

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS

S



Organización de las Naciones
Unidas para la Alimentación
y la Agricultura



Organización
Mundial de la Salud

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma, Italia - Tel: (+39) 06 57051 - Correo electrónico: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

Tema 4 del programa

CX/MAS 17/38/4

Marzo de 2017

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

38.^a reunión

Budapest (Hungría), 8-12 de mayo de 2017

ORIENTACIONES SOBRE EL ENFOQUE DE CRITERIOS PARA LOS MÉTODOS QUE UTILIZAN UNA “SUMA DE COMPONENTES”

(Preparado por el GTe dirigido por el Reino Unido)

1. En la 37.^a reunión del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (CCMAS), la delegación del Reino Unido, que dirigió el grupo de trabajo electrónico (GTe) y el grupo de trabajo presencial (GTP), presentó los informes de ambos grupos. La delegación recordó al Comité la decisión que tomó el CCMAS en su 36.^a reunión de continuar trabajando con arreglo al mandato, como se describe en el párrafo 4 del documento CX/MAS 16/37/5. El GTP había analizado ejemplos y había llegado a la conclusión de que no existía un único mecanismo para determinar los criterios numéricos de rendimiento respecto a los métodos y que los criterios de rendimiento deberían atenderse caso por caso.
2. La delegación observó además que los actuales procedimientos recogidos en el Manual de procedimiento son únicamente para analitos individuales y que podría ser necesaria una enmienda a fin de indicar que el proceso no siempre era adecuado para una “suma de componentes”.
3. La delegación informó de que el GTP había examinado el informe del GTe y que había analizado los futuros pasos a seguir. Aclaró además que en el documento no se abordaban los factores de equivalencia tóxica (FET), la ponderación de los analitos o situaciones en las que los límites máximos (LM) comprendían el análisis de un único componente y de múltiples componentes, y que el GTP era de la opinión de que, si los trabajos debían continuar, habrían de incluirse aquellos ejemplos en los que se hubiesen generado ya criterios de rendimiento.
4. La delegación llegó a la conclusión de que era necesaria la orientación del Comité para determinar si los trabajos debían continuar y, en ese caso, qué formato tendrían, es decir, qué tipo de documento se necesitaba.
5. Hubo consenso general en cuanto a la necesidad de seguir trabajando, pues había quedado claro que los procedimientos actuales no se ajustaban necesariamente al fin previsto. Se mantuvieron debates acerca de si debía tratarse de un procedimiento interno para uso del Codex, o de una orientación del Codex dirigida a los gobiernos.
6. Se respaldó asimismo la modificación del Manual de procedimiento para aclarar que los procedimientos no siempre eran adecuados para una “suma de componentes”. Surgieron inquietudes en cuanto a la complejidad del asunto y la posibilidad de que el tipo de documento resultante no fuese apto para su inclusión en el Manual de procedimiento.
7. La Secretaría aclaró que si el procedimiento se elaboraba para su uso por el CCMAS y otros comités del Codex, se trataba de una cuestión de procedimiento y, por tanto, no sería apropiado tenerlo como un documento fuera del Codex. Esto no impediría a los gobiernos consultar el procedimiento del Codex. El Comité debería proseguir con los trabajos y podría tomarse una decisión más adelante sobre cómo hacerlo accesible para su uso en el Codex.
8. El Comité convino en modificar la sección del Manual de procedimiento sobre los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis* y remitirla al Comité del Codex sobre Principios Generales (CCGP), en su 30.^a reunión, para su aprobación, y a la Comisión, en su 39.^o período de sesiones, para su adopción.
9. El Comité señaló que los comités del Codex deberían considerar la posibilidad de solicitar orientación del CCMAS si desean elaborar valores numéricos para los criterios de métodos en los que se requiere una suma de componentes.

