

CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

DIRECCIÓN GENERAL DE INOCUIDAD AGROALIMENTARIA,
ACUÍCOLA Y PESQUERA

Centro Nacional de Referencia de Inocuidad y
Bioseguridad Agroalimentaria

2024



**GOBIERNO DE
MÉXICO**

AGRICULTURA
SECRETARÍA DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL



SENASICA
SERVICIO NACIONAL DE SANIDAD,
INOCUIDAD Y CALIDAD AGROALIMENTARIA



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 1 de 26

1. REQUISITOS GENERALES

Las matrices representativas deben ser usadas para validar los métodos multiresiduales. Mínimo una matriz representativa debe ser validado, dependiendo del objetivo del método.

El laboratorio deberá contar con la validación correspondiente a cada una de las matrices representativas de cada grupo de matrices descrito en el Anexo 1. Agrupación de matrices alimentarias para la validación de métodos.

Las metodologías para la detección, confirmación y cuantificación de residuos de plaguicidas en productos agrícolas deberán ser realizadas bajo las técnicas de cromatografía de gases y líquidos acoplado a espectrómetro de masas-masas.

El laboratorio deberá considerar los LMR de acuerdo a los requerimientos nacionales, así como, las necesidades del destino final del producto.

El laboratorio debe presentar evidencia documentada para demostrar que cumple con las especificaciones del método y cuenta con la competencia técnica para el cumplimiento de los requisitos técnicos para la aprobación por parte de SENASICA.

2. PROCESO Y CRITERIOS PARA LA VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS.

2.1 PROCESO

El laboratorio deberá definir el proceso de extracción y limpieza de muestra que mejor se adecue a la matriz representativa de trabajo, bajo el cual se deberá realizar las pruebas de validación.

2.2 CRITERIOS DE VALIDACIÓN

- Confirmación de Identidad (Selectividad y Especificidad)
- Repetibilidad
- Reproducibilidad
- Exactitud, Precisión y Recuperación (%R)
- Intervalo lineal y de trabajo
- Límite de detección (LD)
- Límite de cuantificación (LC)
- Robustez
- Estimación de Incertidumbre



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 2 de 26

2.2.1 CONFIRMACIÓN DE IDENTIDAD

La conformación de identidad es establecer que la señal producida en la medición se atribuye al analito solamente y no a la presencia de algo física o químicamente similar. Este parámetro es la combinación de dos parámetros de validación Selectividad y Especificidad.

2.2.1.1 SELECTIVIDAD Y ESPECIFICIDAD

La selectividad es la aptitud de un método para cualificar el analito de interés en presencia de otros componentes de comportamiento análogo bajo las condiciones establecidas del ensayo, es decir, interferencias debidas a la variedad de matriz o la madurez mientras de esta, mientras que la especificidad es la aptitud de un método para responder exclusivamente al analito que se desea analizar, va referenciado al análisis de compuestos similares dentro de un grupo, por ejemplo: la habilidad para poder diferenciar isómeros de algún compuesto bajo las condiciones establecidas del ensayo.

Para la confirmación de identidad se deben evaluar al menos 10 extracciones del blanco de matriz representativa cuantificados mediante una curva de calibración del analito, los cuales se deben analizar bajo el mismo método cromatográfico y determinar si existe alguna interferencia en el tiempo de retención del analito de interés.

La secuencia para la evaluación del LD deberá estar conformada por:

- Blanco reactivo
- Curva de calibración
- Blancos de matriz representativa (10 extracciones)

2.2.2 REPETIBILIDAD

La repetibilidad es la evaluación de la proximidad entre los resultados obtenidos (precisión) en el método analítico bajo las mismas condiciones de trabajo; es decir, mismo analista, mismo instrumento en una escala de tiempo corta.

La repetibilidad se evalúa con el promedio y la desviación estándar del porcentaje de recobro de un mínimo de 6 repeticiones y un máximo de 15, por cada nivel de fortificación y prueba realizada. La evaluación de la repetibilidad debe de cumplir con los criterios de aceptación al menos en el Límite de Cuantificación y un nivel más dentro del intervalo de trabajo de al menos 2 pruebas.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 3 de 26

La secuencia para la evaluación de una prueba de repetibilidad deberá estar conformada por:

- Blanco reactivo
- Blanco matriz representativa
- Blanco de matriz representativa fortificada en el Límite de detección
- Curva de calibración en blanco de matriz representativa
- 6 a 15 extracciones repetidas del nivel de cuantificación
- 6 a 15 extracciones repetidas de un nivel más alto al límite de cuantificación

2.2.3 REPRODUCIBILIDAD

Cuando se evalúa la precisión bajo condiciones de trabajo diferentes a la prueba de repetibilidad, se obtiene la reproducibilidad; con la cual se determina si existe algún efecto en los resultados de porcentaje de recobro por algún factor mediante un análisis de la varianza para un factor con efectos aleatorios. Los factores que influyen en la evaluación de la reproducibilidad pueden ser diferente analista, diferente instrumento y/o endiferentes periodos de tiempo.

La reproducibilidad se evalúa con el promedio y la desviación estándar del porcentaje de recobro globales de al menos dos pruebas de repetibilidad. Hay que considerar los mismos niveles evaluados y que cumplen el parámetro de repetibilidad.

La secuencia para la evaluación de una prueba de reproducibilidad deberá estar conformada por:

- Blanco reactivo
- Blanco matriz representativa
- Blanco de matriz representativa fortificada en el Límite de detección
- Curva de calibración en blanco de matriz representativa
- 6 a 15 extracciones repetidas del nivel de cuantificación
- 6 a 15 extracciones repetidas de un nivel más alto al límite de cuantificación

2.2.4 EXACTITUD, PRECISIÓN Y RECUPERACIÓN

2.2.4.1 EXACTITUD

Se refiere a una estimación del valor verdadero que determina el grado de coincidencia existente entre el valor medio obtenido de una serie de



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS			
	Versión: 01	Fecha: Mayo 2024	Página: 4 de 26

resultados y un valor de referencia aceptado y se puede determinar por la recuperación de las pruebas de repetibilidad como de reproducibilidad.

