Mr. Arne Andersson

National Food Administration,
Uppsala, Sweden.

Dr. Petr Cuhra

Odbor zkušební laboratoře SZPI,
Czech Republic.

Dr. André de Kok

Food and Consumer Product
Safety Authority (VWA),

Amsterdam, The Netherlands.

Mrs. Jarmila Durcanska

State veterinary and food institute
Bratislava, Slovakia.

Dr. Mette Erecius Poulsen

Danish Institute for Food and
Veterinary Research, Soeborg,
Denmark.

Dr. Amadeo R. Fernández-Alba

University of Almería, Spain.

Dr. Miguel Gamón

Generalitat Valenciana, Spain.

Dr. Ralf Lippold

CVUA Freiburg, Germany.

Mr. Octavio Malato

University of Almería, Spain.

Ms. Paula Medina

University of Almería, Spain.

Dr. Patricia Pelosi

Istituto Superiore di Sanità (ISS),
Italy.

Mr. Pekka Raviö

Customs Laboratory, Finland.

Mr. Stewart Reynolds

Central Science Laboratory, York,
United Kingdom.

Dr. Antonio Valverde

University of Almería, Spain.

Dr. Walter Zachariae

CVUA Freiburg, Germany.

Revisiones del Documento SANCO - AQC

- 1. Doc. 7826/VI/97 (1st EU AQC, 1997, Portugal)**
- 2. Doc. SANCO/3103/2000 (2nd EU AQC, 1999, Grecia)**
- 3. Doc. SANCO/10476/2003 (3rd EU AQC, 2003, UK)**
- 4. Doc. SANCO/10232/2006 (4th EU AQC, 2005, Suecia)**
- 5. Doc. SANCO/2007/3131 (5th EU AQC, 2007, España)**
- 6. Nueva revisión durante 2009 (6th EU AQC, 10/2009, Dinamarca)*

Documento SANCO/2007/3131

Objetivos Fundamentales

- Establecer un sistema armonizado (*cost-effective*) de aseguramiento de la calidad en la UE
- Asegurar la calidad y la comparabilidad de los resultados analíticos
- Asegurar una aceptable exactitud de los resultados
- Asegurar que no se informen falsos positivos o falsos negativos
- Servir de apoyo para la acreditación (cumplir con la ISO/IEC 17025)

¡En Laboratorios Oficiales de la UE!

METHOD VALIDATION AND QUALITY CONTROL PROCEDURES FOR PESTICIDE RESIDUES ANALYSIS IN FOOD AND FEED



**Document N° SANCO/2007/3131
31/October/2007**

- **Introduction (1-4)**
- **Accreditation (5)**
- **Sampling, transport, processing and storage of samples (6-14)**
- **Pesticide standards, calibration solutions, etc. (15-23)**
- **Extraction and concentration (24-27)**
- **Contamination and interference (28-34)**
- **Analytical calibration, representative analytes, matrix effects and chromatographic integration (35-53)**

- **Analytical method validation and performance criteria (54-59)**
- **Routine recovery determination (60-65)**
- **Proficiency testing and analysis of reference materials (66-67)**
- **Confirmation of results (68-79)**
- **Reporting of results (80-93)**
- Annex 1 (Selection of representative matrices)
- Appendix 1 (Glossary)

Claves para la interpretación del documento SANCO/2007/3131

may = opción

should = recomendación

must = obligación

(Appendix 1 – Glossary)

Validación

- Puede realizarse sobre Matrices Representativas
- Como mínimo, una matriz por categoría de producto
- Validación complementaria durante los análisis

Validación

Categorías de Producto para la selección de Matrices Representativas (Annex 1)

HORTALIZAS, FRUTAS Y CEREALES

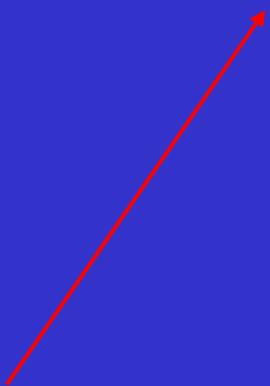
- Alto contenido en agua
- Alto contenido en aceite
- Alto contenido en proteínas ó almidón
- Alto contenido ácido
- Productos “difíciles ó singulares”

(Clasificación basada en los criterios de la OECD)

Validación

Categorías de Productos para la selección de Matrices Representativas (Annex 1)

PRODUCTOS DE ORIGEN ANIMAL

- 
- Carne
 - Leche y productos lácteos
 - Huevos
 - Miel

(Clasificación basada en los criterios de la OECD)

Document N° SANCO/2007/3131: Annex 1

Vegetables, Fruits and Cereals

Commodity Categories	Commodities included in this category	Typical representative commodities
High water content	Pome fruit Stone fruit Bulb vegetables Fruiting vegetables/cucurbits Brassica vegetables Leafy vegetables and fresh herbs Stem and stalk vegetables Forage/fodder crops Fresh legume vegetables Leaves of root and tuber vegetables Sugar cane Fresh green tea Fungi	Apples, pears Apricots, cherries, peaches, Bulb onion Tomatoes, peppers, cucumber, melon Cauliflower, Brussels sprout, cabbage, broccoli Lettuce, spinach Leek, celery, asparagus Wheat and barley forage, alfalfa Fresh peas with pods, petit pois, mange tout, broad bean, runner bean, dwarf French bean Sugar beet and fodder beet tops
High oil content	Tree nuts Oil seeds Oil Olives Avocados Hops Cacao beans Coffee beans Spices	Walnut, hazelnut, chestnut Oilseed rape, sunflower, cotton, soybean, peanut
High protein content or high starch content	Dry legume vegetables/Pulses Cereal grain Roots of root and tuber vegetables Starchy root crops Bread Confectionary products pasta	Field bean, dried broad bean, dried haricot bean (yellow, white/navy, brown, speckled) Wheat, rye, barley and oat grain; maize, rice Sugar beet and fodder beet roots, carrot Potato, sweet potato Wholemeal white, crackers Cakes, biscuits, breakfast cereals Spaghetti, etc.
High acid content	Citrus fruit Berries Currants Grapes Kiwifruit Pineapple Rhubarb	Lemon, mandarin, tangerine, orange Strawberry, blueberry, raspberry Black currant, red currant, white currant
"Difficult or unique commodities"*		Hops Fermented cacao, coffee and Tea Spices

Products of Animal Origin

Commodity Categories	Commodities included in this category	Typical representative commodities
Meat	Red meat White meat Fish Offal* Fat from meat	Beef, pork, lamb, game, horse Chicken, duck, turkey Cod, haddock, salmon, trout, Liver, kidney
Milk and milk products	Milk Cheese Yogurt Cream Butter	Cow, goat and buffalo milk Cow, goat cheese
Eggs	Eggs	Chicken, duck, quail, goose eggs
Honey	Honey	

* Offal (liver, kidney) should be validated separately, if necessary

Criterios mínimos de Validación

2 Niveles de Fortification por cada Matriz Representativa

- Límite de Informe (n = 5)
- Otro nivel más alto / MRL (n = 5)

Para cada Nivel de Fortificación/Matriz Representativa:

- Recuperación Media* = 70-120 %
- Coeficiente de Variación ≤ 20 %

* *En casos justificados podrían ser aceptables diferentes valores*

Crterios de Validación en SANCO/10232/2006

Table 2. Criterios para métodos cuantitativos

Concentration range (mg/kg)	Repeatability		Mean recovery range (%)
	RSD _A %	RSD _L %	
0.001 - 0.01	30	32	<u>70 - 110</u>
>0.01 – 0.1	20	22	70 – <u>110</u>
>0.1 – 1	15	18	70 – 110
>1	10	14	70 – 110

Actividades Clave de Control de Calidad **SANCO/2007/3131**

Calibración Analítica

Ensayos de Recuperación Rutinarios

Confirmación de Resultados

Calibración

- Patrones en Matriz (*uso alternativo de analitos “protectores”*)
- Calibración en cada tanda de análisis
- Patrones antes y después de las muestras (< 20% - 30%)
- Residuos < LCL* deben ser informados como < LCL
- La Señal/Ruido del LCL debe ser mayor o igual a 6:1

*LCL = Nivel más bajo de calibración

Calibración

Interpolación entre 2 Niveles de Calibración

- Nivel alto ≤ 4 veces el nivel bajo
- FR alto/FR bajo $< 120\%$ (*110% si se supera un LMR*)

Calibración con 3 o más niveles (Función de Calibración)

- Cada punto no debe desviarse en más del $\pm 20\%$ (*10%*)

Calibración

1 nivel de Calibración

- Puede producir resultados más exactos
- La señal en la muestra debe estar entre el $\pm 50\%$ (20%)



Tabla 1. Frecuencias mínimas de calibración

Table 1. Minimum frequencies for calibration

	Representative analytes	All other analytes
Minimum frequency of calibration	<p>In each batch of analyses.</p> <p>At least one calibration point corresponding to the reporting limit.</p>	<p>Within a rolling programme at least every third month*</p> <p>At least one calibration point corresponding to the reporting limit</p> <p>See also paragraph 43.</p>

*The minimum requirements are (i) at the beginning and end of a survey or programme and (ii) when potentially significant changes are made to the method.

