

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS



Organización de las Naciones
Unidas para la Agricultura
y la Alimentación



Organización
Mundial de la Salud

S

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma, Italia - Tel: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.net

ALINORM 10/33/23

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS

33.º período de sesiones
Ginebra (Suiza), 5-9 de julio de 2010

INFORME DE LA 31.ª REUNIÓN DEL COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Budapest (Hungría)
8-12 de marzo de 2010

Nota: El presente documento contiene la circular del Codex CL 2010/6-MAS.

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS



Organización de las Naciones
Unidas para la Agricultura
y la Alimentación



Organización
Mundial de la Salud

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma, Italia - Tel: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.net

CX 4/50.2

**CL 2010/6-MAS
Marzo de 2010**

A: - Puntos de contacto del Codex
- Organismos internacionales interesados

De: - Secretaría de la Comisión del Codex Alimentarius, Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias, FAO, 00100 Roma (Italia)

ASUNTO: **Distribución del informe de la 31.^a reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (ALINORM 10/33/23)**

A. ASUNTOS QUE SE SOMETEN A LA APROBACIÓN DE LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS EN SU 33.º PERÍODO DE SESIONES

Proyecto de Directrices en el trámite 5/8

1. Anteproyecto de Directrices sobre criterios de rendimiento y validación de los métodos de detección, identificación y cuantificación de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas en los alimentos (párr. 33 del Apéndice III)

Métodos de análisis y toma de muestras

2. Métodos de análisis en normas del Codex que se encuentran en diferentes trámites, entre ellos métodos de análisis para aguas minerales naturales (párrs. 57-82, Apéndice II)

Los gobiernos que deseen proponer enmiendas o hacer observaciones sobre los antedichos párrafos 1 y 2 deberán hacerlo por escrito, de conformidad con la Guía para el examen de normas en el trámite 8 (véase el Manual de Procedimiento de la Comisión del Codex Alimentarius), y enviarlas a la dirección indicada, **antes del 15 de mayo de 2010.**

Anteproyecto de Directrices en el trámite 5

3. Anteproyecto de Directrices revisadas sobre la incertidumbre en la medición (párr. 56 del Apéndice IV)

Los gobiernos que deseen formular observaciones sobre las repercusiones que los anteproyectos de Directrices pudieran tener en sus intereses económicos deberán hacerlo por escrito, de conformidad con el Procedimiento para la elaboración de normas de alcance mundial en el trámite 5, dirigiéndose a la Secretaría del Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias, en la dirección indicada, **antes del 15 de mayo de 2010.**

RESUMEN Y CONCLUSIONES

A continuación figuran el resumen y las conclusiones de la 31.^a reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras:

Asuntos que se someten a la aprobación de la Comisión en su 33.º período de sesiones

El Comité:

- adelantó al trámite 5/8 el anteproyecto de Directrices sobre criterios de rendimiento y validación de los métodos de detección, identificación y cuantificación de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas en los alimentos (párr. 33 del Apéndice III);
- adelantó al trámite 5 el anteproyecto de Directrices revisadas sobre la incertidumbre en la medición (párr. 56 del Apéndice IV);
- ratificó o modificó la situación de varios métodos de análisis en normas del Codex y propuso métodos de análisis para las aguas minerales naturales (párrs. 57-82 del Apéndice II).

Otras cuestiones de interés para la Comisión

El Comité:

- acordó examinar nuevamente en su siguiente reunión los procedimientos para la evaluación de la conformidad y la solución de controversias, teniendo en cuenta la incertidumbre en la medición, la incertidumbre en la toma de muestras y otras cuestiones pertinentes (párr. 98).

ÍNDICE

Apertura de la reunión	1-2
Aprobación del programa	3-5
Cuestiones remitidas al Comité por la Comisión del Codex Alimentarius y otros comités del Codex.....	6-12
Anteproyecto de Directrices sobre criterios para métodos de detección, identificación y cuantificación de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas, en particular en alimentos obtenidos por la biotecnología moderna.....	13-33
Anteproyecto de Directrices revisadas sobre la incertidumbre en la medición	34-56
Ratificación de las disposiciones sobre métodos de análisis en las normas del Codex	57-82
Orientación sobre la incertidumbre en la toma de muestras.....	83-98
Métodos de análisis para las aguas minerales naturales	99-109
Informe de una reunión interinstitucional sobre métodos de análisis.....	110-118
Otros asuntos y trabajos futuros	119
Fecha y lugar de la siguiente reunión	120

LISTA DE APÉNDICES

		<u>Páginas</u>
Apéndice I	Lista de participantes	16
Apéndice II	Situación de la ratificación de los métodos de análisis y toma de muestras	30
Apéndice III	Anteproyecto de Directrices sobre criterios para métodos de detección, identificación y cuantificación de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas, en particular en alimentos obtenidos por la biotecnología moderna	46
Apéndice IV	Anteproyecto de Directrices revisadas sobre la incertidumbre en la medición	68

INTRODUCCIÓN

1. El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras celebró su 31.^a reunión en Budapest (Hungría) del 8 al 12 de marzo de 2010 por amable invitación del Gobierno de Hungría. Presidió la reunión el Profesor Árpád Ambrus, Director General Adjunto de la Oficina Húngara de Inocuidad de los Alimentos. El Dr. Béla Kovacs, Catedrático de la Universidad de Debrecen, actuó como Vicepresidente. Asistieron a la reunión 162 delegados y observadores de 46 Estados Miembros y una Organización Miembro (la UE) y 15 organizaciones internacionales.

APERTURA DE LA REUNIÓN

2. La reunión fue inaugurada por el Dr. Miklós Süth, Secretario de Estado del Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural que recordó la importancia del trabajo del Comité y su importancia para Hungría que le ha servido de anfitriona desde 1972. Se destacó la necesidad de encontrar acuerdos sobre los métodos de análisis y de ofrecer una orientación uniforme y clara a los países que les sirva como base para la legislación nacional. El Dr. Süth señaló lo apretado del programa del Comité y destacó la importancia del trabajo sobre el desarrollo de criterios para los métodos de detección en los alimentos obtenidos por medios biotecnológicos modernos, así como el trabajo sobre la incertidumbre en la medición y la toma de muestras. Además, informó al Comité acerca de una conferencia mundial sobre las cadenas de alimentos sostenibles que tendría lugar en Hungría en agosto de 2010, reuniendo a todas las partes interesadas en el sector, y expresó el deseo de que los delegados tuviesen la oportunidad de participar en este importante acto. Como conclusión, el Dr. Süth deseó a los delegados una buena deliberación y éxito en la reunión.

APROBACIÓN DEL PROGRAMA (Tema 1 del programa)¹

3. El Comité convino en las siguientes propuestas:
- cambiar el orden del programa y discutir el tema 6 del programa (Orientación sobre la incertidumbre en la toma de muestras) antes del tema 5 (Aprobación de las disposiciones sobre métodos de análisis en las normas del Codex);
 - discutir la elaboración de un documento de debate sobre las Directrices para la resolución de disputas referentes a los resultados de análisis (pruebas) en el tema 9 del programa, de acuerdo con la propuesta de la delegación del Brasil.
4. El Comité aprobó el programa provisional como programa de su reunión con las enmiendas mencionadas.
5. La delegación de la Unión Europea presentó el documento CRD 23 acerca de la división de competencias entre la Unión Europea y sus Estados Miembro de acuerdo con el artículo II.5 del Reglamento de la Comisión del Codex Alimentarius.