2.2.4.2 PRECISIÓN

La precisión en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad estimada sirve para conocer la dispersión de los resultados del método analítico como una desviación típica a diferentes magnitudes dentro del intervalo de trabajo.

2.2.4.3 RECUPERACIÓN (%R)

Parámetro que se basa en la eficiencia del método de extracción para cada analito de una muestra fortificada intencionalmente, es decir, permite ver el rendimiento del método en cuanto al proceso de extracción y la cantidad de analito existente en la muestra original. Se obtiene a partir de las pruebas de repetibilidad y reproducibilidad, y se utiliza la relación porcentual de la concentración calculada entre la concentración adicionada para su expresión.

2.2.5 INTERVALO LINEAL Y DE TRABAJO

2.2.5.1 INTERVALO LINEAL

Capacidad de un método de análisis, de mostrar una respuesta del instrumento que sea proporcional a la concentración del material de referencia de estudio. La linealidad del método se determina en al menos 5 niveles de fortificación en matriz de interés. Dichas concentraciones de preferencia deben estar espaciadas uniformemente para su evaluación. Dentro del intervalo lineal se debe considerar el límite de cuantificación y se puede considerar un nivel de calibración más bajo (LCL), cumpliendo con la condición: $LD < LCL < LC$.

Se puede emplear los datos obtenidos de las curvas de calibración de las pruebas de repetibilidad y reproducibilidad.

2.2.5.2 INTERVALO DE TRABAJO

Se determina como la concentración mínima cuantificable (LC), hasta la concentración máxima fortificada para cada Analito.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 5 de 26

Se puede emplear los datos obtenidos de las curvas de calibración de las pruebas de repetibilidad y reproducibilidad.

2.2.6 LÍMITE DE DETECCIÓN

Concentración mínima del analito en una muestra, que puede ser detectada por un método analítico, pero no necesariamente cuantificada bajo condiciones experimentales establecidas.

El desarrollo experimental para determinar el límite de detección teórico se realiza mediante la extracción de 10 blancos de matriz representativa cuantificados mediante una curva de calibración del analito. Esta determinación sirve como referencia de partida para conocer la concentración candidata del límite de detección. Se puede emplear los datos obtenidos en la prueba de confirmación de identidad para la obtención del LD teórico.

Una vez determinada la concentración de LD, deberá ser evaluada con un blanco fortificado a dicha concentración, inyectándolo por triplicado y cuantificado por medio de una curva de calibración del analito.

La secuencia para la evaluación del LD deberá estar conformada por:

- Blanco reactivo
- Blanco de matriz representativa
- Curva de calibración en blanco de matriz representativa
- Blanco de matriz representativa fortificada en el límite de detección (Inyectar por triplicado)

2.2.7 LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN

Concentración mínima de la sustancia de interés que puede ser cuantificada de manera confiable, es decir que sea exacta y precisa. Por lo que el desarrollo experimental para el límite de cuantificación se realiza fortificando la concentración candidata con un mínimo de 6 repeticiones y un máximo de 15 para evaluar su exactitud y precisión.

El límite de cuantificación debe ser menor al Límite Máximo de Residuos (LMR) asociado a la matriz de interés, en caso de que no exista un LMR se debe tomar en cuenta la necesidad del cliente o del laboratorio para considerar la concentración tentativa.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS			
	Versión: 01	Fecha: Mayo 2024	Página: 6 de 26

2.2.8 ROBUSTEZ

Medida de la capacidad de un procedimiento analítico para no ser afectado por variaciones pequeñas pero deliberadas en los parámetros del método y que provee una indicación de su fiabilidad durante su uso habitual.

La evaluación de robustez se realiza mediante el método de Youden-Steiner, el cual se basa en un diseño de experimentos para 7 factores con 8 combinaciones para su medición.

La secuencia para la evaluación de robustez deberá estar conformada por:

- Blanco reactivo
- Blanco de matriz representativa
- Curva de calibración en blanco de matriz representativa
- Extracciones de las 8 combinaciones

2.2.9 ESTIMACIÓN DE INCERTIDUMBRE

La estimación de incertidumbre se debe realizar de acuerdo con el método definido en la norma NMX-CH-140-IMNC-2002. El criterio de aceptación para la estimación de la incertidumbre es menor o igual a 40% como aceptable en el límite de cuantificación del analito. En el diagrama No. 2 se indican los pasos que se deben de llevar a cabo para poder estimar la incertidumbre de un proceso de cuantificación.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 7 de 26