Se establece un número mínimo de Analitos Representativos de calibración por cada sistema de detección

Analitos Representativos $\geq 15 + 25\%$ plaguicidas analizados

Table 2. Frecuencias de las recuperaciones de rutina y verificación**Table 2.** Frequency for routine recovery and performance verification

	Representative analytes	All other analytes
Minimum frequency of recovery	10% of representative analytes (at least 5 per detection system) in each batch of analyses	Within a rolling programme to include all other analytes at least every 12 months, but preferably every 6 months
	Within a rolling program covering all representative analytes as well as different types of commodities, at least at the level corresponding to the reporting limit.	At least at the level corresponding to the reporting limit.

Se establece un número mínimo de Analitos para la recuperación rutinaria:
10% Analitos Representativos (mínimo 5) en cada sistema de detección

Ejemplo sobre el número mínimo de Analitos Representativos de Calibración y Analitos de recuperación de rutina

**Ensayo con un Alcance de 150 plaguicidas
(50 por LC + 100 por GC)**

Analitos Representativos en LC = 15 + 12.5 → 27

Analitos Representativos en GC = 15 + 25 → 40

Analitos Recuperación Rutina en LC = 2.7 → 5

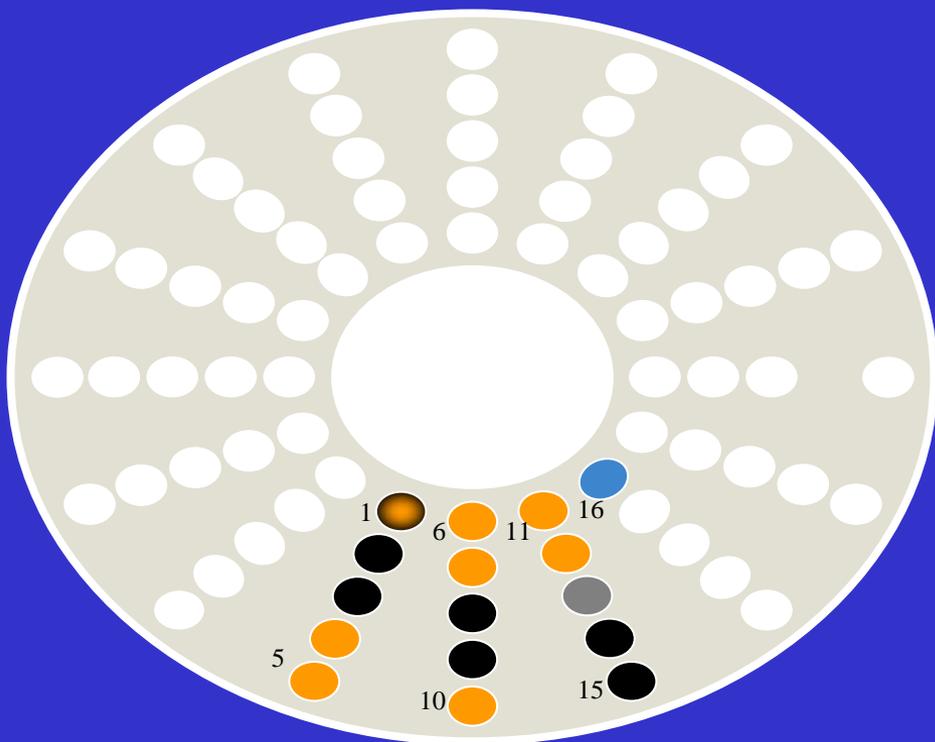
Analitos Recuperación Rutina en GC = 4 → 5

Criterio de Aceptación para las recuperaciones de rutina

64. Los límites aceptables para un resultado de recuperación individual deben estar normalmente en el intervalo de la **Recuperación Media \pm 2x %RSD** y pueden ser ajustados utilizando datos de repetibilidad (validación) y reproducibilidad intra-laboratorio (recuperaciones de rutina).

Ejemplo de una secuencia cromatográfica

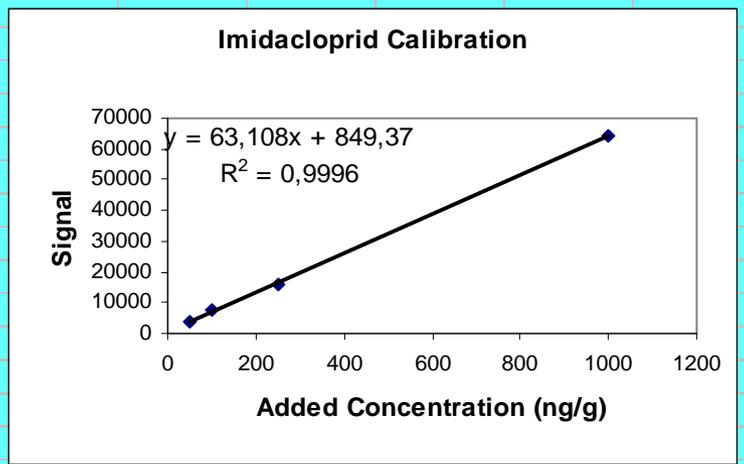
(QuEChERS AOAC Collaborative Study)



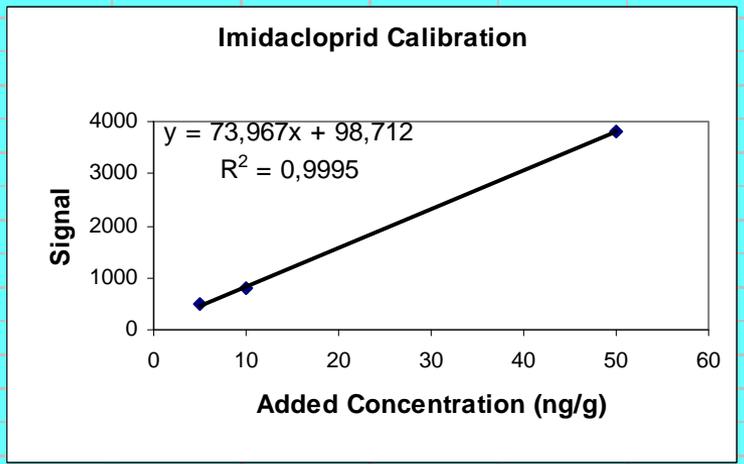
- 1) 0 - STD (matrix blank)
- 2) 250 ng/g STD
- 3) 10 ng/g STD
- 4) Test Sample #1
- 5) Test Sample #2
- 6) Test Sample #3
- 7) Test Sample #4
- 8) 5 ng/g STD

- 9) 50 ng/g STD
- 10) Test Sample #5
- 11) Test Sample #6
- 12) Test Sample #7
- 13) QC Spike (200 ng/g)
- 14) 100 ng/g STD
- 15) 1000 ng/g STD
- 16) Reagent Blank

Imidacloprid		Added	Calculated		
	Sample	Conc. (ng/g)	Signal	Conc. (ng/g)	% "Reference"
	0-Std	0	0	-1,3	
STANDARDS	5 ng/g Std	5	508	5,5	111%
	10 ng/g Std	10	794	9,4	94%
	50 ng/g Std	50	3802	50,1	100%
	100 ng/g Std	100	7896	112	112%
	250 ng/g Std	250	16000	240	96%
	1000 ng/g Std	1000	64050	1001	100%
SAMPLES	Orange Test #1	93	5340	71,2	77%
	Orange Test #2	989	54830	855	86%
	Orange Test #3	0	0	0,0	100%
	Orange Test #4	10	863	10,3	103%
	Orange Test #5	93	6238	85,4	92%
	Orange Test #6	10	849	10,1	101%
	Orange Test #7	989	58360	911	92%
QC SPIKE	QC Spk	200	13780	205	102%



Hi Range: Slope = 63 per ng/g
 Y-Intercept = 849
 Overall % "Refer." = 93% 9% RSD



Low Range: Slope = 73,96712 per ng/g
 Y-Intercept = 99

INTERLABORATORY MEAN CONCENTRATION (No. Labs = 11)

QuEChERS Collaborative Results (University of Almeria / Coexphal)

ORANGE/Imidacloprid (LC/MS-MS) (Unknown Spike Levels)

Confirmación de los resultados

Separación Cromatográfica

72. ... El tiempo de retención relativo del analito en la muestra debería coincidir con el correspondiente en la disolución de calibración con una tolerancia de $\pm 0.5\%$ para GC y $\pm 2.5\%$ para LC.