10. El Comité acordó constituir nuevamente el GTe, bajo la dirección del Reino Unido y con el inglés como idioma de trabajo. Con arreglo al mandato nuevamente establecido, el GTe debía:
- i. elaborar un documento a modo de orientación para los comités del Codex y el CCMAS;
 - ii. concentrarse únicamente en los métodos químicos de análisis;
 - iii. sirviéndose del documento CX/MAS 16/37/5 como punto de partida, continuar con la elaboración de orientaciones por parte del GTe sobre la forma en que los LM y los métodos de análisis que comportaban una suma de componentes podían convertirse en criterios de rendimiento de los métodos;
 - iv. tomar nota de que las orientaciones, que se aplicarán caso por caso, comprenderán algunos de los posibles enfoques actuales disponibles;
 - v. incluir ejemplos de casos en los que los enfoques ya se han empleado con éxito y abarcan métodos con equivalentes tóxicos (ET) o FET, ponderación de analitos y casos en los que un LM incluye tanto un analito individual como una suma de componentes;
 - vi. estudiar la existencia de ejemplos prácticos de suma de componentes fuera del marco del Codex.
11. El Comité, en su próxima reunión, tomará una decisión sobre cómo llevar a cabo este trabajo.
12. El GTe (presidido por el Reino Unido) preparó un proyecto de documento a mediados/finales de 2016 y lo distribuyó a los miembros del GTe a fin de recabar observaciones a comienzos de 2017. Se recibieron observaciones de varias delegaciones y muchas de ellas se han abordado en el documento revisado que figura en el Apéndice I. El GTe contó con más de 45 participantes. La lista de participantes y organizaciones se adjunta en el Apéndice II del presente documento.
13. Aunque ninguna delegación se mostró en desacuerdo con las recomendaciones propuestas, durante el proceso de consulta se formularon una serie de observaciones —que se resumen a continuación— que requieren más atención y debate y que han de abordarse, si procede, en un texto revisado.
- i.) Una delegación propuso que lo más lógico era incluir este documento en el Manual de procedimiento del Codex, si bien habrá una cierta presión para reducir el texto, cuya extensión actual es de seis páginas.
 - ii.) Otra delegación señaló que los ejemplos proporcionados en el Anexo A asumían la ratio de componentes que había de fijarse y, por tanto, no consideraban situaciones en que los analitos determinados estuviesen presentes en proporciones diferentes.
 - iii.) Una delegación hizo hincapié en que un factor importante al utilizar el enfoque de criterios es la capacidad de la autoridad competente (el gobierno o el comité de productos) para poder establecer el intervalo de las concentraciones para cada analito.

Recomendaciones

14. Dada la complejidad de la cuestión sobre los enfoques relativos a los criterios para los métodos que utilizan la suma de componentes, el planteamiento adoptado para cada método debe evaluarse individualmente, caso por caso. Por consiguiente, se invita al Comité a:
- i.) examinar el proyecto de documento de orientación sobre los enfoques relativos a los criterios en el Apéndice I;
 - ii.) considerar el siguiente paso del GTe en cuanto a la realización de nuevos trabajos, en caso necesario.

Apéndice I

PROYECTO DE DOCUMENTO DE ORIENTACIÓN SOBRE EL ENFOQUE DE CRITERIOS PARA LOS MÉTODOS QUE UTILIZAN UNA “SUMA DE COMPONENTES”