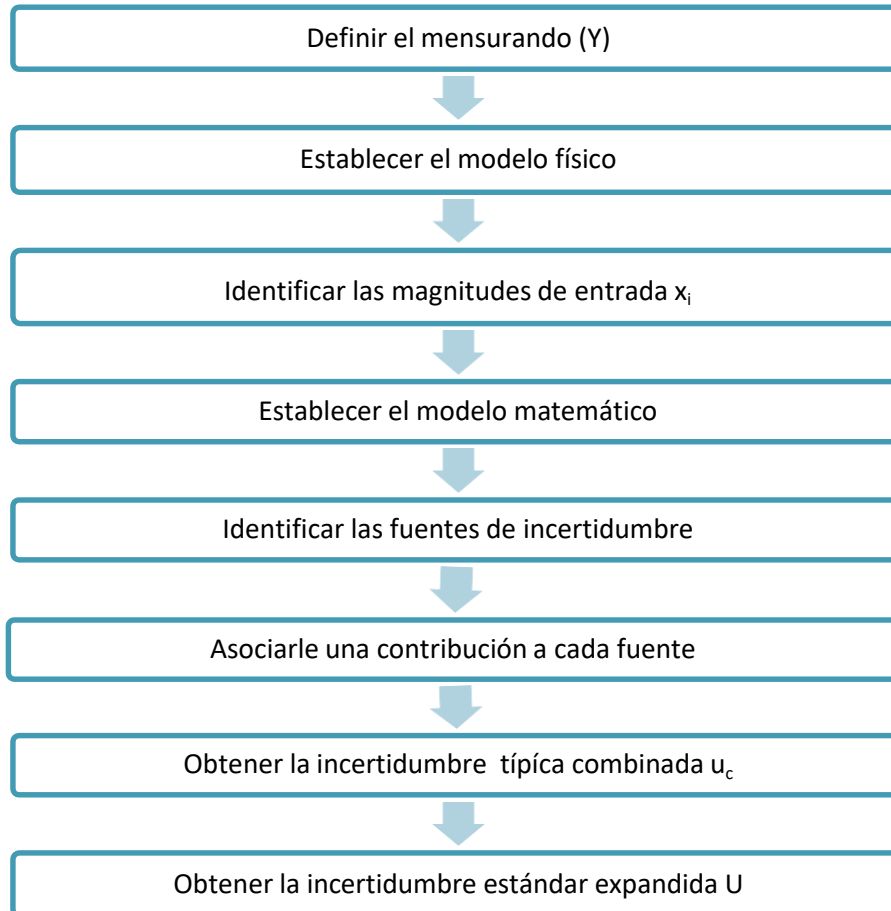


Diagrama 2. Pasos para estimar la Incertidumbre.

2.2.9.1 MENSURANDO

En la cuantificación de residuos de plaguicidas en productos vegetales se le llama mensurando a la concentración del analito de interés (C_A) que cuantifica en la muestra y se reporta en el informe de resultados, sus unidades están dadas en mg/Kg.

2.2.9.2 MODELO FÍSICO

Consiste en una representación gráfica sencilla en la que puede verse de manera relacional representando el problema a analizar y sus relaciones múltiples entre las diversas fuentes que intervienen en un proceso, se puede utilizar un diagrama de Ishikawa para su desarrollo. Para el modelo físico,

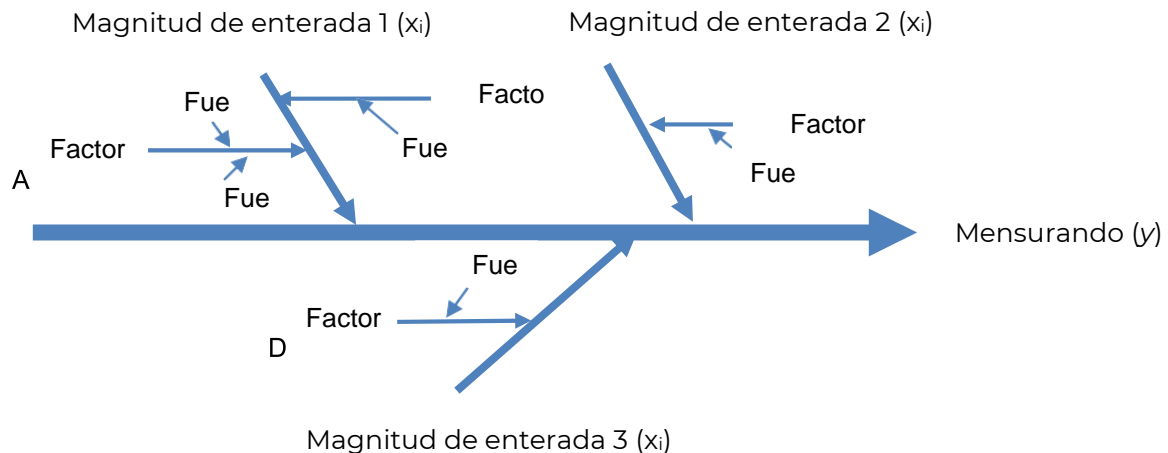
**CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS**

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 8 de 26

es necesario tener claro el proceso que se realiza durante la cuantificación de los plaguicidas. A continuación, se muestra en el Diagrama 1 un ejemplo del modelo físico.

**Diagrama 3. Modelo físico del proceso de cuantificación****2.2.9.3 MAGNITUDES DE ENTRADA**

Las magnitudes de entrada (x_i) pueden ser las variables o procesos principales que se pueden medir durante el proceso de extracción y cuantificación de los analitos, con el fin de obtener como resultado final el mensurando, dichas magnitudes deben estar visualizadas en el modelo físico

2.2.9.4 FUENTES DE INCERTIDUMBRE

Las fuentes de incertidumbre por cada magnitud de entrada (x_i) provienen de los diversos factores involucrados en la medición, por ejemplo:

- Los resultados de la calibración del instrumento.
- La incertidumbre del patrón o del material de referencia.
- La repetibilidad de las lecturas.
- La reproducibilidad de las mediciones por cambio de observaciones, instrumentos u otros elementos.
- Características del propio instrumento, como resolución, histéresis, deriva, etc.
- Variaciones de las condiciones ambientales.
- La definición del propio mensurando.
- El modelo particular de la medición.
- Variaciones en las magnitudes de influencia.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS			
	Versión: 01	Fecha: Mayo 2024	Página: 9 de 26

2.2.9.5 MODELO MATEMÁTICO

Un modelo matemático es una expresión matemática donde se relacionan las magnitudes de entrada (x_i) con la finalidad de obtener como resultado el mensurando, en el modelo matemático se debe tomar el cual se expresa en las unidades reportadas de la cuantificación del analito en el informe de resultados.

$$\text{Mensurando} = \text{Magnitud de entrada 1} * \text{Magnitud de entrada 2} * \text{Magnitud de entrada 3}$$

De manera general, el cálculo involucrado en la medición de una concentración de masa de cualquier elemento químico está dado por:

$$\gamma \text{ Xi} = \gamma (x-B) \cdot fd_1 \cdot fd_2$$

Donde:

γXi = concentración de masa del mensurando obtenida a partir de la aplicación de un método de medición.

$\gamma(x-B)$ = concentración de masa del mensurando obtenida a través de la curva de calibración.