CUESTIONES REMITIDAS AL COMITÉ POR LA COMISIÓN Y OTROS COMITÉS DEL CODEX (Tema 2 del programa)²

6. El Comité recordó que el Brasil había manifestado algunas preocupaciones a propósito de las repercusiones que tendrían para los países exportadores las Directrices para la solución de controversias sobre los resultados (de ensayos) analíticos, aprobadas por la Comisión en su 32.^o período de sesiones.
7. El Presidente recordó que las Directrices citadas eran técnicamente fiables, pero que tal vez eran necesarias algunas aclaraciones sobre su aplicación y que para este fin había preparado notas aclaratorias sobre las Directrices después de haber invitado a las delegaciones interesadas a hacer aportaciones. También señaló que en las Directrices solo se trataba un aspecto de la solución de controversias y propuso que se debatiera dicho asunto para decidir si era necesario continuar los trabajos.
8. La Delegación del Brasil señaló que había preparado un documento en el que se insistía en sus preocupaciones y en las repercusiones de las Directrices, y que uno de sus expertos también haría una

¹ CX/MAS 10/31/1.

² CX/MAS 10/31/2, CX/MAS 10/31/2-Add.1, CRD 5 (observaciones de Filipinas), CRD 7 (Directrices para la resolución de disputas sobre los resultados de pruebas de análisis, notas explicativas y cuestiones pendientes).

exposición a los delegados después de la sesión plenaria sobre las simulaciones matemáticas presentadas en el documento de debate.

9. Algunas delegaciones observaron que las cuestiones planteadas acerca de las Directrices para la solución de controversias eran pertinentes a efectos de la evaluación del cumplimiento y también se debatirían en el marco de la revisión de las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* y del documento de debate sobre la incertidumbre en la toma de muestras.

10. El Comité acordó discutir las cuestiones relacionadas con la aplicación de las Directrices en el tema 9 del programa (Otros asuntos y trabajos futuros), incluyéndose los documentos preparados por el Presidente y el Brasil.

11. El Comité tomó nota de la aclaración del Comité sobre Nutrición y Alimentos para Usos Dietéticos Especiales sobre el cálculo de energía y factores de conversión referentes a los preparados para lactantes y sobre el uso de métodos de microbioensayo para la determinación de la vitamina B₆.

12. Se acordó que la respuesta del Comité sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas a una pregunta anterior sobre la *Norma para los tomates en conserva y la corrección de la Norma para el cacao en polvo* se examinarían en el tema 5 del programa (Aprobación de métodos de análisis).

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES SOBRE CRITERIOS PARA LOS MÉTODOS DE DETECCIÓN, IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE SECUENCIAS ESPECÍFICAS DE ADN Y DE PROTEÍNAS ESPECÍFICAS, EN PARTICULAR EN ALIMENTOS DERIVADOS DE LA BIOTECNOLOGÍA MODERNA (Tema 3 del programa)³

13. El Comité recordó que en la reunión anterior había decidido devolver el texto al trámite 2 para que un grupo de trabajo electrónico copresidido por Alemania, Argentina y el Reino Unido lo redactase nuevamente a efectos de su distribución, comentarios y examen en la presente reunión.

14. La delegación de la Argentina presentó el informe del Grupo de trabajo electrónico y explicó el procedimiento seguido en la elaboración del texto y el éxito que había supuesto haber utilizado una plataforma en internet especialmente creada para asumir el trabajo del Comité, lo que había facilitado grandemente la participación de un gran número de países. El mecanismo se encontraba disponible para su uso por otros miembros y futuros grupos de trabajo del Codex. El Comité hizo observar el número inusualmente elevado de participantes activos en la elaboración de las directrices. Dicho número indicaba claramente la importancia y pertinencia del documento.

15. A pesar de que el grupo de trabajo había tomado en cuenta la expansión del alcance acordada en la reunión anterior, no se pudo llegar a una solución final respecto de la redacción y, en relación con ello, el grupo de trabajo había propuesto también varias opciones para este título. Sin embargo, se había logrado un consenso sobre la mayor parte del texto restante.

16. El Comité expresó su agradecimiento a Argentina y al grupo de trabajo por la excelente labor realizada.

17. El Comité acordó primero aclarar el alcance antes de continuar una mayor discusión sobre las directrices propuestas.

Debate general (ámbito)

18. Varias delegaciones expresaron su apoyo a la ampliación del alcance y, por lo tanto, su apoyo a un párrafo 6 alternativo:

“Estas directrices proporcionan criterios de información para la validación de métodos de análisis de los alimentos que conlleven la detección, la identificación y la cuantificación de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas de interés que puedan encontrarse en alimentos y que utilizarán los

³ CX/MAS 10/31/3, CX/MAS 10/31/3-Add.1 (observaciones de Argentina, Canadá, EE.UU., Irán, Japón, Kenya, Nueva Zelanda, Panamá, BIO, IFT, ILSI y la ISO), CRD 3 (borrador revisado del anteproyecto de Directrices, preparado por la Argentina), CRD 4 (observaciones de la ISO), CRD 5 (observaciones de Filipinas), CRD 11 (observaciones del Japón), CRD 13 (observaciones de la Unión Europea), CRD 16 (observaciones del ILSI), CRD 17 (observaciones de AOCS), CRD 18 (observaciones del ICGMA), CRD 19 (observaciones de Croplife), CRD 20 (observaciones de EE.UU. y la UE), CRD 27 (informe del grupo de trabajo durante la reunión), CRD 28 (tabla para la inclusión en las directrices preparada por el Japón).

laboratorios responsables del análisis de alimentos. Estos métodos pueden proporcionar planteamientos moleculares e inmunológicos para, entre otros usos, ensayos de autenticidad de alimentos y biomarcadores para alimentos que contengan material derivado de organismos de ADN recombinante.”

y, como consecuencia de ello, el título alternativo 1:

“Anteproyecto de Directrices sobre criterios de rendimiento y validación de los métodos de detección, identificación y cuantificación de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas en los alimentos”

La delegación de la Argentina explicó que el párrafo 6 alternativo era más claro y se refería explícitamente a los biomarcadores para alimentos derivados de la biotecnología moderna, en tanto que el párrafo original no era apropiado, ya que la frase “en alimentos derivados de la biotecnología moderna” se usaba de una forma que podía interpretarse como una referencia a la matriz y no al analito, lo que no era la intención original del trabajo.

19. La delegación del Japón expresó la opinión de que el documento era completo e informativo, pero que contenía demasiados detalles y era necesario centrarse en los puntos esenciales. Respecto al alcance, la delegación recordó al Comité que en la última sesión se había mantenido una discusión amplia sobre el alcance, que no se debería reiniciar la discusión y que esta debía más bien centrarse en el texto propuesto. Esta opinión contó con el apoyo de la delegación de la República de Corea.