INTRODUCCIÓN

1. En el Manual de procedimiento de la Comisión del Codex Alimentarius se establecen los Criterios generales para la selección de métodos de análisis. Se evalúan los métodos sobre la base de las características de selectividad, exactitud, precisión, límite de detección, sensibilidad, practicabilidad y aplicabilidad. En el Manual también se contempla el establecimiento de otros criterios según proceda, y se ofrece cierta orientación sobre la manera de elegir entre diferentes métodos. Asimismo, se acepta el “enfoque de criterios” como alternativa a la aprobación de un método específico (*ibidem*). Gracias al enfoque de criterios se puede establecer un conjunto de criterios (valores numéricos) que deberá cumplir un método para que sea aplicable (es decir, “apto para el uso previsto”) a una norma específica. El enfoque de criterios es aplicable a métodos plenamente validados de los tipos II y III, excepto para métodos como los de reacción en cadena de la polimerasa (RCP) y de ensayo con sustancias inmuoabsorbentes unidas a enzimas (ELISA), pero no se puede aplicar a métodos de tipo I. Actualmente, el enfoque de criterios requiere información sobre la aplicabilidad, el intervalo mínimo aplicable, el límite de detección y de cuantificación, la precisión (con criterios para la desviación típica relativa de la reproducibilidad), la recuperación y la conformidad.
2. En el Manual de procedimiento se han descrito dos enfoques para el establecimiento de criterios. El primero utiliza el límite especificado (límite máximo o mínimo) para establecer criterios numéricos relacionados con las características mencionadas anteriormente y, el segundo comporta la conversión de un método específico para establecer criterios numéricos. Si bien el método debe estar validado y ser adecuado para el analito y el producto, no existe ningún requisito específico según el cual el método deba estar aprobado antes de “convertirlo” en criterios.
3. Aunque no se indique específicamente en el Manual de procedimiento, las *Directrices para establecer valores numéricos relativos a los criterios* se elaboraron examinando solamente las determinaciones de analitos individuales y no aquellas que comportan una suma de componentes, es decir, métodos en que se mide la concentración de un analito específico y esta determinación se compara con una especificación. Como tal, el enfoque que figura en el Manual de procedimiento puede no ser adecuado para las determinaciones que implican una suma de componentes.

ANTECEDENTES

4. Hay muchas maneras en que los métodos y límites máximos que comportan una suma de componentes pueden convertirse en criterios de rendimiento de métodos. En el Anexo A se muestran dos enfoques a título ilustrativo, pero estos no son los únicos que hay disponibles. Los enfoques adoptados deben elaborarse y decidirse caso por caso y se verán influenciados por una serie de factores, entre ellos:
 - los componentes se ponderan por igual;
 - la abundancia natural conocida de componentes (p. ej., las fumonisinas B1 y B2 se determinan conjuntamente cuando la proporción normal B1:B2 en muestras contaminadas de forma natural es de 5:2, pero el LM es un valor total de B1+B2);
 - los valores medidos para componentes individuales independientemente de que estén o no correlacionados. La existencia de correlación (p. ej., debido a múltiples componentes medidos en el mismo instrumento al mismo tiempo) puede tener un efecto importante en la precisión de los valores sumados resultantes en comparación con la precisión disponible cuando los valores medidos son independientes;
 - LM o métodos que comportan la utilización de ET o FET; o bien,
 - el LM incluye tanto un analito único como una suma de componentes.
5. No sorprende que no haya actualmente ningún mecanismo para convertir los LM que comportan una suma de componentes en criterios de rendimiento de métodos. En la evaluación de métodos futuros, cuando los responsables de la elaboración de métodos tomaran en consideración el enfoque de una “suma de componentes”, el cumplimiento podría resultar menos problemático para el Codex. Además, al mejorar la capacidad de la tecnología analítica podría resultar viable la identificación y cuantificación de múltiples componentes individuales a niveles más bajos en las disposiciones sobre un producto, lo cual no había sido posible en el pasado. O bien, podrían especificarse componentes individuales como “marcadores” para el

“total de los componentes”, por ejemplo, el benzo(a)pireno para los hidrocarburos aromáticos polinucleares (HAP) en el agua potable. Por tanto, para lograr el mejor resultado es probable que tengan que presentarse al mismo tiempo algunas opciones de los criterios de la “suma de componentes” aplicados por el Codex y los exámenes de los comités sobre productos en los casos en que se haya establecido una especificación de una norma sobre la base de una “suma de componentes”.

6. Actualmente, hay una serie de métodos de analitos múltiples que están siendo normalizados por diversos organismos de normalización que comportan la determinación de sustancias únicas y/o grupos de sustancias en el mismo proceso analítico. Por ejemplo, el Comité Técnico 327 del Comité Europeo de Normalización (CEN/TC327) sobre productos para la alimentación animal está elaborando una especificación técnica en la que se detalla un enfoque de criterios para métodos de análisis de micotoxinas a fin de respaldar la labor de normalización del Grupo de trabajo 5 (toxinas naturales). El Grupo de trabajo 4 (métodos de muestreo y análisis) del CEN/TC 327 sobre productos para la alimentación animal también está elaborando una especificación técnica sobre criterios de rendimiento de métodos de análisis validados en un único laboratorio y en varios laboratorios para la determinación de metales pesados.