$fd_1 \dots fd_2$ = factor de dilución aplicado a la muestra; puede haber tantas "n" diluciones como sean necesarias.

NOTA: cuando se emplee un estándar interno en la medición se debe considerar para el cálculo de la concentración del analito.

2.2.9.6 CONTRIBUCIÓN DE FUENTES DE INCERTIDUMBRE

La contribución de cada magnitud de entrada $\mu_i(y)$ está dada por la multiplicación del coeficiente de sensibilidad (c_i) y la **incertidumbre estándar** aportada por sus fuentes de incertidumbre $\mu(x_i)$, esto con el fin de poder obtener la incertidumbre típica combinada del mensurando.

$$\mu_i(y) = c_i * \mu(x_i)$$

Es importante considerar que, antes de combinarlas, todas las contribuciones de las incertidumbres deben estar expresadas como incertidumbres estándar, para lo cual cada una de las magnitudes de entrada se debe clasificar por tipo de evaluación y tipo de distribución para saber



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 10 de 26

cómo se va a manejar la información adquirida, a continuación, se da una explicación de estos conceptos:

a) Evaluación Tipo A: La incertidumbre obtenida a partir de “n” observaciones repetidas experimentalmente, la cual se estima con base en la dispersión de los resultados individuales.

b) Evaluación Tipo B: Se refiere a la incertidumbre obtenida por información externa o por experiencia; esta información puede ser: certificados de Calibración, manuales del instrumento de medición, especificaciones del instrumento, normas o literatura, valores de medición anteriores, conocimiento sobre las características o el comportamiento del sistema de medición, entre otros. En algunos casos esta información proporciona el factor de cobertura (k).

c) Distribución de Probabilidad Normal: Los resultados de una medición repetida afectada por una o más magnitudes de influencia que varían aleatoriamente, generalmente siguen en buena aproximación una distribución normal.

d) Distribución de probabilidad Rectangular: En una distribución rectangular cada valor en un intervalo dado tiene la misma probabilidad, o sea la función de densidad de probabilidad es constante en el intervalo.

e) Distribución de Probabilidad Triangular: En una distribución triangular, la probabilidad es más alta en el centro del intervalo y se reduce hacia los límites.

Por lo que a partir de los conceptos anteriores podemos estimar la incertidumbre estándar de cada fuente de incertidumbre, la cual se describe en la Tabla 1.

Tabla 1. Estimación de incertidumbre estándar por tipo y por distribución

Evaluación	Distribución	Fórmula
A	Normal	$\mu = \frac{s}{\sqrt{n}}$
B	Normal	$\mu = \frac{\bar{U}}{k}$
B	Rectangular	$\mu = \frac{U}{\sqrt{3}}$
B	Triangular	$\mu = \frac{U}{\sqrt{24}}$



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 11 de 26

Los **coeficientes de sensibilidad** son el impacto de la fuente de incertidumbre sobre el mensurando, por lo que al ser un factor de sensibilidad se debe obtener por las derivadas parciales asociadas al modelo físico correspondiente. Así que por cada magnitud de entrada se obtiene una contribución individual.

2.2.9.7 INCERTIDUMBRE DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN POR MÍNIMOS CUADRADOS

El método de mínimos cuadrados utilizada supone que las incertidumbres de los valores de las disoluciones de calibración, valores del eje de abscisas, son considerablemente más pequeños que las incertidumbres de sus respuestas, valores del eje de ordenadas, por lo que pueden considerarse despreciables tales incertidumbres. La estimación de la incertidumbre asociada al valor interpolado empleando la función de calibración, involucra la variabilidad de los valores de las respuestas de los niveles de concentración de las referencias empleadas en la calibración, S , el valor de la pendiente, b_1 , el número de réplicas de la muestra, p , el valor predicho o interpolado de la muestra, x_{pred} , y el número de puntos de la curva de calibración, n . La expresión que permite estimar esta incertidumbre se muestra a continuación:

$$u(c_0) = var(x_{pred}) = \frac{S}{B_1} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{c})^2}{S_{xx}}}$$

Con la desviación estándar residual S expresada por:

$$S_{yy} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n [A_j - (B_0 + B_1 \cdot c_j)]^2}{n - 2}}$$

Y:

$$S_{xx} = \sum_{j=1}^n (c_j - \bar{c})^2$$



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 12 de 26

Expresada de otra forma:

$$u(c_0) = \sqrt{\frac{S_{yy}}{B_1^2} \cdot \left(\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{c})^2}{S_{xx}} \right)}$$

Donde:

B1 pendiente

p número de mediciones para determinar c_0

n número de mediciones para la calibración

c_0 concentración determinada de cadmio de la solución lixiviada

\bar{c} valor medio de los diferentes patrones de calibración (n número de mediciones)

i índice del número de patrones de calibración

j índice del número de mediciones para obtener la curva de calibración

2.2.9.8 INCERTIDUMBRE TÍPICA COMBINADA

Una vez que se tienen estimadas las contribuciones de todas las fuentes de incertidumbre, se procede a estimar la incertidumbre típica combinada $\mu_c(y)$, la cual es la raíz cuadrada de todas las sumas de las contribuciones $\mu_i(y)$ obtenidas en el punto anterior.

$$\mu_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \mu_i^2(y)}$$

2.2.9.9 INCERTIDUMBRE EXPANDIDA

La incertidumbre típica combinada $\mu_c(y)$ representa un intervalo centrado en el mejor estimado del mensurando que contiene el valor verdadero con una probabilidad p de 68% aproximadamente, bajo la suposición de que los posibles valores del mensurando siguen una distribución normal.