20. La delegación de la Unión Europea subrayó la importancia del trabajo, considerando la necesidad de métodos para identificar alimentos modificados genéticamente y, aun reconociendo la decisión de ampliar el alcance, expresó su apoyo al título original que en su opinión seguiría siendo apropiado incluso con un alcance ampliado. La delegación recordó también que el mandato inicial de llevar a cabo este trabajo estaba centrado en los métodos para identificar los alimentos modificados genéticamente, cuya necesidad habían destacado en varias ocasiones el Grupo de acción sobre alimentos obtenidos por medios biotecnológicos y el Comité sobre Etiquetado de los Alimentos. Por consiguiente, manifestó la opinión de que se podría apoyar el párrafo 6 alternativo si se modificara para indicar que los métodos utilizados también podrían aplicarse a los alimentos derivados de la biotecnología moderna.

21. Ante la propuesta de usar “organismo de ADN recombinante” en lugar de “biotecnología moderna”, se aclaró que la expresión “biotecnología moderna” era de comprensión general y tenía una definición en el ámbito del Codex.

22. Previo debate, el Comité acordó que en el párrafo 6 alternativo enmendado se indicase que los alimentos derivados de la biotecnología moderna se hallaban comprendidos en el alcance.

23. Además, el Comité acordó que un grupo de trabajo durante la reunión, presidido por la Argentina, revisara el cuerpo del texto tomando en cuenta el alcance acordado y las observaciones escritas que se habían recibido.

TÍTULO

24. Varias delegaciones expresaron su apoyo al Título I alternativo que no se refería a alimentos derivados de la biotecnología, haciendo observar que no había necesidad de insistir especialmente en los alimentos derivados de la biotecnología moderna, según se afirmaba en la propuesta original, dado que este aspecto ya estaba cubierto por el alcance y desorientaría a los usuarios por emplearse también estas técnicas para la autenticación de alimentos y otros propósitos. Otras delegaciones expresaron su apoyo al título original declarando que este reflejaba el acuerdo respecto del alcance, era claro para los usuarios y se encontraba en consonancia con la intención original del trabajo para el desarrollo de directrices destinadas a métodos para alimentos derivados de la biotecnología moderna. Algunas delegaciones indicaron que la Comisión había solicitado que el Comité examinara la ampliación del alcance, lo que este había realizado, y que no había necesidad de repetir el alcance en el título que debía mantenerse breve, sencillo y comprensible.

25. El Comité estudió varias propuestas para abreviar el título, haciendo simplemente referencia a “análisis” más bien que a “detección, identificación y cuantificación”, e indicando que los métodos mencionados en las directrices eran aplicables no solo a la identificación de alimentos derivados de la biotecnología moderna, sino también a la autenticación de alimentos, la especiación de alimentos y otros propósitos (por ejemplo, identificación de alérgenos, patógenos, etc.), bien sea en una nota a pie de página o en el título. Se manifestaron algunas preocupaciones respecto al uso de una nota a pie de página, argumentándose que los usuarios no necesariamente leen las notas a pie de página, que estas notas no

aparecen en los títulos de textos publicados en el sitio web del Codex y que, por tanto, al usuario no le quedaría inmediatamente claro que las directrices se aplican también a los alimentos derivados de la biotecnología moderna. Se señaló que los usuarios de las técnicas descritas estarían familiarizados con sus aplicaciones, incluida la correspondiente a los alimentos derivados de la biotecnología moderna.

26. Después de un amplio debate, el Comité aprobó el Título I alternativo e introdujo una nota a pie de página con el fin de indicar el uso de los métodos.

Cuerpo de las directrices

27. El Comité examinó las directrices revisadas (CDR 27) según la versión preparada por el grupo de trabajo durante la reunión, haciendo notar que la base para la discusión en el grupo de trabajo fue el documento CRD 3, en el cual se hallaban incorporadas todas las observaciones recibidas por escrito.

28. Además de corregir la redacción, de mejorar la claridad del texto y actualizar sus referencias, el Comité adoptó las decisiones siguientes:

Sección 4.14 – Unidad de medida y comunicación de resultados

29. El Comité estudió la última parte del párrafo 22, que se había colocado entre corchetes debido a la ausencia de consenso en el grupo de trabajo. Tras la explicación facilitada por la delegación de la Argentina en el sentido de que la mención de la “incertidumbre biológica” no era adecuada para esta sección, de que su inclusión desorientaba, destacando que la “incertidumbre” tenía relación con la distribución del error de método y no con otros factores externos, no siendo pertinente a efectos de los alimentos, el Comité acordó su supresión.

Tabla resumen de los criterios de aceptación de los métodos

30. El Comité examinó una propuesta de la delegación del Japón de introducir una tabla en la que se resumieran los criterios de aceptación de métodos mencionados en los anexos de las Directrices para mayor facilidad de lectura, conforme a lo expuesto en el documento CRD 28.

31. Tras un debate, el Comité acordó no introducir la tabla, ya que los criterios se especificaban claramente en los anexos y resultaba difícil resumir la información de los anexos en una tabla.

32. En reconocimiento de la amplitud del debate y de los acuerdos alcanzados, el Comité acordó remitir las Directrices al trámite 5/8 para su aprobación.

Situación del anteproyecto de Directrices

33. El Comité acordó remitir el anteproyecto de Directrices a la Comisión en su 33.º período de sesiones a efectos de su aprobación en el trámite 5/8 con la recomendación de omitir los trámites 6 y 7 (véase el Apéndice III).

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES REVISADAS SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN (Tema 4 del programa)⁴

34. El Comité recordó que en su última reunión se había acordado devolver el anteproyecto de directrices para que un grupo de trabajo por medios electrónicos dirigido por el Reino Unido modificara su redacción, para la formulación de observaciones en el trámite 3 y para su consideración en la siguiente reunión.

35. Al presentar el documento la delegación del Reino Unido recordó que la revisión de las directrices se llevó a cabo en respuesta a las peticiones de diversas delegaciones de disponer de explicaciones más detalladas y que el fin de la revisión era aclarar el significado y las implicaciones de la incertidumbre en la medición, especialmente en cuanto al cumplimiento de normas. La delegación hizo hincapié en la importancia de tener en cuenta la incertidumbre en la medición a la hora de establecer especificaciones en vista de las repercusiones que ello tiene para la aplicación y recordó que la revisión se refería únicamente a la incertidumbre en la medición, excluyendo la incertidumbre en el muestreo, tal como lo había acordado anteriormente el Comité.