FACTORES DE EQUIVALENCIA TÓXICA

7. En el caso de ciertos productos o analitos, existen especificaciones en que las concentraciones individuales de analitos múltiples se determinan mediante un único método, las concentraciones se convierten en un “equivalente tóxico” utilizando un factor de equivalencia tóxica (FET) y la especificación es un límite basado en la suma de equivalentes. Constituye un ejemplo de este planteamiento la determinación del grupo de saxitoxinas recogida en la *Norma para los moluscos bivalvos vivos y los moluscos bivalvos crudos* (CODEX STAN 292-2008). La especificación es para la concentración de equivalentes de saxitoxina, que se determina a partir de 12 congéneres de saxitoxina, cada uno de ellos multiplicado por un FET y sumado. Los FET también se utilizan en otras determinaciones, como las de las dioxinas y los bifenilos policlorados (BPC) análogos a las dioxinas. El enfoque de criterios actual del Manual de procedimiento no se elaboró teniendo en cuenta las especificaciones que utilizan FET o una suma de equivalentes tóxicos.

8. Para utilizar un factor de equivalencia tóxica a fin de determinar un “equivalente tóxico” se necesita un cálculo, por lo que, si este cálculo forma parte del método, históricamente el CCMAS consideraría que estos métodos son de Tipo I. Aun cuando el procedimiento analítico de determinar el valor antes de la conversión fuera lógico (Tipo II/III), la determinación final es de Tipo I, ya que el cálculo es empírico. Otra posible alternativa a la inclusión de los FET en el método sería incluirlos en la norma.

CONCLUSIONES

1. Hay muchas formas en que los métodos y LM que comportan una suma de componentes pueden convertirse en criterios de rendimiento de métodos, pero este proceso debe realizarse con sumo cuidado por analistas que comprendan plenamente la metodología empleada y caso por caso.
2. Si los métodos de análisis que comportan una suma de componentes se ensayan en colaboración sobre la base de la “suma de componentes”, entonces pueden convertirse directamente en criterios.
3. Respecto a los LM que comportan el uso de ET o FET u otra potencia toxicológica, se recomienda no convertir los propios LM en criterios de rendimiento de métodos. En tales casos, el segundo enfoque detallado en el Manual de procedimiento (p. ej., la conversión de un método específico para establecer criterios numéricos) podría ser apropiado cuando puedan elaborarse criterios numéricos utilizando datos de rendimiento de métodos sin transformar (es decir, datos brutos que no se hayan convertido en FET) suponiendo que el método haya sido validado adecuadamente. Este fue el enfoque adoptado al enmendar la *Norma para los moluscos bivalvos vivos y los moluscos bivalvos crudos* (CODEX STAN 292-2008), donde se establecieron criterios de rendimiento numérico no ponderados (es decir, no se aplicaron FET) a partir de diversos métodos aprobados.
4. Respecto a las disposiciones que contienen LM tanto para sustancias únicas como para una suma de componentes (p. ej., la *Norma para los aceites de oliva y los aceites de orujo de oliva* [CODEX STAN 33-1981]), podría ser apropiado utilizar una combinación de enfoques. Por ejemplo, utilizando los enfoques establecidos en el Manual de procedimiento para sustancias únicas y un enfoque de suma de los componentes para LM que comporten una suma de componentes.

REFERENCIAS

- i.) CODEX STAN 292-2008: *Norma para los moluscos bivalvos vivos y crudos*
- ii.) CODEX STAN 33-1981: *Norma para aceites de oliva y aceites de orujo de oliva*

ANEXO A: EJEMPLOS DE ENFOQUES**ENFOQUE 1: EL LM ES UNA SUMA DE COMPONENTES PONDERADOS POR IGUAL**

En el caso de análisis de analitos múltiples en los que todos los componentes se ponderen por igual, n es el número de componentes o analitos. Los criterios relacionados con los analitos múltiples (y los analitos individuales, $n = 1$) serían, por tanto, los presentados en el Cuadro 1.