Confirmación de los resultados

Confirmación MS: # 73 - 79

Mínimo de Iones / Transiciones

- Full Scan (MS): 4 iones (intensidad > 10% pico base)
- SIM: 2 iones ($m/z > 200$) ó 3 iones ($m/z > 100$)
- MS/MS: 2 transiciones

Confirmación de los resultados

Confirmación MS

Tabla 3. Tolerancias máximas permitidas para las intensidades relativas de los iones de la muestra respecto al patrón

Intensidad relativa (% del pico base)	EI-GC-MS (relativa)	CI-GC-MS, GC-MS ⁿ , LC-MS, LC-MS ⁿ (relativa)
> 50 %	± 10 %	± 20 %
> 20 % to 50 %	± 15 %	± 25 %
> 10 % to 20 %	± 20 %	± 30 %
≤ 10%	± 50 %	± 50 %

¡Utilización de patrones en matriz de similar concentración!

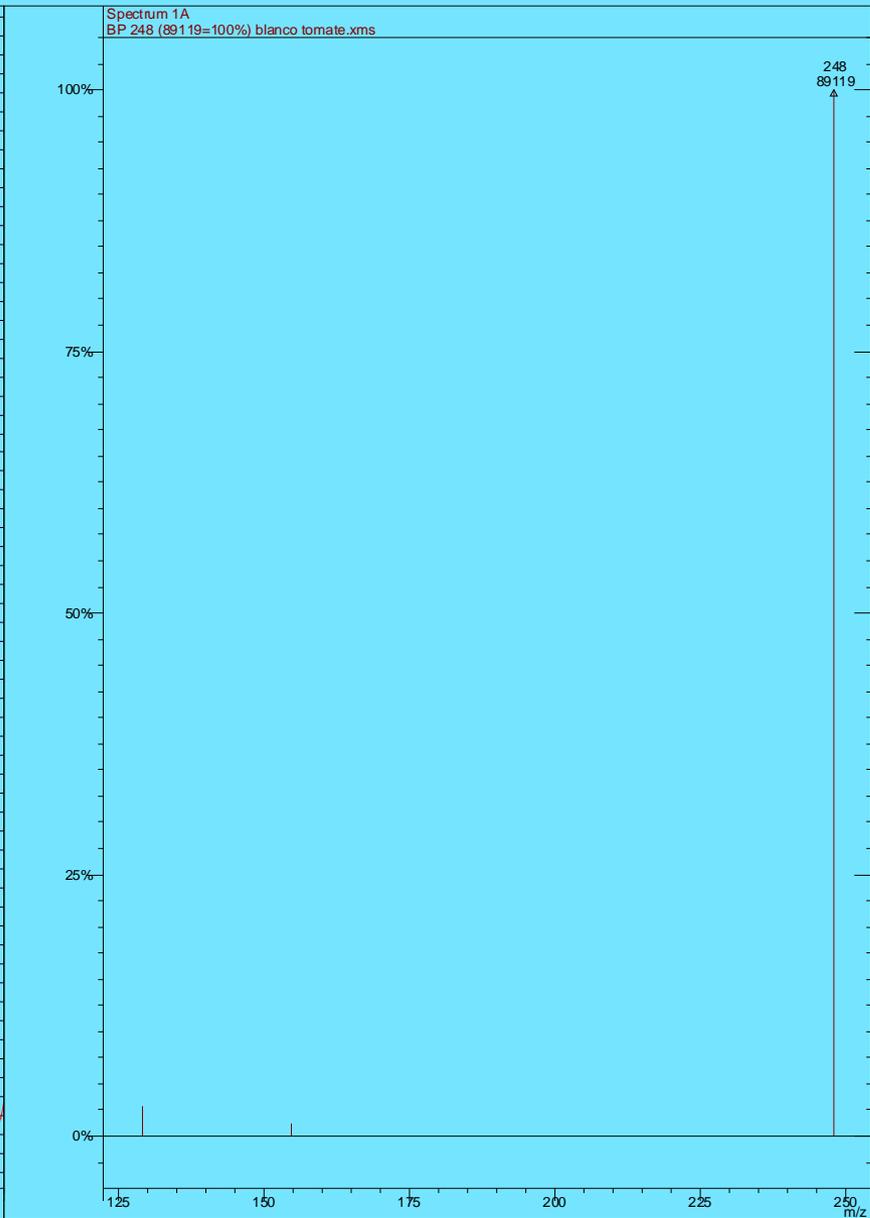
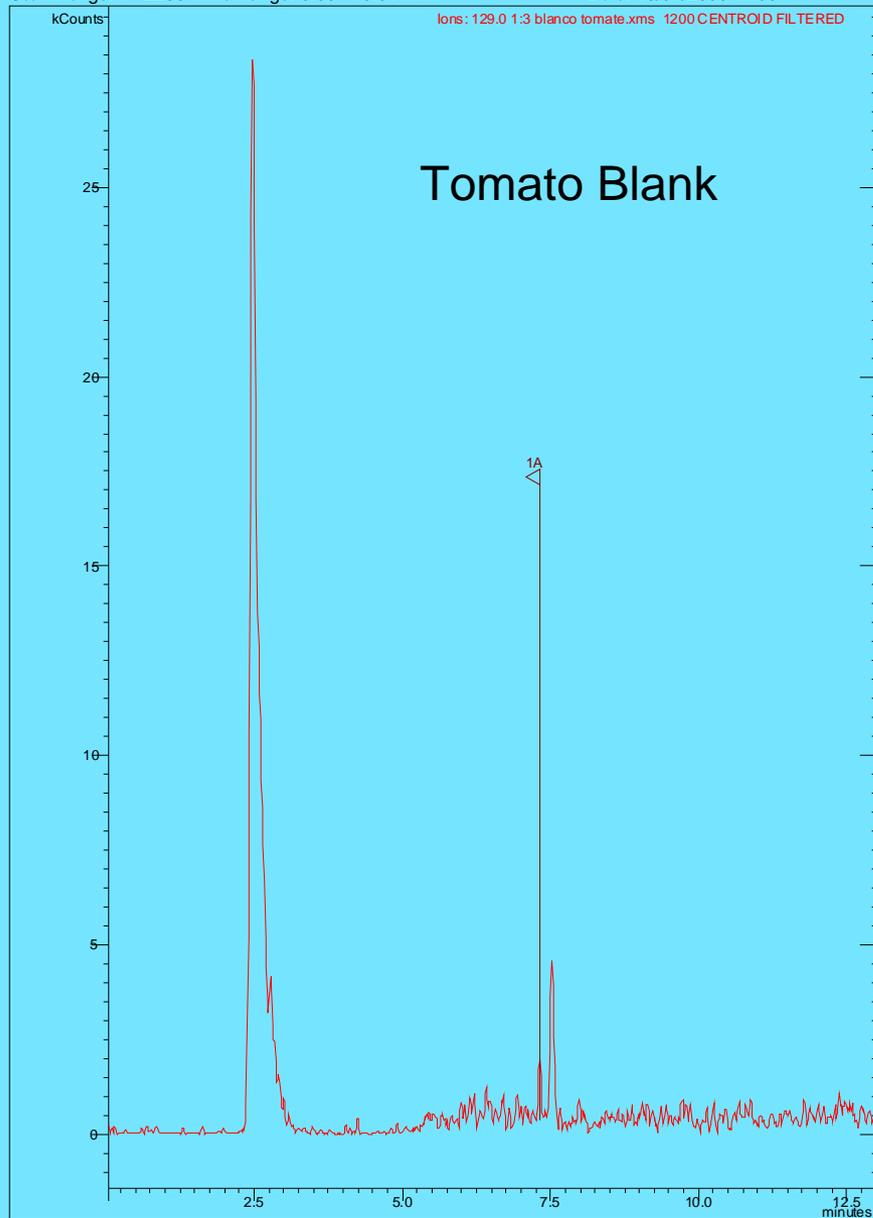
File: c:\varian\sw\data\20060719\blanco tomate.xms

Sample: BLANCO TOMATE

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.05 - 13.01 min.