Debate general

36. La delegación de Nueva Zelanda no respaldó el enfoque aplicado a la incertidumbre en la medición por las siguientes razones: los procedimientos del Codex se basan en el control de la frecuencia o el costo de las decisiones erróneas y no sería adecuado realizar un juicio acerca del cumplimiento de un lote tomando como base una muestra individual, y la aplicación de las disposiciones revisadas para fines de exportación e importación incrementaría notablemente los costos de cumplimiento para los exportadores y los importadores. La delegación también recordó su postura general, consistente en que la incertidumbre en el muestreo debería considerarse conjuntamente con la incertidumbre en la medición y que para tal fin se deberían elaborar unas directrices en las que se integrasen ambos aspectos. La delegación expresó su preocupación acerca del procedimiento empleado para la elaboración de documentos, ya que había realizado observaciones importantes que no se habían tenido en cuenta en la revisión del documento.

37. El Comité hizo notar que el Comité sobre la Leche y los Productos Lácteos había expresado la opinión de que los planes de muestreo se deberían fundamentar en principios estadísticos válidos y que el enfoque aplicado a la evaluación de la incertidumbre en la medición debería tener en cuenta plenamente las especificidades de la leche y los productos lácteos (véase el documento CX/MAS 10/31/2).

38. Si bien diversas delegaciones respaldaban el objetivo de la revisión de considerar únicamente la incertidumbre en la medición e incluir notas explicativas, señalaron que algunas disposiciones superaban el alcance de las directrices y que algunas recomendaciones eran demasiado preceptivas y se referían a decisiones que deberían ser tomadas por los gobiernos a la hora de evaluar el cumplimiento de las normas, especialmente en el apartado 8. El Comité también señaló preocupaciones en lo concerniente a la acreditación, que no era necesaria en virtud de las directrices del Codex vigentes.

39. El Comité consideró el documento apartado por apartado y, además de los cambios o correcciones editoriales, realizó las modificaciones y observaciones descritas a continuación.

Introducción

40. El Comité destacó algunas observaciones sobre el texto de la Introducción, pero decidió eliminar el apartado completo porque en él se repetían las disposiciones del Manual de procedimiento. Se recordó que el fin de las notas explicativas era interpretar las directrices, dirigidas a los gobiernos, y que cualquier disposición pertinente del Manual podría ser modificada para su aplicación y uso generales por parte de los gobiernos.

Apartado 1

41. La delegación de Nueva Zelanda recordó su propuesta previa y sus observaciones por escrito de modificar el rango " $a \pm 2u$ ", ya que no proporcionaba un nivel de confianza del 95 %. No obstante, el Comité señaló que el apartado 1 era únicamente una repetición del texto principal de las directrices y que no se podría modificar en las notas sin modificar las directrices, por lo que el apartado se dejó sin cambios.

⁴ CX/MAS 10/31/4, CX/MAS 10/31/4-Add.1 (observaciones de Argentina, Brasil, Nueva Zelanda, Panamá y la FIL), CRD 8 (observaciones del Japón), CRD 12 (observaciones de Hungría), CRD 14 (observaciones de la UE) y CRD 25 (apartado 8 revisado y nuevo apartado).

Apartado 2

42. El Comité acordó que no se debería hacer ninguna referencia a la acreditación ya que en el marco del Codex solamente es necesaria para cumplir las disposiciones de la norma ISO/IEC 17025:2005, y el texto se modificó de acuerdo con ello.

Apartado 3

43. Se modificó el título para reflejar que la incertidumbre en la medición podría surgir tanto del muestreo como del análisis. La segunda oración y parte de la última frase del apartado se eliminaron porque no eran pertinentes para las directrices.

Apartado 4

44. Se modificó la redacción de la primera frase para dejar claro que “la incertidumbre de los resultados de ensayos es uno de los factores a la hora de evaluar el cumplimiento de las normas”, se añadió una referencia al control de calidad en la segunda frase y el resto del texto se reordenó para aclararlo.

Apartado 5

45. Considerando la decisión tomada previamente de eliminar las referencias a la acreditación, se eliminó la última frase del primer párrafo porque hacía referencia a ella.

46. El Comité acordó eliminar la parte sobre la Guía EURACHEM y la lista de referencias ya que todos los textos adicionales debían incluirse mediante referencias bibliográficas en el apartado 10 al final del documento. Se acordó que estas referencias eran útiles para fines informativos pero que debería evitarse toda confusión sobre su estatus, y se añadió una frase introductoria para reflejar que no contaban con el respaldo del Codex, a menos que se especifique lo contrario en las directrices.

Apartado 6

47. El Comité recordó que los laboratorios deberían cumplir la norma ISO/IEC 17025 y modificó el texto de acuerdo con ello, eliminando la referencia a la acreditación en virtud de su decisión previa.

Apartado 7

48. Los títulos de las columnas del cuadro se sustituyeron por los siguientes: concentración nominal, incertidumbre expandida típica y rango de resultados previstos. Dado que la última fila no hace referencia a una cifra concreta, sino a una concentración inferior a 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$, se corrigió el rango de resultados previstos para reflejar que variaría en función de la concentración nominal.

49. Se eliminó el tercer párrafo, sobre el análisis microbiológico, porque no entraba en el ámbito de las directrices.

Apartado 8

50. Diversas delegaciones expresaron la opinión de que las disposiciones del apartado 8, especialmente las correspondientes a las situaciones I a IV, contenían instrucciones demasiado preceptivas, dado que las medidas que se deben adoptar y la interpretación de los resultados eran responsabilidad de las autoridades competentes.

51. Algunas delegaciones propusieron eliminar el apartado al completo, mientras que otras consideraron que las explicaciones serían útiles pero que no deberían contener texto preceptivo. Se hizo notar, asimismo, que las Directrices sobre la estimación de la incertidumbre de los resultados (CAC/GL59-2006) relativas a los plaguicidas proporcionaban explicaciones útiles que se podrían emplear y adaptar al objetivo de las presentes directrices. Tras algún debate, el Comité examinó un apartado revisado propuesto por la delegación del Reino Unido (CRD 25).

52. En el primer párrafo del apartado 8.1 se acordó que la decisión que se debía adoptar era si la muestra se ajustaba a la especificación, y el texto se modificó en consecuencia. En cuanto a la terminología, se aclaró que la especificación hace referencia a la disposición y que el nivel máximo corresponde al de la disposición (en la versión en inglés “*upper control limit*” se sustituyó por “*maximum level*” en todo el texto). Se eliminó la referencia a los agentes patógenos de origen alimentario de la segunda frase para evitar confusión, y se realizaron algunos cambios editoriales para clarificar el texto. Se introdujo una nueva frase para explicar el ejemplo presentado en el diagrama.

53. Tras considerar diversas propuestas para modificar la redacción de las explicaciones de cada situación del diagrama, tales explicaciones se eliminaron porque las situaciones se describían claramente en el texto. El Comité expresó su conformidad con el texto modificado de las situaciones I a IV propuesto en el documento CRD 25.

Apartado 9

54. Varias delegaciones opinaron que en el apartado 9 (Uso de la incertidumbre en la medición y definición de una situación de controversia) se abordaba la cuestión de la solución de controversias y podría crear confusión o duplicación con las Directrices para la solución de controversias sobre los resultados (de ensayos) analíticos, aprobadas en 2009. Por lo tanto, el Comité acordó eliminar el apartado 9, ya que se proponía debatir las cuestiones relativas a las situaciones de controversia y la incertidumbre en el muestreo desde una perspectiva general en el Tema 6 del programa.