Cuadro 1: Directrices para establecer criterios numéricos si el LM es una suma de componentes ponderados por igual.

Aplicabilidad:	El método debe ser aplicable a la disposición especificada, el producto especificado y los niveles especificados (límite máximo, mínimo o ambos) (LM). El intervalo mínimo aplicable del método depende del nivel especificado (LM) que se debe evaluar y puede expresarse, bien como la desviación típica de la reproducibilidad (s_R), bien como límite de detección (LD) y límite de cuantificación (LC).			
Intervalo mínimo aplicable para <u>los componentes individuales</u>¹:	Respecto de un $LM/n \geq 0,1$ mg/kg, $[LM/n - 3 s_R, LM + 3 s_R]$. Respecto de un $LM/n < 0,1$ mg/kg, $[LM/n - 2 s_R, LM + 2 s_R]$. Nota: el nivel máximo es superior al LM para los componentes individuales.			
Límite de detección (LD) para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un $LM/n \geq 0,1$ mg/kg, $LD \leq LM/n \cdot 1/10$.			
Límite de cuantificación (LC) para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un $LM/n < 0,1$ mg/kg, $LD \leq LM/n \cdot 1/5$. Respecto de un $LM/n \geq 0,1$ mg/kg, $LC \leq LM/n \cdot 1/5$. Respecto de un $LM/n < 0,1$ mg/kg, $LC \leq LM/n \cdot 2/5$.			
Precisión para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un $LM/n \geq 0,1$ mg/kg, valor de HorRat ≤ 2 . Respecto de un $LM/n < 0,1$ mg/kg, la $RSD_R < [44 \ %]$. $RSD_R =$ desviación típica relativa de la reproducibilidad.			
Recuperación (R) para <u>los componentes individuales</u>:	Concentración	Razón	Unidad	Recuperación (%)
	100	1	100 % (100 g/100 g)	98 – 102
	≥ 10	10^{-1}	$\geq 10 \ %$ (10 g/100 g)	98 – 102
	≥ 1	10^{-2}	$\geq 1 \ %$ (1 g/100 g)	97 – 103
	$\geq 0,1$	10^{-3}	$\geq 0,1 \ %$ (1 mg/g)	95 – 103
	0,01	10^{-4}	100 mg/kg	90 – 107
	0,001	10^{-5}	10 mg/kg	80 – 110
	0,0001	10^{-6}	1 mg/kg	80 – 110
	0,00001	10^{-7}	100 μ g/kg	80 – 110
	0,000001	10^{-8}	10 μ g/kg	60 – 115
	0,0000001	10^{-9}	1 μ g/kg	40 – 120
Conformidad:	Existen otras directrices relativas a los intervalos previstos de recuperación en áreas específicas de análisis. En casos en los que se haya demostrado que la recuperación es una función de la matriz, podrán aplicarse otros requisitos especificados. Para la evaluación de la conformidad, debería utilizarse preferiblemente material de referencia certificado.			

¹ En el caso de análisis de analitos múltiples en los que todos los componentes se ponderen por igual, $n =$ número de componentes o analitos.

Ejemplo elaborado

Sustancia x, compuesta de cuatro analitos, x_1 , x_2 , x_3 y x_4 , en la matriz y.

LM (o sea, $x_1 + x_2 + x_3 + x_4$) = 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$,

puesto que hay cuatro analitos, $n = 4$;

$\text{LM}/n = 20/4 \mu\text{g}/\text{kg} = 5 \mu\text{g}/\text{kg}$.