Operator: LPC

Date: 19/07/2006 11:00



MS Data Review All Plots - 03/08/2006 11:54

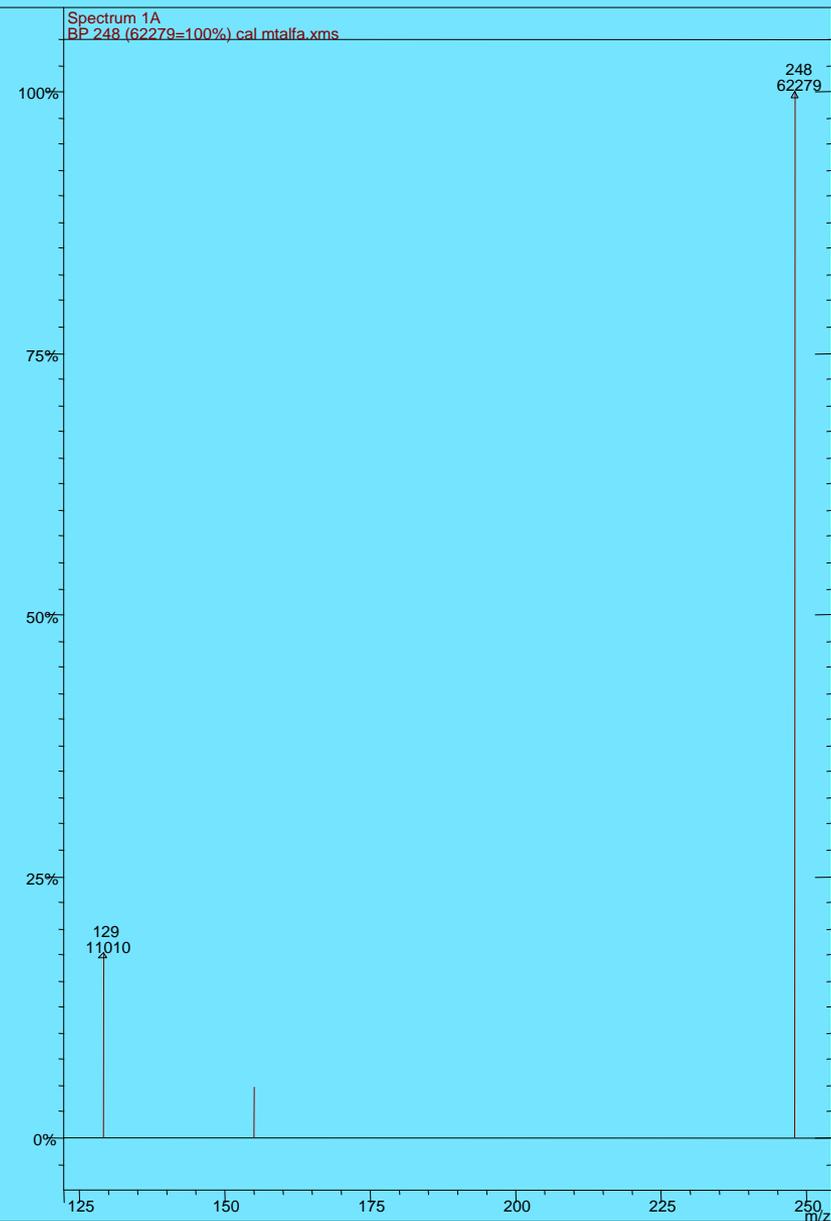
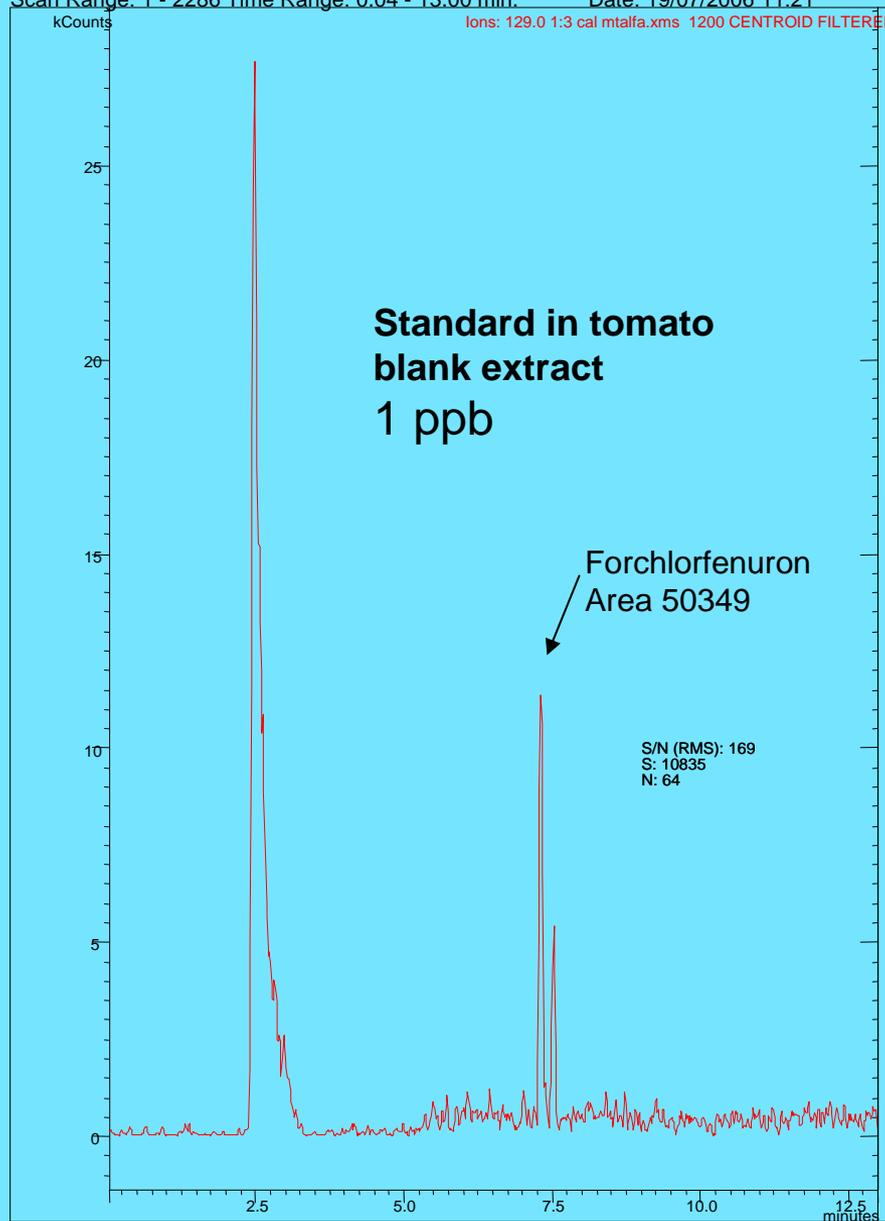
File: c:\varianws\data\20060719\cal mtalfa.xms

Sample: CAL MTALFA

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.04 - 13.00 min.