Generalmente se desea una probabilidad mayor, lo que se obtiene expandiendo el intervalo de incertidumbre por un factor k, llamado factor de cobertura. El resultado se llama incertidumbre expandida U al multiplicar la incertidumbre típica combinada por el factor de cobertura.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 13 de 26

En la Tabla 2. Se presentan los valores de probabilidad en una distribución normal dependiendo del factor de cobertura utilizado.

$$U = \mu_c(y) * k$$

Tabla 2. Factor de cobertura y probabilidad

Factor de cobertura	Probabilidad
k= 1	68.27%
k= 2	95.45%
k= 3	99.73%

2.2.9.10 EXPRESIÓN DE LA INCERTIDUMBRE

Al reportar una medida asociada a una incertidumbre debe de llevar los siguientes elementos: el valor corregido de la medida, la incertidumbre expandida, las unidades de medida, el factor de cobertura, la probabilidad asociada y el método utilizado.

$$Valor = y \pm U; \text{unidades}; k; \% \text{probabilidad}; \text{método}$$

3. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

Los resultados obtenidos en cada parámetro de validación de cada analito deben ser evaluados bajo los criterios de aceptación individuales Tabla 3.

Tabla 3. Criterios de aceptación

PARÁMETROS DE VALIDACIÓN	CRITERIO DE ACEPTACIÓN
Confirmación de Identidad (Selectividad y Especificidad)	1 transición de cuantificación 1 transición de confirmación Tiempo de retención del analito \pm 0.1 min, en una misma secuencia de análisis
	a) Resp. analito > 3 desviación estándar de la Resp.bco mtra b) S/N>3



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 14 de 26

Límite de Detección	<p>c) Inspección visual del pico en el LD debe ser cromatográficamente aceptable (para ambas transiciones)</p> <p>d) Relación de iones CV \pm 30%</p>
Repetibilidad	<p>a) %R 70-120%</p> <p>b) %CV < 20%</p> <p>c) Relación de iones: La relación de iones en matriz representativa debe cumplir con un coeficiente de variación de \pm30%, el cual se obtiene considerando los promedios de los iones ratio desde la concentración correspondiente al LD hasta el último nivel de la curva de calibración de una misma secuencia de análisis.</p>
Reproducibilidad	<p>a) %R 70-120%</p> <p>b) %CV < 20%</p> <p>c) F de Fisher (para dos pruebas)</p> <p>d) Análisis de varianza (ANOVA) (para 3 o más pruebas)</p> <p>e) Relación de iones: La relación de iones en matriz representativa debe cumplir con un coeficiente de variación de \pm30%, el cual se obtiene considerando los promedios de los iones ratio desde la concentración correspondiente al LD hasta el último nivel de la curva de calibración de una misma secuencia de análisis.</p>
Exactitud	<p>Considerar todos los datos de las pruebas de repetibilidad y reproducibilidad realizadas en la validación utilizando T Student.</p> <p>T Student: $t_{calculada}$ debe estar en el intervalo del valor $\pm (\alpha/2, n-1)$</p>
Precisión	<p>Desviación estándar del método, que se puede expresar como un intervalo de aceptación %R mínimo - %R máximo</p>



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 15 de 26

Límite de Cuantificación	<ul style="list-style-type: none"> a) $LC < LMR$ b) $CV < 20\%$ c) T Student: t calculada debe estar en el intervalo del valor $\pm (\alpha/2, n-1)$ <p>Considerar los datos de todos los ensayos de las pruebas de repetibilidad y reproducibilidad realizadas en la validación en el nivel candidato de LC.</p>
Intervalo lineal	<ul style="list-style-type: none"> a) Coeficiente de correlación > 0.98 ($r^2 > 0.98$) b) Residuales $\pm 20\%$
Intervalo de trabajo	<ul style="list-style-type: none"> a) Coeficiente de correlación > 0.98 ($r^2 > 0.98$) b) Residuales $\pm 20\%$ c) El intervalo de trabajo debe considerar el límite de cuantificación.
Robustez	$S_{Factor} < 2 * S_R$ $S_R =$ Desviación estándar del método.
Incertidumbre	<ul style="list-style-type: none"> a) $U \leq 40\%$ en el límite de cuantificación. b) Para la estimación de la incertidumbre se deberá incluir los datos de todas las pruebas de repetibilidad y reproducibilidad presentadas durante la validación.

NOTA: La información de la validación se debe presentar en formato Excel desprotegido en su totalidad que permita la rastreabilidad de los cálculos para la revisión técnica documental, que a su vez demuestre cumplimiento en los criterios de aceptación para los parámetros de validación.

4. CRITERIOS Y ESPECIFICACIONES PARA ANÁLISIS DE RUTINA

4.1 LOTE DE EXTRACCIÓN INICIAL

Un lote de extracción inicial de muestras debe contener los siguientes elementos:



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 16 de 26

4.1.1 CUANTIFICACIÓN:

- Blanco de reactivo.
- Blanco de matriz representativa.
- Curva de calibración (Intervalo de trabajo validado) en blanco de matriz representativa.
- Muestras.

4.1.2 CONTROLES DE CALIDAD:

- Al menos una muestra duplicada del lote.
- Al menos un blanco de matriz representativa del lote fortificada en el límite de cuantificación.

4.2 LOTE DE EXTRACCIÓN CONSECUTIVO

Un lote de extracción consecutivo de muestras debe contener los siguientes elementos:

4.2.1 CUANTIFICACIÓN:

- Muestras.

4.2.2 CONTROLES DE CALIDAD:

- Al menos una muestra duplicada del lote.
- Al menos un blanco de matriz representativa del lote fortificada en el límite de cuantificación.

Nota: Se considerará un lote de extracción consecutivo con el cual se cuantifican muestras con la misma curva de calibración de blanco matriz de aguacate o matrices representativas del lote de extracción inicial. Se debe extraer los 2 controles de calidad por día y deben ser evaluados hasta un máximo de 7 evaluaciones diarias.

4.3 SECUENCIA CROMATOGRÁFICA INICIAL

Una secuencia cromatográfica inicial de muestras por instrumento debe contener los siguientes elementos:

**CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS**

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 17 de 26

4.3.1 CUANTIFICACIÓN

- Blanco de reactivo.
- Blanco de matriz representativa.
- Curva de calibración en blanco de matriz representativa del lote con al menos 4 niveles de concentración con $r2 \geq 0.98$.
- Muestras

4.3.2 CONTROLES DE CALIDAD.

- Al menos una muestra duplicada del lote.
- Al menos un blanco de muestra fortificada en el límite de cuantificación.