Utilizando la hoja de cálculo de Excel disponible en el sitio web www.nmkl.org en la sección "how to get method criteria based on ML" (cómo obtener criterios de método basados en el LM), se establece lo siguiente:

Intervalo mínimo	0,003* – 0,029** mg/kg = 3 – 29 $\mu\text{g}/\text{kg}$.
aplicable para <u>los componentes individuales</u>:	*correspondiente a un $\text{LM}/n = 5 \mu\text{g}/\text{kg}$. **correspondiente a un $\text{LM} = 20 \mu\text{g}/\text{kg}$.
Límite de detección (LD) para <u>los componentes individuales</u>:	1 $\mu\text{g}/\text{kg}$
Límite de cuantificación (LC) para <u>los componentes individuales</u>:	2 $\mu\text{g}/\text{kg}$
Precisión para <u>los componentes individuales</u>:	$\text{RSD}_R \leq 44 \%$
Recuperación (R):	40 – 120 %

Cuestiones que se han de examinar

1. Es importante destacar que a lo largo de todo el enfoque no se modifica el propio LM real (a efectos del cumplimiento).
2. El concepto de intervalo mínimo aplicable está claro y puede aplicarse para determinar la conformidad con las especificaciones. Sin embargo, podría interpretarse erróneamente en el caso de contaminantes de los alimentos cuyos resultados analíticos se utilizan para evaluar la exposición de los consumidores a las sustancias analizadas y los riesgos que esta entraña (p. ej., micotoxinas, dioxinas, bifenilos policlorados [BPC], etc.). A tal efecto, son importantes los resultados de mediciones de concentraciones bajas, en el límite de cuantificación (LC) técnicamente viable o por encima del mismo. Esto vale especialmente para la determinación de los analitos más tóxicos de la suma.
3. Utilizando este enfoque, los límites de detección (LD) o límites de cuantificación (LC) eran demasiado estrictos, especialmente cuando "n" era elevado (p. ej., $n \gg 5$). En tales casos, los responsables de establecer criterios de rendimiento de métodos han de examinar la manera de tener en cuenta los métodos que comportan una suma de múltiples componentes (p. ej., esteroides y HAP) aunque lo más probable es que solo estén realmente presentes algunos de ellos. En tales casos, los LD/LC estimados pueden ser demasiado estrictos a efectos prácticos y tal vez sea más apropiado adoptar un enfoque alternativo. Por ejemplo, en tales casos, podría ser apropiado establecer que n es igual al número de analitos de "interés" más bien que al número total de componentes.

ENFOQUE 2: EI LM ES UNA SUMA DE COMPONENTES CON UNA PROPORCIÓN O ABUNDANCIA NATURAL CONOCIDA DE COMPONENTES

Respecto a los análisis de analitos múltiples con una proporción o abundancia natural conocida de componentes, f es el factor ratio. Los criterios relacionados con los analitos múltiples (y los analitos individuales, $f = 1$) serían, por tanto, los presentados en el Cuadro 2.

Cuadro 2: Directrices para el establecimiento de criterios numéricos si el LM es una suma de componentes con una proporción o abundancia natural conocida de componentes

Aplicabilidad:	El método debe ser aplicable a la disposición especificada, el producto especificado y los límites especificados (límite máximo, mínimo o ambos) (LM). El intervalo mínimo aplicable del método depende del límite especificado (LM) que se debe evaluar y puede expresarse, bien como la desviación típica de la reproducibilidad (s_R), bien como límite de detección (LD) y límite de cuantificación (LC).			
Intervalo mínimo aplicable para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un LM $f \geq 0,1$ mg/kg, [LM $\cdot f - 3 s_R$, LM + 3 s_R] Respecto de un LM $f < 0,1$ mg/kg, [LM $\cdot f - 2 s_R$, LM + 2 s_R] s_R = desviación típica de la reproducibilidad.			
Límite de detección (LD) para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un LM $f \geq 0,1$ mg/kg, LD \leq LM $\cdot f \cdot 1/10$			
Límite de cuantificación (LC) para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un LM $f < 0,1$ mg/kg, LD \leq LM $\cdot f \cdot 1/5$			
Precisión para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un LM $f \geq 0,1$ mg/kg, valor de HorRat ≤ 2			
Recuperación (R) para <u>los componentes individuales</u>:	Respecto de un LM $f < 0,1$ mg/kg, la RSD _R < [44 %]. RSD _R = desviación típica relativa de la reproducibilidad.			
	Concentración	Razón	Unidad	Recuperación (%)
	100	1	100 % (100 g/100 g)	98 – 102
	≥ 10	10^{-1}	≥ 10 % (10 g/100 g)	98 – 102
	≥ 1	10^{-2}	≥ 1 % (1 g/100 g)	97 – 103
	$\geq 0,1$	10^{-3}	$\geq 0,1$ % (1 mg/g)	95 – 103
	0,01	10^{-4}	100 mg/kg	90 – 107
	0,001	10^{-5}	10 mg/kg	80 – 110
	0,0001	10^{-6}	1 mg/kg	80 – 110
	0,00001	10^{-7}	100 μ g/kg	80 – 110
	0,000001	10^{-8}	10 μ g/kg	60 – 115
	0,0000001	10^{-9}	1 μ g/kg	40 – 120
Conformidad:	Existen otras directrices relativas a los intervalos previstos de recuperación en áreas específicas de análisis. En casos en los que se haya demostrado que la recuperación es una función de la matriz, podrán aplicarse otros requisitos especificados. Para la evaluación de la conformidad, debería utilizarse preferiblemente material de referencia certificado.			