55. El Comité consideró un apartado adicional propuesto por la delegación de Nueva Zelanda en el documento CRD 25 relativo a “la petición y presentación de información sobre la incertidumbre en la medición” en el que se describirían las condiciones en virtud de las cuales las autoridades competentes podrían solicitar información sobre la incertidumbre en la medición. Sin embargo, tras debatir la cuestión el Comité recordó que en las directrices ya existía una disposición general con tal fin, por lo que no era necesario incluir un nuevo apartado.

Situación del anteproyecto de Directrices revisadas sobre la incertidumbre en la medición

56. El Comité acordó adelantar el anteproyecto de Directrices, modificado en la presente reunión, para su aprobación en el trámite 5 por la Comisión del Codex Alimentarius en su 33.º período de sesiones (véase el Apéndice IV).

RATIFICACIÓN DE LAS DISPOSICIONES SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS EN LAS NORMAS DEL CODEX (Tema 5 del programa)⁵

57. Presentó el informe del Grupo de trabajo su Presidente, el Dr. Roger Wood (Reino Unido). El Comité examinó los métodos cuya ratificación se proponía y, además de diversos cambios editoriales, realizó las modificaciones y recomendaciones presentadas a continuación.

Pescado y productos pesqueros

Proyecto de norma para el caviar de esturión

58. El Comité aprobó el método para la sal, determinada como cloruro y expresada como cloruro de sodio, como Tipo I debido al procedimiento empírico de extracción y por consiguiente propuso la modificación del tipo del mismo método en la Norma para pescado salado y pescado seco salado de la familia *Gadidae* (CODEX STAN 167-1989).

Leche y productos lácteos

59. El Comité señaló que el Comité sobre la Leche y los Productos Lácteos (CCMMP) había propuesto numerosas correcciones de los métodos existentes como resultado de la actualización en curso de los métodos realizada por la Federación Internacional de Lechería (FIL) y la Organización Internacional de Normalización (ISO).

60. Se realizaron diversas modificaciones del Tipo propuesto por el CCMMP para varios métodos. Se señaló que el mismo método podría clasificarse como Tipo IV o Tipo I en función de su situación de validación para la matriz en cuestión.

61. Se eliminaron algunos métodos AOAC propuestos por el CCMMP, concretamente el AOAC 989.05 para la grasa total, el AOAC 927.05 para el agua, el AOAC 926.08 y el AOAC 933.05 para la materia grasa láctea y el AOAC 990.19 para el extracto seco magro de la leche. Los métodos AOAC que eran equivalentes a los métodos conjuntos FIL/ISO se mantuvieron como métodos alternativos según correspondiese.

⁵ CX/MAS 10/31/5, CX/MAS 10/31/5-Add.1, CRD 1 (Informe del Grupo de trabajo sobre la ratificación de los métodos de análisis y muestreo), CRD 10 (observaciones de Suiza), CRD 21 (lista revisada de métodos para la fibra dietética) y CRD 24 (lista de métodos para las aguas minerales naturales).

62. En cuanto a la pureza de la materia grasa láctea presente en la mantequilla, en la grasa láctea para untar y en los productos de grasa láctea, se acordó que el principio era el “cálculo a partir de la determinación de triglicéridos mediante una cromatografía de gases” y el método se aprobó como Tipo I.

63. En lo concerniente a la sal en la mantequilla, el CCMMP había propuesto el método FIL/ISO como Tipo III y el AOAC 960.29 como Tipo IV. Se aclaró en el grupo de trabajo que inicialmente era un método conjunto AOAC/ISO/FIL, revisado posteriormente por la FIL y la ISO, y que no se habían definido unas características de precisión para el método AOAC. El Comité acordó incluirlos como un único método del Tipo III.

64. El Comité aprobó los dos métodos para la natamicina (Tipos II y III) propuestos por el CCMMP en respuesta a una pregunta realizada en 2008 por el Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras acerca del uso de estos dos métodos.

65. Dado que uno de los métodos para la grasa láctea presente en el requesón se aplica únicamente a los productos que contienen hasta un 5 % de lactosa mientras que el otro se aplica a todo el conjunto de productos, se hizo referencia al contenido de lactosa para explicar la necesidad de disponer de dos métodos de Tipo I.

66. Considerando que el método para la determinación de las cenizas (con inclusión de P_2O_5) presentes en la caseína comestible depende del tipo de producto (caseína del cuajo o caseína ácida), se añadió una nota al pie en la que se recomendaba al analista que consultase el ámbito de aplicación del método.

67. Se acordó que los métodos por cálculo se presentarían como un único método de Tipo I, indicando el principio de cada uno de los métodos empleados, y que se debería emplear una presentación similar en la norma CODEX STAN 234.

68. Se eliminaron los métodos para productos a base de queso fundido porque se proponía la revocación de las normas aplicables a dichos productos (CODEX STAN 286-1978, 287-1978 y 285-1978).

69. El Comité ratificó las modificaciones de los métodos de muestreo para la leche y los productos lácteos propuestos por el CCMMP.

70. Se hizo notar que el Comité sobre la Leche y los Productos Lácteos había finalizado su trabajo y había propuesto una suspensión *sine die* de sus actividades, mientras que los trabajos sobre los métodos de análisis y muestreo para la leche y los productos lácteos seguían en curso en la FIL y la ISO. El Comité acordó continuar revisando los métodos aplicables a la leche y los productos lácteos tras la suspensión de actividades del Comité sobre la Leche y los Productos Lácteos.

Nutrición y alimentos para regímenes especiales

Métodos para la fibra dietética

71. Tras la aprobación de las disposiciones relativas a la fibra dietética incluidas en el cuadro de condiciones para la declaración de propiedades de las Directrices para el uso de declaraciones nutricionales y saludables, el Comité sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales finalizó los métodos de análisis para la fibra dietética en su última reunión (2009).

72. El Comité señaló que el grupo de trabajo había debatido en profundidad los métodos propuestos para la determinación de la fibra dietética, pero que no había podido llegar a una conclusión sobre la pertinencia de los diversos métodos y sobre su tipo, y que había acordado que algunas delegaciones interesadas elaborasen una lista revisada para especificar los productos incluidos y los componentes de la fibra dietética determinados por los métodos propuestos.

73. La delegación de los Estados Unidos y el observador de la American Oil Chemists' Society (AOCS) informaron al Comité de que en el cuadro revisado incluido en el documento CRD 21 se habían tomado en cuenta las características de diversos métodos AOAC y AAAC.

74. El Comité indicó que la mayoría de estos métodos eran empíricos y que algunos de ellos podrían solaparse, y por ello acordó que podrían ser ratificados como Tipo IV para que estuviesen disponibles como métodos del Codex y solicitó al Comité sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales que definiese su ámbito de aplicación de manera más precisa. Se acordó considerar la aprobación ulterior de estos métodos cuando tal aclaración estuviese disponible, ya que algunos de ellos podrían ser adecuados como métodos de Tipo I.