Operator: LPC

Date: 19/07/2006 11:21



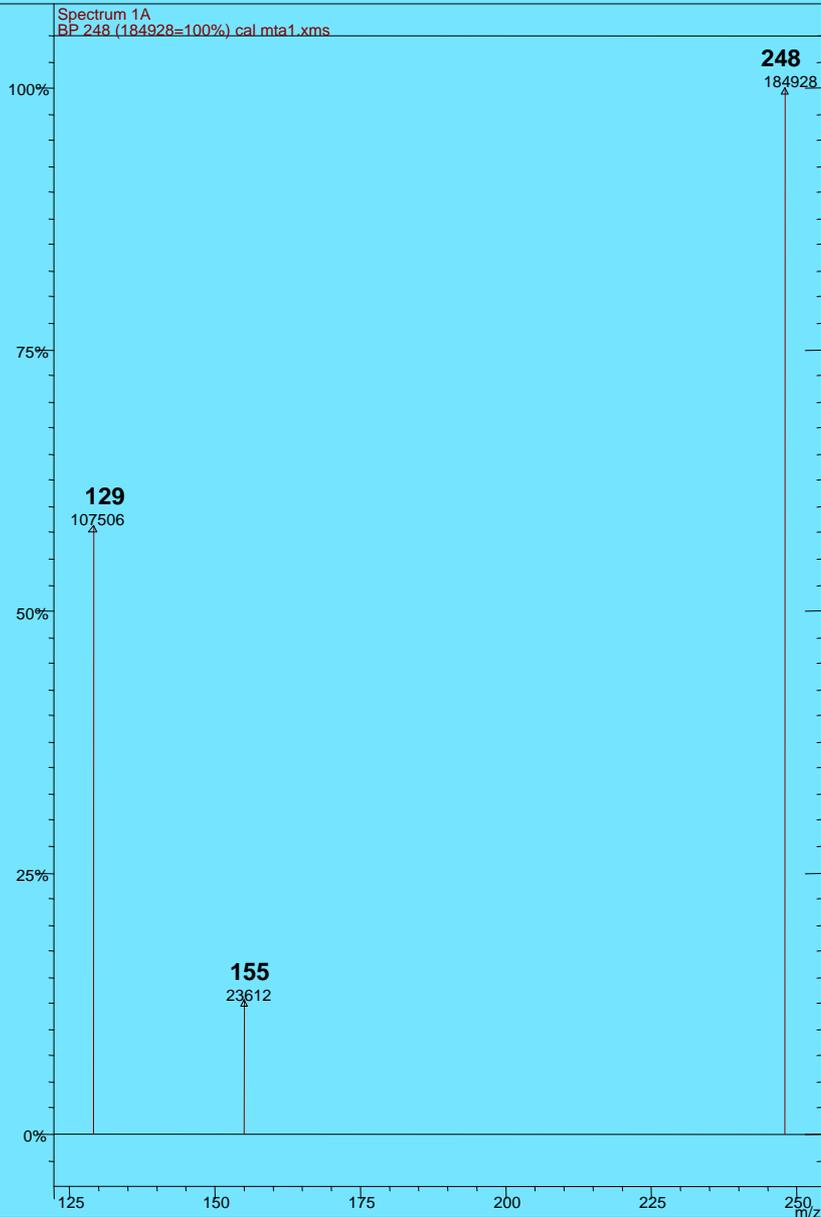
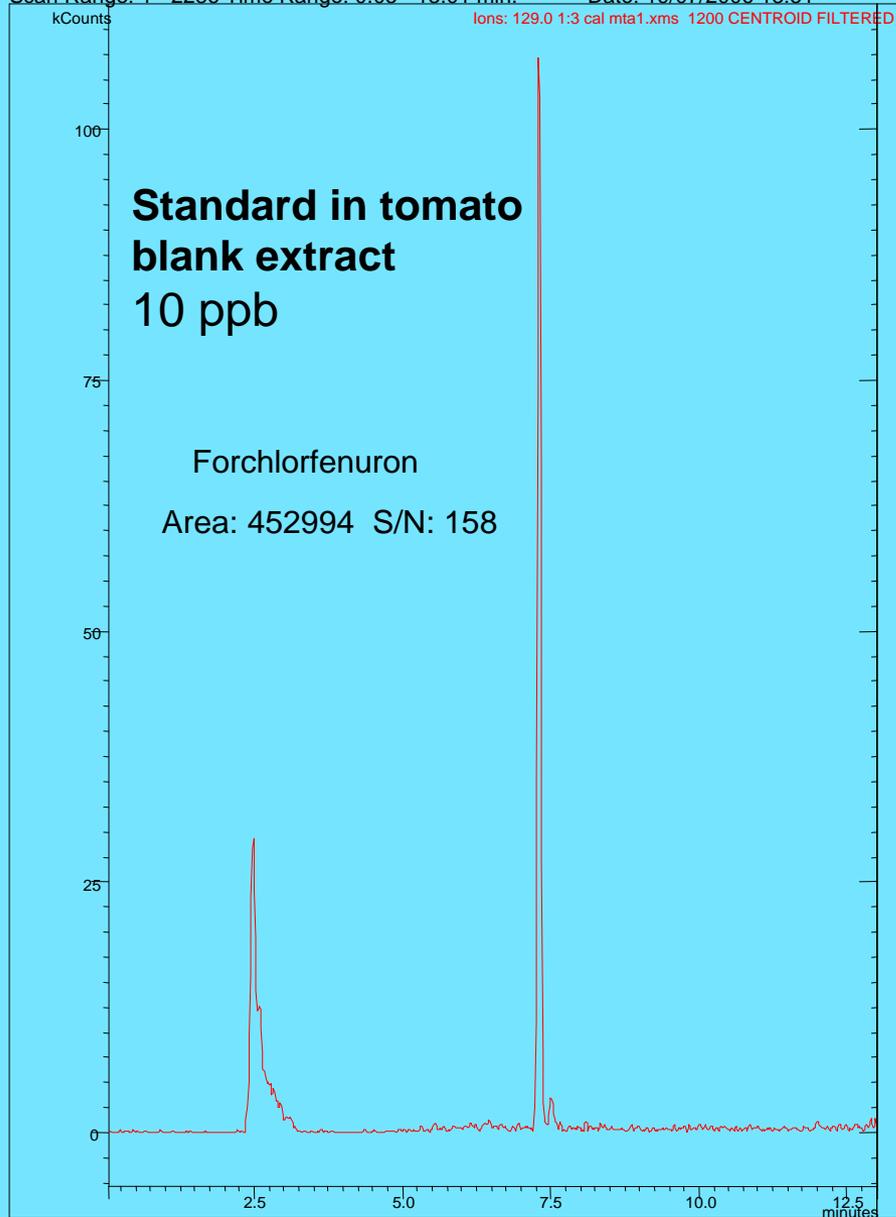
File: c:\varianw\data\20060719\cal mta1.xms

Sample: CAL MTA1

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.05 - 13.01 min.