Ejemplo elaborado

Sustancia x, compuesta de dos analitos, x_1 y x_2 , en la matriz y. Se sabe que los analitos x_1 y x_2 se encuentran normalmente en una proporción de 5:3 en muestras contaminadas naturalmente.

El LM = 5 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$;

Puesto que los dos analitos se encuentran normalmente en la proporción de 5:3

$$f_1 = 5/8 = 0,625 \text{ y}$$

$$f_2 = 3/8 = 0,375$$

Para el analito x_1

$$\text{LM} \cdot f_1 = 5\,000 \cdot 0,625 \mu\text{g}/\text{kg} = 3\,125 \mu\text{g}/\text{kg} \text{ y}$$

Para el analito x_2

$$\text{LM} \cdot f_2 = 5\,000 \cdot 0,375 \mu\text{g}/\text{kg} = 1\,875 \mu\text{g}/\text{kg}$$

Utilizando la hoja de cálculo de Excel disponible en el sitio web www.nmkl.org en la sección "how to get method criteria based on ML" (cómo obtener criterios de método basados en el LM), se establece lo siguiente:

Analito x_1

Intervalo mínimo aplicable para el analito x_1 :

$$1,862^* - 6,883^{**} \text{ mg}/\text{kg} = 1\,860 - 6\,880 \mu\text{g}/\text{kg}.$$

*correspondiente a un LM $f = 3\,125 \mu\text{g}/\text{kg}$

**correspondiente a un LM = 5 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

Límite de detección (LD) para el analito x_1 :

$$313 \mu\text{g}/\text{kg}$$

Límite de cuantificación (LC) para el analito x_1 :

$$625 \mu\text{g}/\text{kg}$$

Precisión para el analito x_1 :

$$\text{RSD}_R \leq 27 \%$$

Recuperación (R) para el Analito x_1 :

$$80 - 110 \%$$

Analito x_2

Intervalo mínimo aplicable para el analito x_2 :

$$1,056^* - 6,883^{**} \text{ mg}/\text{kg} = 1\,060 - 6\,880 \mu\text{g}/\text{kg}.$$

*correspondiente a un LM $f = 1\,875 \mu\text{g}/\text{kg}$.

**correspondiente a un LM = 5 000 $\mu\text{g}/\text{kg}$.

Límite de detección (LD) para el analito x_2 :

$$188 \mu\text{g}/\text{kg}$$

Límite de cuantificación (LC) para el analito x_2 :

$$375 \mu\text{g}/\text{kg}$$

Precisión para el analito x_2 :

$$\text{RSD}_R \leq 29 \%$$

Recuperación (R) para el analito x_2 :

$$80 - 110 \%$$

Cuestiones que se han de examinar

Es importante destacar que a lo largo de todo el proceso anterior no se modifica el LM real (a efectos del cumplimiento).