4.4 SECUENCIA CROMATOGRÁFICA CONSECUTIVA

Una secuencia cromatográfica diaria de muestras por instrumento debe contener los siguientes elementos:

4.4.1 CUANTIFICACIÓN:

- Muestras.

4.4.2 CONTROLES DE CALIDAD:

- Al menos una muestra duplicada del lote.
- Al menos un blanco de matriz representativa del lote fortificada en el límite de cuantificación.

Nota: Las muestras no deben ser cuantificadas con curvas de calibración que excedan 7 días de haberse extraído e inyectado. Las soluciones para la fortificación de la curva de calibración deberán ser preparadas el mismo día de la extracción. El instrumento debe ser evaluado diariamente con un blanco de muestra fortificada en el límite de cuantificación extraído el mismo día. Los recobros de todos los analitos cuantificados deben ser medidos diariamente en cada lote de análisis al menos en el nivel correspondiente al LC. El criterio de aceptación en rutina para los plaguicidas en la matriz validada debe estar en el porcentaje de recobro validado asociado al 20% de CV. En caso de que algún analito no cumpla el criterio de aceptación, se debe realizar mantenimiento al instrumento y la curva de calibración debe ser extraída e inyectada nuevamente.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 18 de 26

4.5 Los extractos de lotes anteriores o almacenados no deben ocuparse como controles de calidad.

4.6 La respuesta de los analitos en el extracto de muestra debe estar dentro del rango lineal de respuestas de la curva de calibración inyectada en blanco de matriz representativa del lote. En caso de no cumplir, se deben realizar diluciones correspondientes a la muestra con el blanco de muestra para mantener el efecto matriz. o se pueden extraer muestras con menor peso siempre y cuando se demuestre que no haya diferencia significativa en la cuantificación.

4.7 La calibración multinivel debe corresponder al intervalo de trabajo validado, cumpliendo con la linealidad para al menos 4 niveles de concentración. La curva de calibración debe ser graficada e inspeccionada por el cálculo de residuales, asegurar que la regresión es satisfactoria dentro del rango de las concentraciones de los plaguicidas cuantificados. Los residuales deben tener una desviación del $\pm 20\%$.

4.8 En el método de análisis para screening se debe verificar la respuesta en el nivel de LC de todos los analitos al menos una vez al mes.

Considerar:

1. Si el número de plaguicidas en el método de screening es pequeño; por ejemplo, de 1 a 50, se debería verificar la respuesta en cada lote de muestras.
2. Si el número de plaguicidas en el método de screening es grande; por ejemplo 51 en adelante, se debería verificar la respuesta del 25% de los analitos semanalmente, con el fin de evaluar el 100% de los analitos por mes.

4.9 La cuantificación que contiene una calibración con isómeros (o similar), debería realizarse con una de las siguientes opciones: la suma de las áreas o altura del pico, o la suma de las alturas del pico o medir cada componente isómero individualmente, siempre y cuando se demuestre la mejor veracidad en los resultados.

**CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS**

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 19 de 26

Nota: Cuando la cuantificación se realice midiendo por individual cada isómero y para el caso de los estándares que presenten dos o más isómeros se deberá realizar el ajuste de las concentraciones de acuerdo con la relación porcentual indicada en el certificado de análisis para cada isómero presente.

4.10 El criterio de aceptación en rutina para los plaguicidas en las matrices no validadas debe, estar dentro del porcentaje 60-140%. Sin embargo, estas desviaciones en los recobros deben ser investigadas.

4.11 Cuando se reporten falsos negativos o falsos positivos, o la veracidad lograda en algún ensayo de aptitud sea cuestionable, el problema debe ser investigado y debe ser rectificado antes de proceder a determinaciones futuras.

4.12 Para la confirmación de los resultados, los cromatogramas de los analitos cuantificados en los extractos de las muestras deben tener picos con tr, simetría de pico y relación de respuestas similares a las obtenidas en la calibración estándar analizada en las concentraciones similares del mismo lote.

4.13 Si el análisis inicial provee una identificación ambigua, se debería realizar un análisis de confirmación. Este puede involucrar el re análisis del extracto de la muestra, re análisis de otra porción analítica de la muestra, análisis del extracto de la muestra por otra técnica analítica o análisis de otro método de adquisición del equipo.

4.14 La desviación de los resultados de muestras duplicadas no debe exceder el 30%.

4.15 El material de referencia, soluciones stock y soluciones de estándares de calibración deben ser almacenados a temperaturas bajas (<0°C), preferentemente en un congelador exento de luz y bajo condiciones que minimicen la velocidad de degradación.

4.16 Las muestras deben estar separadas de otras fuentes de contaminación potencial.

4.17 El material volumétrico debe ser limpiado escrupulosamente, especialmente antes del re-uso, siguiendo un procedimiento de limpieza validado.

Nota: El uso de material rayado debe ser evitado. El método de limpieza para el material reutilizado debe estar validado para prevenir la contaminación cruzada.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS			
	Versión: 01	Fecha: Mayo 2024	Página: 20 de 26

5. INFORME DE RESULTADOS

Los informes de resultados de ensayo en los que un laboratorio haga alusión a la aprobación otorgada por SENASICA, deben especificar de forma clara el alcance o los ensayos que están dentro o fuera del alcance de la aprobación.

Los informes de resultados deben dar cumplimiento a los requisitos del numeral 7.8 (Informe de Resultados) de la NMX-EC-17025-IMNC vigente.

5.1 REQUISITOS ESPECÍFICOS PARA LOS INFORMES DE ENSAYO.

Para métodos cuantitativos, el residuo del plaguicida por arriba del límite de cuantificación se debe reportar la concentración medida en mg//Kg, por debajo del límite de cuantificación se debe reportar como <LC mg/Kg y por debajo del LD se debe reportar como ND.