Operator: LPC

Date: 19/07/2006 13:51



MS Data Review All Plots - 03/08/2006 12:06

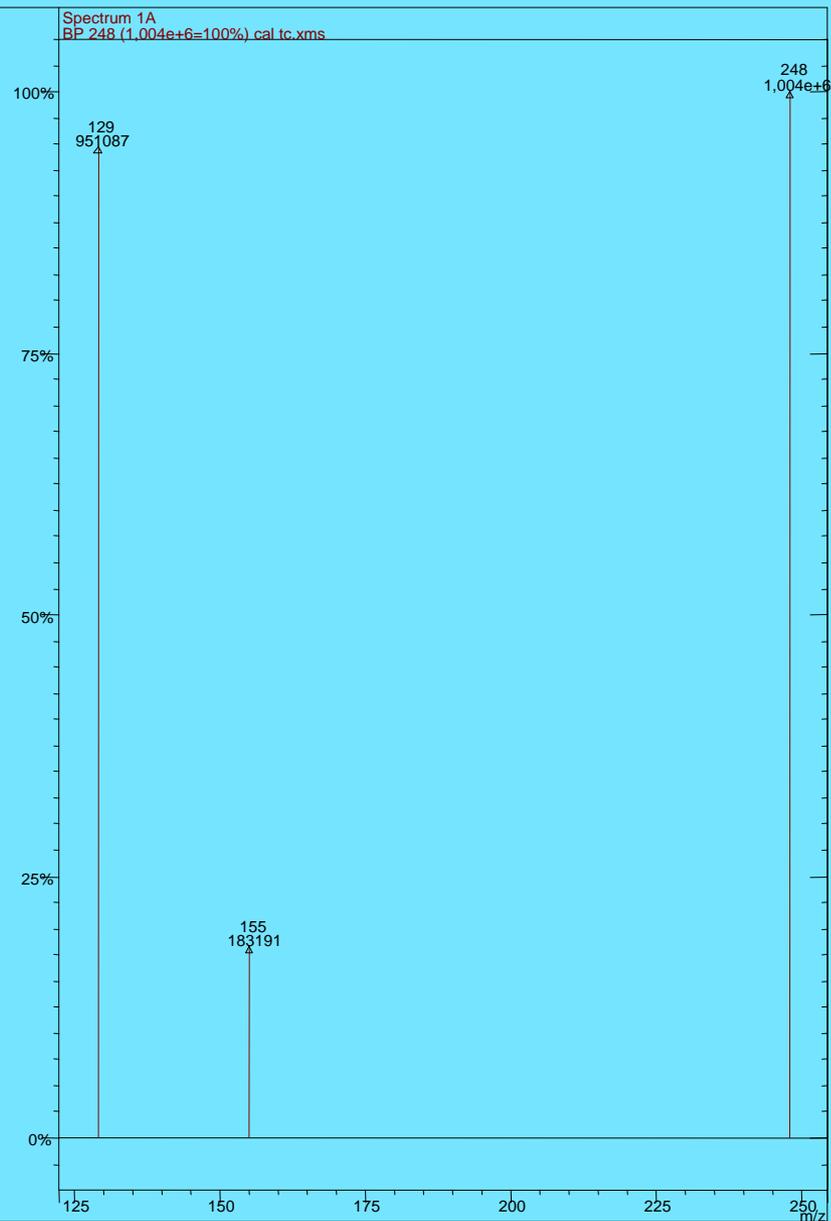
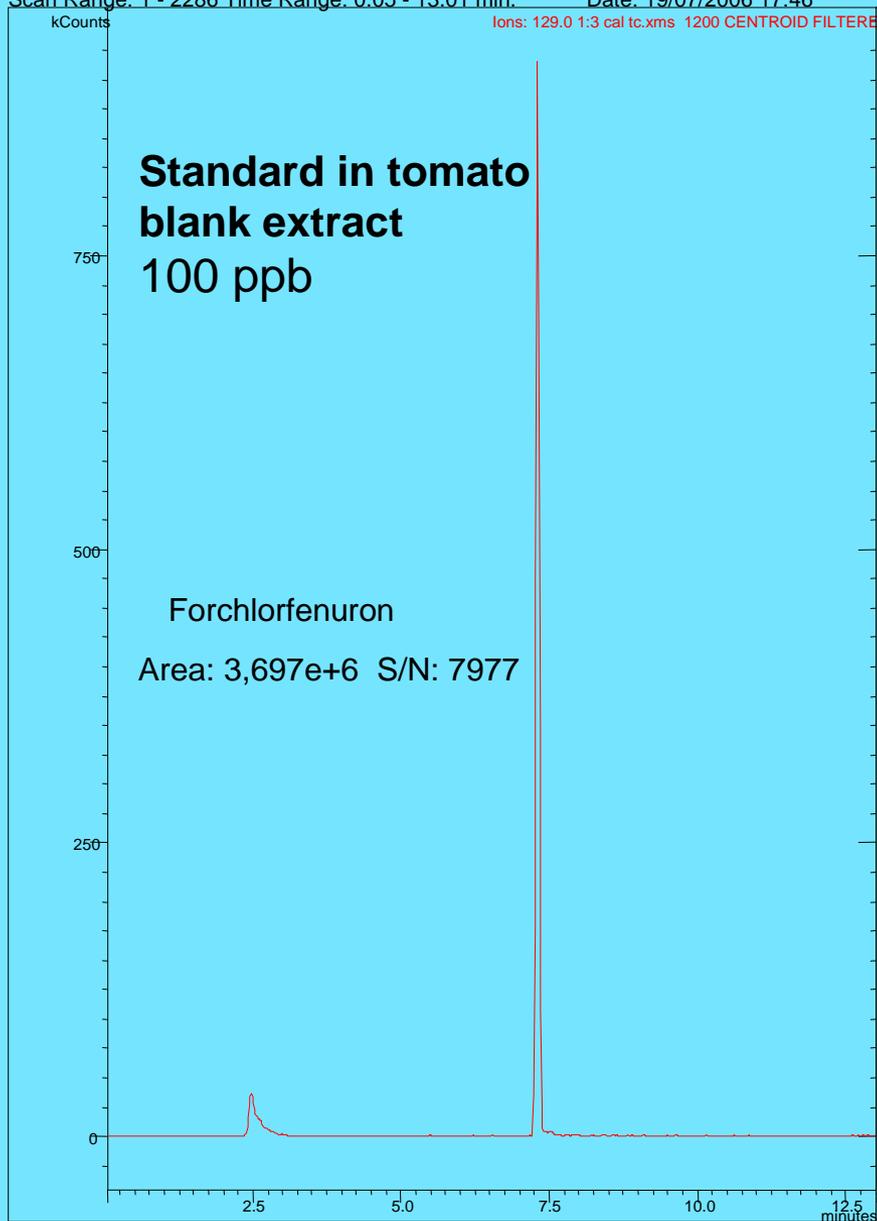
File: c:\varianws\data\20060719\cal tc.xms

Sample: CAL TC

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.05 - 13.01 min.

Operator: LPC

Date: 19/07/2006 17:46



MS Data Review All Plots - 03/08/2006 12:19

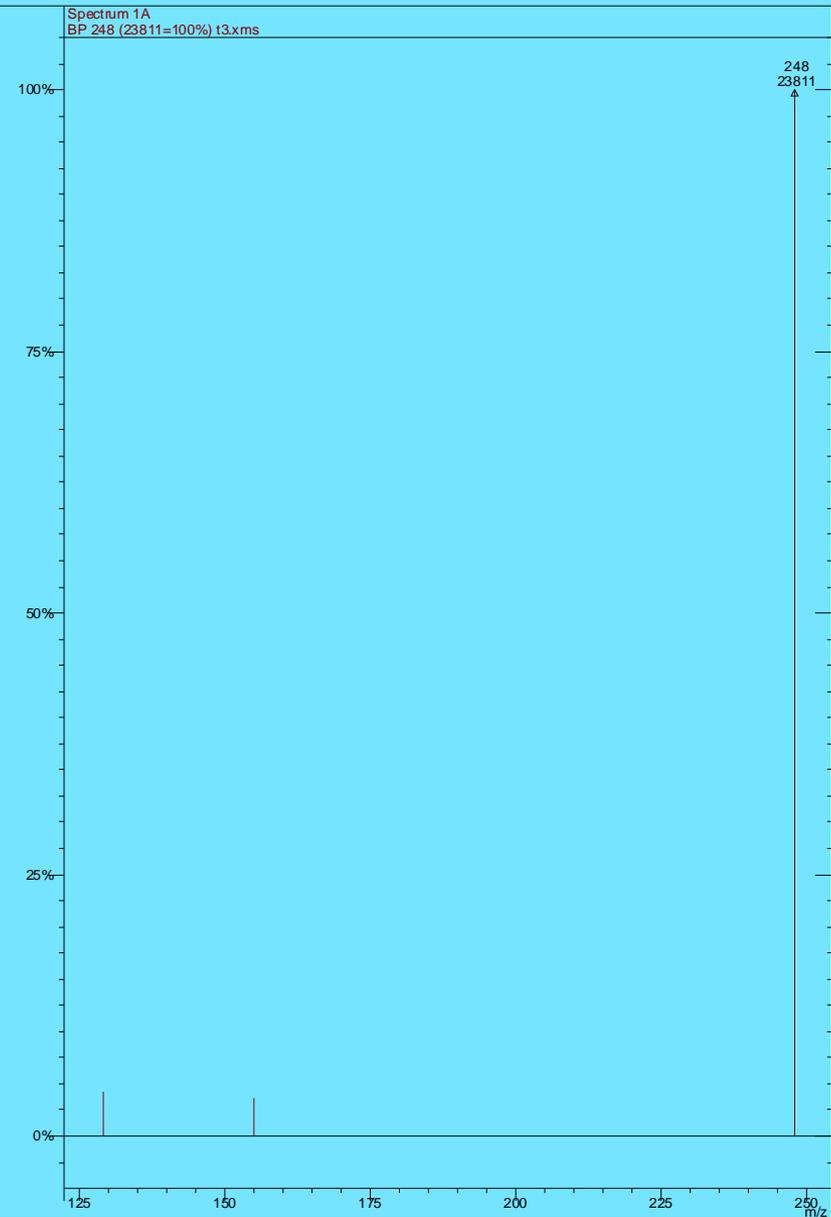
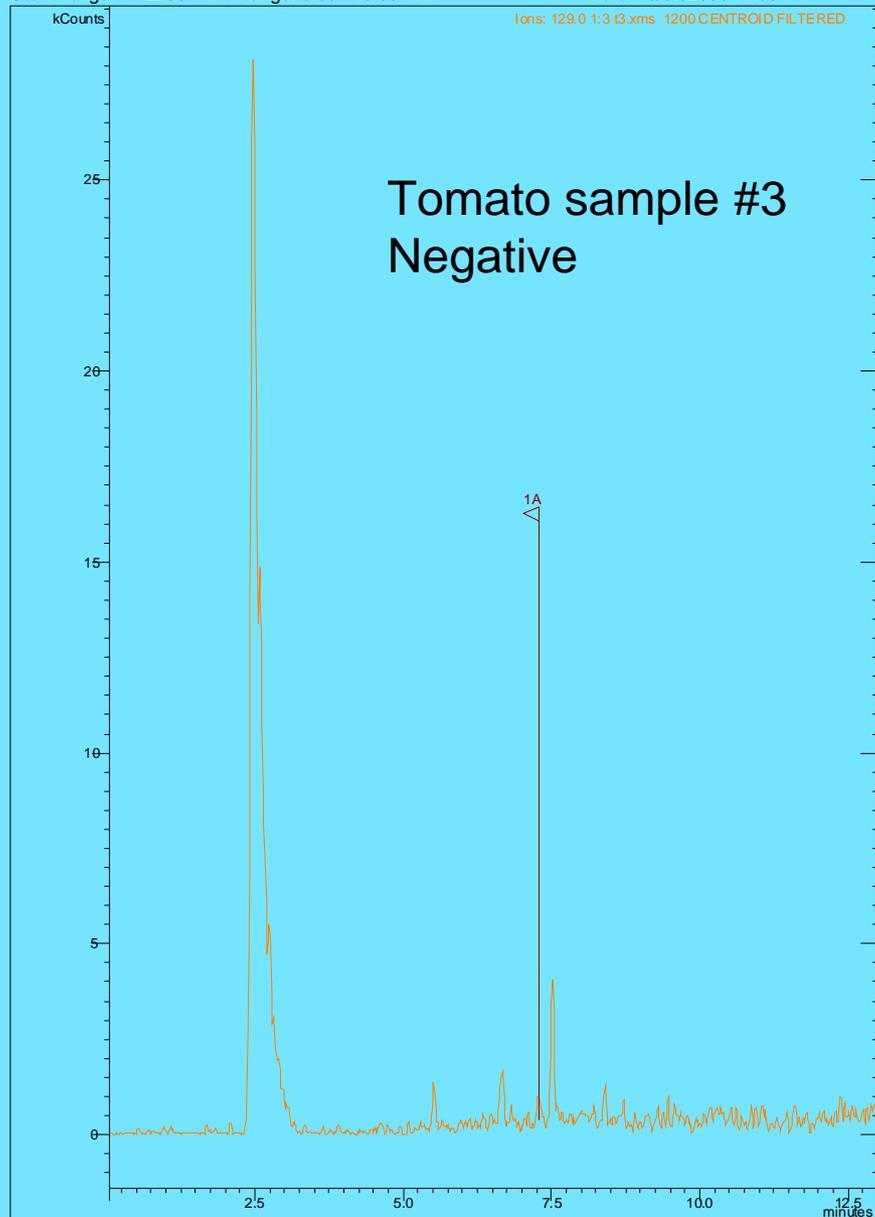
File: c:\varianws\data\20060719\t3.xml