75. El Comité realizó, asimismo, algunas modificaciones y observaciones concretas sobre la lista de métodos, como se indica a continuación. Se propuso modificar el título del primer grupo de métodos para reflejar que cuantifican la fracción de mayor peso molecular de la fibra dietética tomando como base la solubilidad y no el número de unidades monoméricas. No obstante, se mantuvo el título teniendo en cuenta la definición de fibra dietética.

76. En relación con los dos primeros métodos de la lista se acordó aclarar qué componente de la fibra dietética se determinaba en virtud de las “disposiciones”. Si bien se propuso modificar la descripción del producto para hacer referencia a los alimentos específicos analizados en estudios en colaboración, se recordó que la definición de fibra dietética era válida para todos los alimentos. Por lo tanto se mantuvo el término general “todos los alimentos”, añadiendo la descripción adicional de los productos pertinentes en algunos casos. También se recordó que, de acuerdo con la nota al pie n.º 1, los usuarios deberían consultar la descripción de cada método para las matrices alimentarias en cuestión.

77. El Comité debatió la propuesta de eliminar el método AOAC 2001.03, ya que algunas delegaciones consideraban que había sido sustituido por el AOAC 2009.01, validado más recientemente. Sin embargo, el Comité no pudo llegar a una conclusión sobre esta cuestión y acordó solicitar aclaraciones al Comité sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales acerca de la necesidad de este método.

78. El Comité estuvo de acuerdo en eliminar los métodos AAAC Intl 32 06 01 y AOAC 992.16, ya que se aplicaban al mismo analito y las mismas matrices que el AOAC 991.43 y contaban doblemente la fibra, y los métodos AAAC Intl 32 22 01 y AOAC 992.28, porque cuantificaban los mismos componentes que el AOAC 995.16, no se empleaban y ya no se disponía de paquetes de instrumentos para ellos.

Frutas y hortalizas elaboradas

79. En la 28.ª reunión del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (2007) se aprobó temporalmente el método ISO/UNIUN para la determinación del peso escurrido de los tomates de estilo triturado en la Norma para los tomates en conserva, a la espera de la confirmación de la referencia ISO correcta. En la 24.ª reunión del Comité sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas no se pudo identificar la referencia ISO correcta y se solicitó al Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras que eliminase este método y aprobase el AOAC 968.30 como un método únicamente para los tomates en conserva de estilo triturado, con la siguiente nota al pie: “Empléese un tamiz n.º 14 en lugar de un tamiz ‘7/16’ o n.º 8”.

80. El Comité acordó ratificar el método como de Tipo I y solicitó aclaraciones del Comité sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas acerca del cambio en el tamaño del tamiz, en comparación con el método AOAC original.

Productos del cacao y chocolate

81. El Comité acordó eliminar el método AOAC 934.07 para la determinación del plomo (apartado 7.4) de la Norma para el cacao en polvo, ya que en tal norma no existe ninguna disposición relativa al plomo.

82. El Comité expresó su agradecimiento al Dr. Roger Wood y al grupo de trabajo por el excelente trabajo realizado y acordó que dicho grupo fuera convocado previamente a la siguiente reunión. La situación de la aprobación de los métodos de análisis y muestreo se presenta en el Apéndice II.

ORIENTACIÓN SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN EL MUESTREO (Tema 6 del programa)⁶

83. El Comité recordó que en su última reunión había convenido en que un grupo de trabajo por medios electrónicos dirigido por el Reino Unido modificase el documento de debate a la luz de las observaciones recibidas en dicha reunión y elaborase unos principios básicos aplicables a la incertidumbre en el muestreo para que en la reunión en curso se pudiese debatir la cuestión ulteriormente y decidir cómo proceder.

⁶ CX/MAS 10/31/6, CRD 7 (directrices para la solución de controversias sobre los resultados de ensayos analíticos: cuestiones y notas explicativas), CRD 9 (observaciones de México), CRD 12 (observaciones de Hungría), CRD 15 (observaciones de la Unión Europea), CRD 25 (propuesta de apartado 8 elaborada por el Reino Unido y Nueva Zelandia) y CRD 26 (propuesta de documento de debate sobre la evaluación de la conformidad sobre la base de ensayos en productos).

Debate general

84. El Presidente del Comité propuso celebrar un debate general sobre el enfoque y los objetivos del documento y señaló que esta cuestión también se podría considerar en el contexto del asunto planteado por el Brasil en relación con las Directrices para la solución de controversias sobre los resultados (de ensayos) analíticos (CRD 7), que sería debatido en una presentación oficiosa realizada por el Brasil durante la reunión.

85. El Comité tomó nota de la postura de la delegación de la Argentina en representación de diversos países de América Latina y el Caribe presentes en la reunión acerca de que, debido a que el documento se había publicado hacía poco tiempo, los miembros no habían tenido tiempo suficiente para considerar su contenido y, por ello, propuso que este asunto se pospusiese hasta la siguiente reunión y que la incertidumbre en el muestreo se tratase como tema aparte.

86. No se realizó ninguna otra observación y, por lo tanto, el Comité estuvo de acuerdo con la propuesta del Presidente de permitir a los delegados reflexionar sobre esta cuestión en el contexto de las preocupaciones relativas a la solución de controversias señaladas por el Brasil (presentada en una reunión oficiosa) para decidir cómo proceder.

Observaciones generales sobre el documento de debate

87. El Reino Unido presentó el documento e informó al Comité de que en él se intentaban describir algunos problemas puestos de manifiesto a la luz de otras actividades internacionales en el campo de la incertidumbre en el muestreo; ilustró el problema y expuso dónde y cómo se trata el muestreo en el Codex (p. ej., en las Directrices generales sobre muestreo – CAC/GL 50-2004). Además, indicó que en el futuro podría ser necesario elaborar un documento de directrices y notas explicativas similar a las directrices sobre la incertidumbre en la medición. En el documento también se presentó una estimación de las incertidumbres en el muestreo que era probable que surgiesen en el sector alimentario. La delegación señaló que la incertidumbre en el muestreo era un elemento importante junto con la incertidumbre en la medición a la hora de aceptar o rechazar un lote. No obstante, en muchos sistemas alimentarios la incertidumbre en el muestreo era muy elevada y no sería práctico considerarla en el proceso de aplicación normativa.

88. El Comité expresó su agradecimiento al grupo de trabajo por la elaboración del documento de debate. No obstante, la delegación de Nueva Zelanda se mostró preocupada acerca del funcionamiento del grupo de trabajo y el modo de tener en cuenta las observaciones.

89. La opinión general del Comité era que el trabajo sobre la incertidumbre en el muestreo era prematuro porque los conocimientos eran insuficientes y que se necesitaban más datos sobre los productos alimentarios en los que la incertidumbre en el muestreo pudiese ser pertinente, así como que era importante abordar esta compleja cuestión sobre una base científica.