6. TRAZABILIDAD METROLÓGICA

Los aspectos relacionados con la trazabilidad metrológica, son acordes con lo dispuesto en la política vigente de la Entidad Mexicana de Acreditación(EMA).

6.1 TRAZABILIDAD METROLÓGICA, CALIBRACIÓN Y ESTÁNDARES DE REFERENCIACERTIFICADOS (ERC)

Para la cuantificación de residuos de plaguicidas el laboratorio debe emplear estándares de referencia certificados.

El material volumétrico que se utilice en los ensayos, debe ser clase A y deberá ser calibrado por un Laboratorio de Calibración Acreditado, con un periodo máximo de calibración de cuatro años; durante el transcurso del periodo de calibración, el material volumétrico deberá someterse a verificaciones intermedias.

Las verificaciones intermedias deben ser realizada por el laboratorio con un procedimiento técnicamente válido y registros correspondientes, éstas deben ser realizada en periodos de seis meses.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS			
	Versión: 01	Fecha: Mayo 2024	Página: 21 de 26

Toda medición debe efectuarse con instrumentos calificados. En el caso de los sistemas de medición que emplean las técnicas que se incluyen en este documento, el laboratorio debe seguir los siguientes lineamientos:

- a) Para los cromatógrafos y sus accesorios, sus sistemas de introducción de muestras y sistemas especiales de extracción, entre otros, se deben calificar en un periodo máximo de un año, la calificación debe realizarse de acuerdo a los procedimientos y las instrucciones del proveedor, utilizando los materiales y protocolos apropiados y debe cumplir las especificaciones requeridas y ser formalmente documentada de acuerdo con los requisitos generales de cada instrumento.
- b) Recalificación del instrumento en los siguientes casos:
 1. Cambio de localización del equipo.
 2. Interrupción prolongada de los servicios que pueda poner en duda la estabilidad del desempeño del equipo.
 3. Modificaciones de diseño.

7. UBICACIÓN DEL LABORATORIO

El laboratorio podrá estar ubicado en zonas urbanas, suburbanas y rurales que cuenten con los servicios de suministro de agua potable, energía eléctrica y drenaje. Además, deberá estar fuera de una zona de riesgo por inundación, derrumbe o incendio. El laboratorio deberá contar con acceso peatonal o vehicular que facilite el arribo.

8. CONDICIONES AMBIENTALES

El laboratorio deberá contar con puertas que permitan el cierre automático o manual, de tal forma que impida la entrada de corrientes de aire y polvo. La temperatura interna deberá ser controlada en un rango entre 19 a 26 °C. Se deberá contar con sistemas de extracción de aire, sobre todo en las áreas en donde se manejen compuestos químicos.

Controlar la humedad relativa a menos que las especificaciones técnicas de operación en equipos especializados de laboratorio así lo indiquen.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS			
	Versión: 01	Fecha: Mayo 2024	Página: 22 de 26

9. SERVICIOS BÁSICOS

Agua potable: Se deberá contar con la suficiente disponibilidad y/o capacidad de almacenaje para asegurar la correcta operación del laboratorio, así como la limpieza de las diferentes áreas además de facilitar la adecuada higiene de los ocupantes del inmueble.

Instalación eléctrica: El laboratorio deberá contar con una instalación eléctrica funcional y eficiente, con tomas de corriente acordes al voltaje que cada equipo de laboratorio requiera para su óptimo funcionamiento, las tomas deberán estar identificadas de acuerdo a la diferencia de voltaje para evitar confusiones y accidentes. Para equipamiento con alto consumo de watts/hora es necesario el uso de sistemas de energía ininterrumpida, que funcionen como respaldo en caso de presentarse un corte temporal del servicio o apagón en la zona.

Telecomunicaciones: El laboratorio deberá contar con servicio de voz y datos de acuerdo a las actividades y número de usuarios que facilite la comunicación y flujo de información con otras instituciones, empresas, dependencias, clientes, etc.

10. DISTRIBUCIÓN DE ÁREAS

Las áreas dentro del laboratorio en donde se manejen sustancias químicas, deberán estar delimitadas con paredes de concreto, vidrio, tabla-roca o cualquier otro material adecuado para las actividades que adentro se realicen. De igual manera, las áreas donde se manipulen muestras, así como el lugar en el que se encuentren instalados equipos de cromatografía o de medición deberán estar separados del resto de las áreas para facilitar el control de temperaturas y evitar contaminaciones cruzadas. Se recomienda la instalación de puertas de emergencia en sitios estratégicos que sirvan para una evacuación rápida del personal en caso de presentarse una emergencia.

10.1 ALMACÉN:

En caso de ser necesario, el laboratorio podrá contar con un almacén de materiales y sustancias químicas, que deberá separar según el riesgo y compatibilidad de acuerdo a la normatividad aplicable vigente. Deberá contar con ventilación suficiente si esta se requiere.



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS			
	Versión: 01	Fecha: Mayo 2024	Página: 23 de 26

10.2 ÁREA DE GASES ESPECIALES:

Se deberá contar con un área fuera del laboratorio, lo más cercana posible a los cromatógrafos en donde puedan colocar los cilindros que suministran de gases especiales a estos. Los cilindros deberán estar sujetos en un área delimitada que impida el acceso de personal ajeno al uso de los mismos, esta área debe contar con un techado de concreto, lámina o cualquier otro material que proteja a los cilindros del sol, lluvia, granizo y fauna local. En casos donde el laboratorio esté ubicado en zonas con climas que presenten temperaturas muy elevadas y/o temperaturas extremas ubicar los cilindros en un cuarto ventilado.

10.3 ÁREA O ALMACÉN DE RESIDUOS TÓXICOS:

Se deberá contar con un área o almacén con el tamaño suficiente para almacenar los desechos tóxicos y material contaminado que se obtuvieron de las actividades del laboratorio. Se deberá contar con la ventilación suficiente y las medidas de seguridad dentro y fuera del área o almacén. Esta deberá tener el acceso controlado para evitar el ingreso de personal no autorizado.