LISTA DE PARTICIPANTES

NOMBRE	PAÍS / ORGANIZACIÓN	DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO
Dr. Andrew Damant	Reino Unido	andrew.damant@foodstandards.gsi.gov.uk
Sra. Chelvi Leonard	Reino Unido	chelvi.leonard@foodstandards.gsi.gov.uk
Sra. Selvarani Elahi	Reino Unido	selvarani.elahi@lgcgroup.com
Sr. Duncan Arthur	Reino Unido	DuncanArthur@PublicAnalystServices.co.uk
Sra. Anne Bridges	AACCI	annebridges001@earthlink.net
Sr. Paul Wehling	AACCI	paul.wehling@genmills.com
Dr. Richard Cantrill	AOCS	richard.cantrill@aocs.org
Sr. Richard Coghlan	Australia	richard.coghlan@measurement.gov.au
Codex Australia	Australia	codex.contact@daff.gov.au
Sra. Ligia Schreiner	Brasil	ligia.schreiner@anvisa.gov.br
Sra. Barbara Lee	Canadá	barbara.lee@hc-sc.gc.ca
Sr. Steve Ellison	Eurachem	Stephen.Ellison@lgcgroup.com
Sr. Pertti Koivisto	Finlandia	pertti.koivisto@evira.fi
Sr. Jean-Luc Deborde	Francia	jean-luc.deborde@scl.finances.gouv.fr
Dra. Katrin Franks	Alemania	katrin.franks@bvl.bund.de
Dr. Roger Wood	ICUMSA	roger.shirley@btinternet.com
Dr. Anoop A. Krishnan	India	eia-kolkatalab@eicindia.gov.in
Dr. Rajesh Nair	India	rajeshnair@nddb.coop
Dr. KK Sharma	India	kksaicrp@yahoo.co.in
Codex India	India	codex-india@nic.in
Dr. Alireza Hasani Bafarani	Irán	ar.hasani@gmail.com
Sra. Akram sadat Fayazi	Irán	Mehramir2001@Yahoo.com
Sr. Mohammad Hanif ManaFi	Irán	mk.manafi@yahoo.com
Sra. Ita Kinahan	Irlanda	ikinahan@statelab.ie
Dr. Hidetaka Kobayashi	Japón	hidetaka_kobayashi@nm.maff.go.jp
Dr. Takahiro Watanabe	Japón	codex_maff@nm.maff.go.jp
Dr. Yukiko Yamada	Japón	codexj@mhlw.go.jp
Sr. George Kiminza	Japón	yukiko_yamada@nm.maff.go.jp
Sr. Martin Masibo	Kenya	kiminzag@kebs.org
Sr. Max Siteta Mutuku	Kenya	masibom@kebs.org
Sr. Onesmus Mwaniki	Kenya	maxwexm@yahoo.com
Sr. César Omar Gálvez González	Kenya	omwaniki@kephis.org
Sra. Jessica Gutierrez Zavala	México	cgalvez@cofepris.gob.mx
Sr. Henk van der Schee	México	jgutierrez@cofepris.gob.mx
Sra. Susan Morris	Países Bajos	h.a.vanderschee@nvwa.nl
Sr. Stig Valdersnes	Nueva Zelandia	susan.morris@mpi.govt.nz
Punto de contacto del Codex en Noruega	Noruega	stig.valdersnes@nifes.no
Dr. Pedro A Burdaspal	Noruega	codex@mattulsynet.no
Sr. Joakim Engman	España	pburdaspal@msssi.es
Sra. Chanchai Jaengsawang	Suecia	joakim.engman@slv.se
Sr. Manat Larpphon	Tailandia	chanchai84@outlook.com
Sra. Paveena Pinkaew	Tailandia	mlarpphon@yahoo.com
Sra. María Borthagaray	Tailandia	ppinkaew@hotmail.com
Sra. Laura Flores	Uruguay	mbortha@latu.org.uy
Sra. Macarena Simoens	Uruguay	lflores@latu.org.uy
Sr. Patrick Gray	Uruguay	msimoens@latu.org.uy
Sra. Marie Maratos	EE.UU.	patrick.gray@fda.hhs.gov
Sr. Gregory Noonan	EE.UU.	marie.maratos@fsis.usda.gov
Dr. Tim D Norden	EE.UU.	gregory.noonan@fda.hhs.gov
	EE.UU.	tim.d.norden@usda.gov