Sample: T3

Operator: LPC

Scan Range: 1 - 2286 Time Range: 0.05 - 13.00 min.

Date: 19/07/2006 14:55



Informe de los resultados

Interpretación de los resultados

90. Considerando los resultados obtenidos hasta la fecha en los “EU proficiency tests”, **un valor por defecto del 50% para la incertidumbre expandida** (correspondiente a un nivel de confianza del 95%), en general cubre la variabilidad inter-laboratorio entre los laboratorios europeos y es recomendado para ser utilizado por las autoridades a la hora de decidir si un producto es rechazado por superar un LMR.

European Union Proficiency Tests

EU-PTs

EUPT-1 (1996): Peppers
 EUPT-2 (1997): Apples
 EUPT-3 (1999): Cucumbers

Swedish NFA

Oranges

Lettuces

Tomatoes

Grapes

Overgine

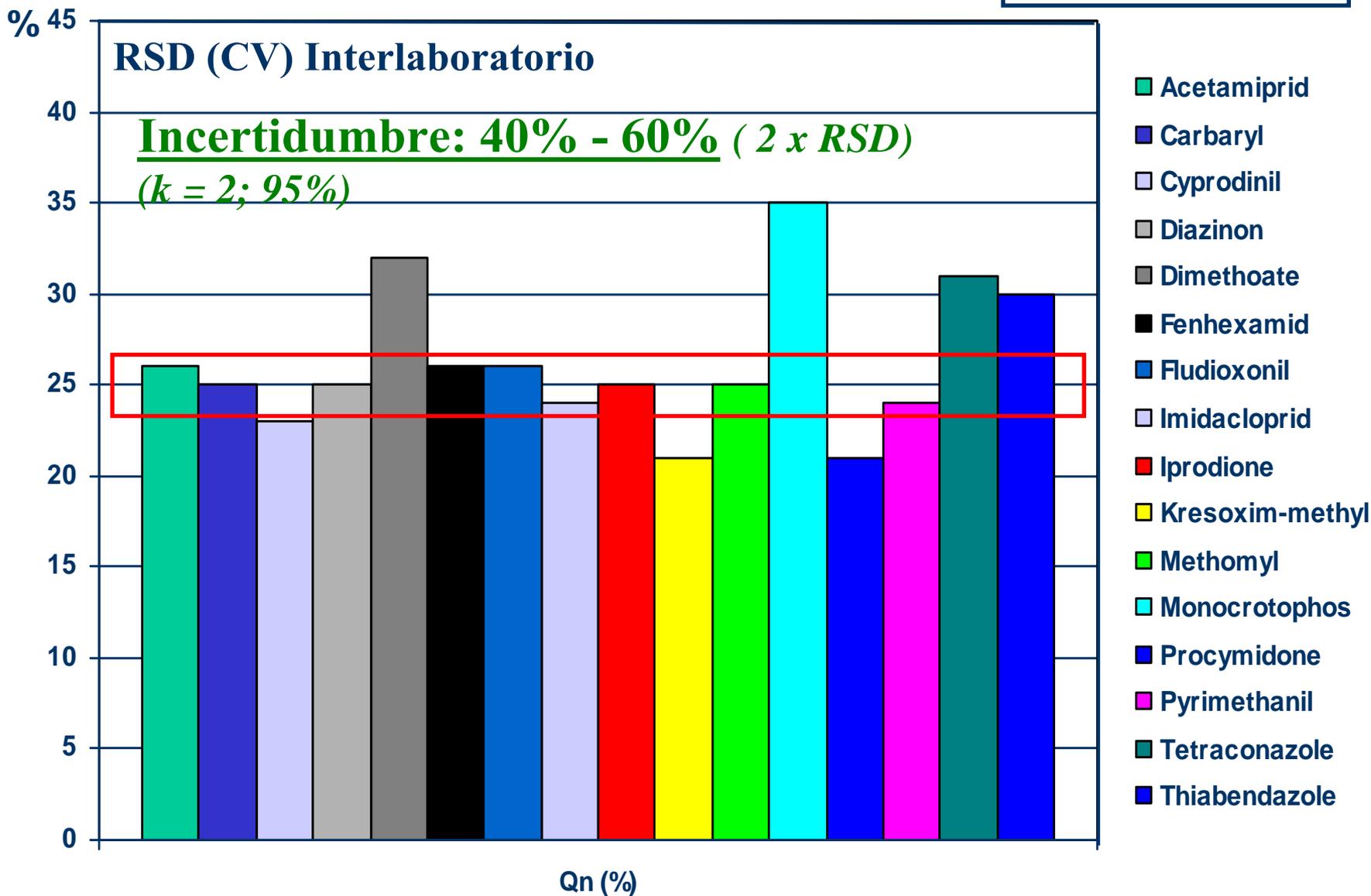
Strawberries

Carrot

EUPT Number	EUPT 4	EUPT 5	EUPT 6	EUPT 7	EUPT 8	EUPT 9	EUPT 10
No. of Labs reporting results	111	123	126	125	128	132	129
No. of pesticides in the EUPT sample	14	15	13	16	16	19	18
Organizer (year)	Swedish NFA (2002)	Swedish NFA (2003)	Univ. of Almería (2004)	Univ. of Almería (2005)	CRLFV Univ. of Almería (2006)	CRLFV Univ. of Almería (2007)	CRLFV Univ. of Almería (2008)