90. El Presidente centró la atención sobre las prácticas actuales de establecimiento de los límites máximos del Codex descritas en la norma CODEX STAN 193-1995. En el caso de los contaminantes de los alimentos y los residuos de plaguicidas presentes en los alimentos, los niveles máximos se basaban en la concentración media del mensurando en muestras compuestas de determinada masa mínima y determinado número de muestras primarias o incrementos de muestras, mientras que el nivel máximo de residuos de medicamentos veterinarios hacía referencia al residuo presente en una única unidad de un lote (por ejemplo, una pieza de carne extraída de un canal o un único pollo).

91. Por lo tanto, cuando la muestra se toma siguiendo las directrices pertinentes, el contenido de su mensurando debería cumplir las especificaciones y, por ello, la incertidumbre en el muestreo no se debería tener en cuenta. La distribución heterogénea del mensurando en un lote resulta en la variación del contenido de la muestra que es fuente de incertidumbre en el muestreo, y esta última debería considerarse conjuntamente con la incertidumbre en el análisis al evaluar el cumplimiento de la especificación previamente a la introducción del producto en el mercado.

92. Además, se expresaron las siguientes preocupaciones: no existía una definición clara de incertidumbre en el muestreo, en el documento no había una explicación suficiente sobre la manera en que se habían obtenido las cifras del cuadro que se pudiese emplear para evaluar tales cifras, y el enfoque podría resultar una carga para los productores, entre otros.

93. La delegación de Nueva Zelandia señaló que, en su opinión, el enfoque sugerido en el documento no consideraba el enfoque del Codex para tratar el control del riesgo de la toma de decisiones incorrectas y que le preocupaban los procedimientos descritos en la Guía EURACHEM/EUROLAB/CITAC/Nordtest. Esta delegación, respaldada por otras delegaciones, hizo notar que el problema residía en la evaluación de la conformidad y propuso elaborar principios para evaluar la conformidad que tomaran en cuenta la incertidumbre en el muestreo y en la medición.

94. El observador de EURACHEM explicó que sus directrices combinaban prácticas existentes para establecer la variación del muestreo y proporcionaban unos métodos relativamente económicos para calcular la escala del problema con el fin de que el usuario pudiese decidir cómo gestionar tal problema, y que se podrían proporcionar sus directrices para indicar la incertidumbre y emplear esta información para seleccionar los planes de muestreo adecuados de las Directrices generales sobre muestreo. El problema residía en cómo interpretar la incertidumbre en el muestreo de una manera coherente.

95. El observador explicó, asimismo, el método empleado para calcular las cifras del cuadro e indicó que se basaban en datos extraídos de la literatura científica.

96. En vista de lo anterior, el Comité acordó suspender la elaboración ulterior del documento sobre la incertidumbre en el muestreo en el que se trataba este tema como una cuestión independiente.

97. En relación con las preocupaciones expresadas por el Brasil en cuanto a la solución de controversias, se señaló que en las *Directrices para la solución de controversias sobre los resultados (de ensayos) analíticos* (CAC/GL 70-2009) se abordaba un reducido campo de posibles fuentes de controversias y que los productores necesitaban una orientación general adicional sobre cómo verificar que los productos cumplen los límites del Codex.

98. Al tomar nota de la propuesta de unas directrices generales sobre la solución de controversias distintas a las cubiertas en las directrices mencionadas anteriormente y de la propuesta anterior de unos principios para la evaluación de la conformidad, el Comité acordó crear un grupo de trabajo por medios electrónicos dirigido por el Brasil, con la asistencia de Nueva Zelandia, cuyo idioma de trabajo sería el inglés únicamente y cuyo mandato sería el siguiente:

- Elaborar un documento de debate en el que se consideren los procedimientos para realizar la evaluación de la conformidad y la solución de controversias y cuál sería la orientación adicional necesaria, teniendo en cuenta:
 - las cuestiones emergentes relativas a la evaluación de la conformidad y la solución de controversias sobre la base de los ensayos en productos;
 - todos los documentos presentados a la reunión en curso.
- Recoger información adicional sobre la incertidumbre en el muestreo según sea necesario.
- Considerar la evaluación de la conformidad en el contexto de los principios y directrices para la inspección y la certificación de alimentos elaborados por el Comité sobre Sistemas de Inspección y Certificación de Importaciones y Exportaciones de Alimentos.
- Tener en cuenta las siguientes cuestiones:
 - los principios de la evaluación de la conformidad;
 - la incertidumbre en la medida y en el muestreo;
 - el concepto de “adecuado para el objetivo”;
 - los procedimientos de producción y de control del proceso para poder cumplir las especificaciones de manera más eficaz que realizando ensayos en el producto final.
- Evaluación de la conformidad tomando como base los resultados de ensayos, el plan de muestreo y las normas sobre la toma de decisiones
 - tener en cuenta los procedimientos elaborados por este y otros comités;
 - considerar los medios para aplicar prácticamente las Directrices generales sobre muestreo;

- examinar el riesgo de adoptar decisiones perjudiciales acerca del cumplimiento y el incumplimiento;
- las consecuencias de la no conformidad;
- la naturaleza y el origen de las controversias, tomando en consideración las fuentes de controversias mencionadas en la nota al pie n.º 3 del documento CL 70.
- la solución de controversias teniendo en cuenta el documento GL 70.

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA LAS AGUAS MINERALES NATURALES (Tema 7 del programa)⁷

99. El Comité recordó que en su última reunión había acordado enviar una carta circular solicitando información sobre los métodos de análisis para las sustancias incluidas en el apartado 3.2 de la Norma para las aguas minerales naturales, tal como había solicitado la Comisión en su 31.º período de sesiones (2008) tras la aprobación de las sustancias en relación con la salud y su inclusión en dicha norma. Dado que se había propuesto un gran número de métodos, el grupo de trabajo había acordado aplicar el enfoque por criterios y evaluar los métodos propuestos en las Instrucciones de trabajo para la aplicación del enfoque por criterios en el Codex.

100. En respuesta a la pregunta de si se deberían considerar los metales pesados, se señaló que en la carta circular se solicitaba información sobre los métodos para las sustancias del apartado 3.2, especialmente los subapartados 3.2.17 a 3.2.20, pero sin limitarse a ellos, por lo que sí era posible que el Comité considerase los metales pesados, teniendo en cuenta que el Comité sobre Aguas Minerales Naturales estaba suspendido y que el Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras también podría considerar la actualización de los métodos.

101. El Comité consideró la lista de métodos elaborada por los observadores del Nordic Committee on Food Analysis (NMKL) y la ISO, presentada en el documento CRD 24, en la cual se incluían los valores numéricos para el rango mínimo aplicable, el límite de determinación (LD), el límite de cuantificación (LC), la RSD_R y la recuperación correspondiente a cada nivel máximo, así como una lista de métodos evaluados tomando estos criterios como referencia. En la primera parte de la lista figuraban las sustancias respecto de las cuales se define un nivel máximo en la Norma para las aguas minerales naturales (3.2.1 a 3.2.16).