10.4 ÁREA DE LAVADO:

Se requiere de un área de lavado que cuente con tarjas con agua potable, la cual deberá tener la suficiente presión. El área de lavado debe estar ventilada y equipada con escurridores. Se aconseja el uso de pisos o tapetes anti-derrapantes.

11. EQUIPAMIENTO

El laboratorio deberá contar por lo menos con un cromatógrafo de líquidos y un cromatógrafo de gases, ambos acoplados a espectrometría de masas con triple cuadrupolo. La marca o modelo son indistintos siempre y cuando se logre alcanzar los niveles de detección y cuantificación requeridos.

Se deberá contar también con refrigeradores y congeladores suficientes para almacenar tanto muestras frescas o molidas, así como sustancias que requieran resguardo a bajas temperaturas tales como material de referencia puro y en soluciones de trabajo.

Se deberá emplear algún equipo de molienda que garantice la óptima homogeneidad con un tamaño de partícula inferior a 1.5 milímetros del 90% del volumen molido para el caso de matrices oleosas y/o desecadas. Así como



CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 24 de 26

un tamaño de partícula inferior a 1 milímetro del 90% del volumen en muestras no oleosas con alto contenido de agua.

Se deberá contar con campanas de extracción suficientes y con el tamaño adecuado de acuerdo al volumen de muestras que se analicen, se debe tomaren cuenta que no podrá usarse la misma campana para la preparación de material de referencia y la extracción de las muestras con la finalidad de evitar contaminaciones cruzadas.

Para realizar el proceso de extracción se debe contar con algún sistema de agitación automática que pueda alcanzar por lo menos 500 oscilaciones por minuto, así como una centrífuga de tubos Falcón con capacidad de alcanzar por lo menos 3500 revoluciones por minuto. Es indispensable contar con una balanza analítica con una capacidad de pesaje de al menos 0 a 220 g, con una resolución de hasta 4 decimales destinada al pesado de muestras y sales de extracción. De igual forma, para el pesado de material de referencia puro será necesaria una balanza analítica con una capacidad de pesaje de 0 a 220 g con una resolución de 4 decimales $e=1$ mg y $d=0.1$ mg. Es necesario también, contar con sonificador como auxiliar en la preparación de algunas soluciones con baja solubilidad y en el lavado de material volumétrico, el tamaño del sonificador dependerá de la frecuencia de su uso.

Para la preparación de soluciones de trabajo como material de referencia se aconseja el uso de vortex o algún otro similar que facilite la homogeneidad de las soluciones a preparar. Si el laboratorio usa reactivos de baja pureza o si lo considera necesario, deberá realizar la preparación de fases móviles de cromatografía de líquidos, valiéndose de sistema de filtración con bomba de vacío.

Todo el material volumétrico y equipo de medición tales como micropipetas, balanzas, termómetros, matraces, repetidoras, etc. Deberán contar con calibración realizada por un laboratorio acreditado el cual deberá emitir un certificado de análisis.

**CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS**

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 25 de 26

12. Anexos**Anexo 1.** Agrupación de matrices alimentarias para la validación de métodos

Grupos de productos	Categorías típicas de productos	Productos típicos representativos
1. Alto contenido de agua	Frutas pomáceas	Manzana, peras.
	Fruta de hueso	Albaricoque, cereza, melocotón.
	Otras frutas	Banano, papaya.
	Hortalizas de bulbo	Cebollas, puerros.
	Hortalizas de fruto/ cucurbitáceas	Tomates, pimiento, pepino, melón, sandía.
	Hortalizas de género Brassica	Coliflor, coles de Bruselas, repollo, brócoli.
	Hortalizas de hoja y hierbas frescas	Lechuga, espinaca, albahaca.
	Vástago y hortalizas de tallo	Apio, espárrago.
	Forraje/cultivos forrajeros	Alfalfa fresca, arveja forrajera, remolachas frescas.
	Hortalizas leguminosas frescas	Guisantes frescos con vaina, guisantes, arvejas, habas, judías verdes (ejote).
	Hortalizas de raíces y tubérculos	Remolacha azucarera y hojas de remolacha forrajera.
	Hongos frescos	Champiñones, rebozuelos.
	Raíces y tubérculos piensos	Raíces de remolacha azucarera y forrajera, zanahoria, papas, batatas o papas dulces.
	2. Alto contenido de ácido y alto contenido de agua	Frutas cítricas
Frutas pequeñas y bayas		Fresas, arándano, frambuesa, grosellas negras, grosella roja, grosella blanca, uvas.
Otros		Kiwi, piña, ruibarbo.
3. Alto contenido de	Miel, fruta seca	Miel, pasas, orejones, ciruelassecas.

**CRITERIOS PARA EL FUNCIONAMIENTO, APLICACIÓN E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS Y LOS MÉTODOS ANALÍTICOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y/O CUANTIFICACIÓN DE RESIDUOS DE PLAGUICIDAS**

Versión: 01

Fecha: Mayo 2024

Página: 26 de 26

azúcar y bajo contenido de agua		
4a. Alto contenido de aceite y bajo contenido de agua	Frutos secos	Nueces, avellanas, castañas, cacahuate, pistache.
	Semillas oleaginosas	Colza, girasol, semilla de algodón, soya, maní, ajonjolí, etc.
4b. Alto contenido de aceite e intermedio contenido de agua	Frutas y productos aceitosos	Oliva, aguacate.
5. Contenido Alto en almidón y/o proteína y bajo contenido en agua y grasas	Hortalizas leguminosas secas	Frijol de campo, haba seca, judíaseca (amarillas, blancas, azul/marino, marrón, moteadas), lentejas.
	Grano de cereal	Trigo, centeno cebada y grano de avena, maíz, arroz
6. Productos difíciles o únicos		Lúpulo, granos de cocoa, café, té, especias.