EU “Proficiency Test” EUPT-07 (2005)

Uvas / 125 Labs



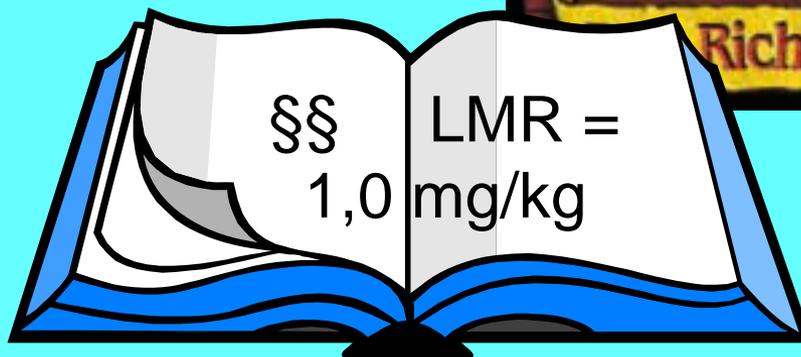
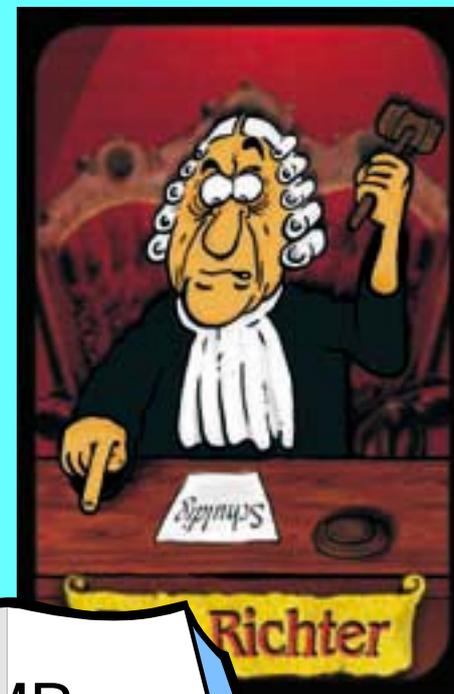
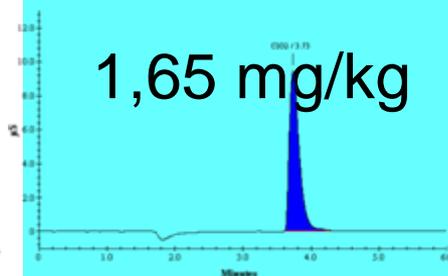
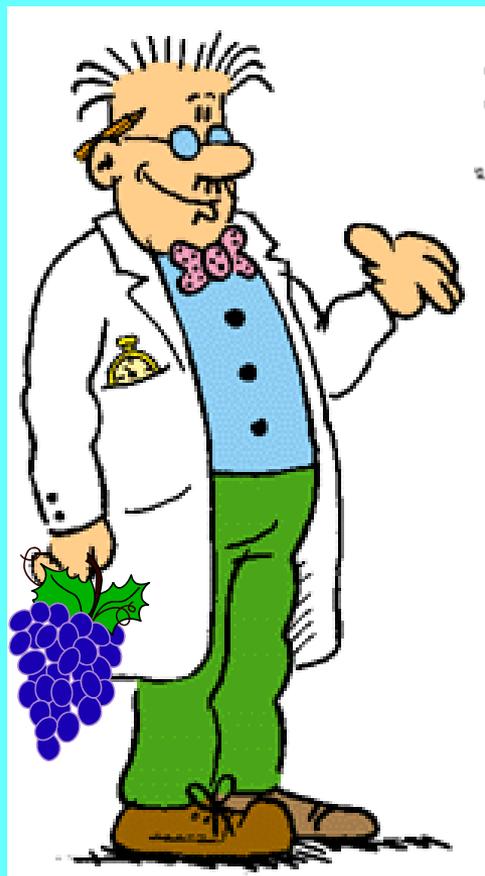
Informe de los resultados

Interpretación de los resultados

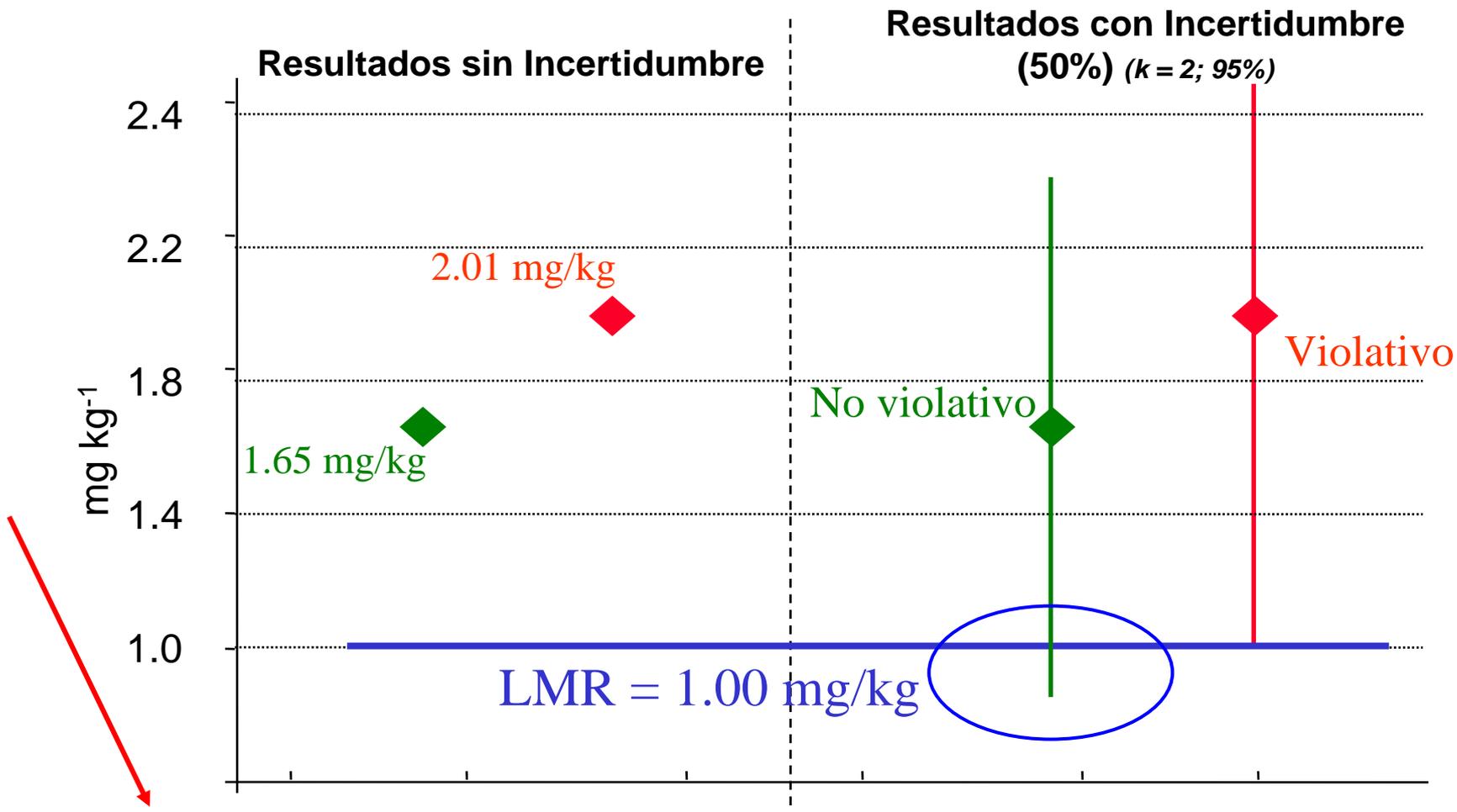
93. Si es requerido, el resultado debe ser informado junto con la incertidumbre expandida (U), de la siguiente forma:
Resultado = $x \pm U$ (unidades), siendo x el valor medido.
In case of official food control by regulatory authorities, compliance with the MRL has to be checked by assuming the lower limit of the uncertainty interval ($x - U$) to be the highest confirmed analyte concentration in the sample...
- 

¿Violativo ó no violativo?

Resultado = $1.65 \pm 0,82$ mg/kg ($k = 2; 95\%$)



Documento SANCO/2007/3131



Con una incertidumbre expandida del 50%, un resultado (X) será violativo cuando $X > 2 \text{ LMR}$