102. Dado que el método ISO 11885:2007 para el antimonio, el arsénico, el plomo y el selenio no tiene LD, se eliminó de la lista de métodos analíticos para estas sustancias, pero se mantuvo para la determinación de otras sustancias cuando cumpliera los criterios. El observador de la European Federation of Bottled Waters (EFBW) indicó que dicho método era empleado en ese momento para el análisis de aguas minerales y que sus características eran apropiadas para la determinación de todas las sustancias de la lista. No obstante, el Comité acordó que si se aplicaba el enfoque por criterios y el LD era superior al nivel máximo, el método no se podría aceptar porque la selección estaba basada en los criterios. Sin embargo, esto no significaba que el método no se pudiera emplear en la práctica o que no fuera apropiado para su fin en los casos en que se puedan satisfacer los criterios del Codex.

103. Dado que en la Norma sobre aguas minerales naturales se menciona “borato calculado como boro”, se aclaró que en el método ISO 9390:1990 se determina el borato y en los métodos ISO 11885:2007 e ISO 17294-2:2003 se determina el boro total. Por ello se introdujo una nota aclarativa y se conservaron los tres métodos.

104. El Comité consideró la lista de métodos que se aplican a las sustancias para las que no existe un nivel máximo definido, ya que en la norma se indica que no deberán existir en “cantidades superiores al límite de cuantificación”: agentes tensioactivos, aceite mineral, plaguicidas policlorobifenilos e hidrocarburos aromáticos polinucleares. El Comité acordó que los criterios aplicados fuesen el rango aplicable, el LD, la RSD_R y la recuperación.

105. En cuanto a los agentes tensioactivos, se aclaró que el método ISO 7875-1:1996 se aplica a los agentes tensioactivos aniónicos y emplea cloroformo y que el método ISO 7875-2:1984 se aplica a los agentes

⁷ CX/MAS 10/31/7 (observaciones de Argentina, Lituania y Filipinas), CRD 1 (Informe del Grupo de trabajo sobre la aprobación de los métodos de análisis y muestreo), CRD 6 (observaciones de Kenya y Tailandia), CRD 10 (observaciones de Suiza) y CRD 24 (lista de métodos para las aguas minerales naturales).

tensioactivos no iónicos. Teniendo en cuenta que el primer método no fue probado en colaboración y que no se disponía de datos de precisión para el segundo, estos dos métodos se eliminaron, si bien se señaló que se empleaban comúnmente en el análisis de las aguas minerales naturales.

106. Se acordó que se aclarase que los métodos ISO y AOAC propuestos para los plaguicidas se aplican a los plaguicidas organoclorados y policlorobifenilos.

107. El Comité debatió la cuestión del tipo de métodos y algunas delegaciones propusieron clasificar estos métodos como del Tipo III. No obstante, se llegó al acuerdo de que, en el caso del enfoque por criterios, no se debería especificar ningún tipo porque la lista solamente indica que los métodos satisfacen los criterios.

108. Tras la solicitud de aclaración de la situación de los métodos empleados en aquel momento para las aguas minerales incluidos en la norma CODEX STAN 234, se señaló que algunos de estos métodos estaban anticuados y el Comité acordó que los métodos empleados para las sustancias en relación con la salud serían sustituidos por métodos revisados en la reunión en curso, presentados de acuerdo con el formato empleado en el documento CRD 24.

109. El Comité acordó presentar los métodos de análisis para las sustancias en relación con la salud incluidas en el apartado 2 de la Norma para las aguas minerales naturales para su aprobación por la Comisión en su 33.º período de sesiones (véase el Apéndice II).

INFORME DE LA REUNIÓN ENTRE ORGANIZACIONES SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO (Tema 8 del programa)⁸

110. El Secretario de la reunión entre organizaciones, el Dr. Richard Cantrill (American Oil Chemists' Society), presentó el informe de la 22.ª reunión de organizaciones internacionales que trabajan en el ámbito de los métodos de análisis y muestreo (RI), celebrada el 5 de marzo de 2010. Además de las cuestiones incluidas en el programa del Comité, en la reunión se trataron las actividades de las organizaciones participantes, algunas de las cuales se señalan más abajo.

111. La RI había considerado el enfoque por criterios y la manera en que las organizaciones encargadas del establecimiento de normas tratan los valores HorRat a la hora de determinar la aceptabilidad de métodos de análisis que contienen datos de precisión.

112. El Comité señaló que el taller RI/MoniQa sobre los métodos de análisis del Codex organizado antes de la reunión había tenido un gran éxito y en él había participado un gran número de delegados, quienes fueron invitados a realizar propuestas para un futuro taller que podría celebrarse en 2011.

113. Tras el debate celebrado en la última reunión del Comité sobre los métodos patentados, la RI había elaborado un primer proyecto de documento, presentado en el anexo del documento CRD 2 para fines informativos. En tal documento se señalaba que los métodos patentados no estaban claramente definidos y se indicaban algunas preocupaciones que podrían surgir a partir de su utilización: podrían impedir la elaboración ulterior de técnicas nuevas y mejoradas, distorsionar la competencia entre empresas productoras de reactivos y crear dificultades para las autoridades gubernamentales si determinados reactivos no estuvieran disponibles fácilmente para su utilización en métodos oficiales. Se recordó que el método R5 para la determinación de gluten ilustraba algunos de estos problemas, ya que los reactivos no estaban disponibles comúnmente. En el documento CRD 2 se propusieron diversos enfoques para abordar esta cuestión, incluido el uso del enfoque por criterios en el Codex.

114. La delegación de Nueva Zelanda recordó que había propuesto previamente la elaboración de un nuevo procedimiento para la evaluación de métodos, y se ofreció a contribuir a futuros debates sobre este tema.

115. El observador de la Asociación de Sociedades Celíacas Europeas recordó que, por el momento, el método R5 era el más exacto desde el punto de vista científico e indicó que, si se permitían diferentes enfoques, se crearían graves problemas sobre cómo gestionar los diferentes resultados para la misma muestra de alimentos: si mediante un método se detecta un contenido de gluten mayor de 20 mg/kg y mediante otro se detecta una cantidad inferior a 20 mg/kg, es imposible determinar si el alimento se puede etiquetar o no como "sin gluten". Además, el observador señaló que un método que subestima el contenido de gluten en los alimentos supone graves riesgos para la salud en el caso de los consumidores que sean intolerantes al gluten.

⁸ CRD 2 (Informe de la 22.ª reunión de las organizaciones internacionales que trabajan en el ámbito de los métodos de análisis y muestreo [Reunión entre organizaciones]).

116. Se indicó que la RI procedería con su consideración de los métodos patentados, se invitó a que participasen en ello no sólo los miembros de la RI y se señaló que proporcionaría información actualizada al respecto al Comité en su siguiente reunión.

117. Se informó al Comité de que la norma ISO 5725 estaba siendo modificada y que el documento futuro contendría cuatro partes que habría que revisar antes de publicarlo, y que en aquel momento se estaba trabajando en la norma ISO/TC34/SC 16 sobre métodos horizontales para el análisis de biomarcadores moleculares.

118. El Comité expresó su agradecimiento a las organizaciones internacionales participantes en la reunión interinstitucional por su contribución a su trabajo y por la organización del taller RI/MoniQa, y a la Oficina Húngara de Inocuidad Alimentaria por albergar la RI. Se hizo notar que la siguiente reunión interinstitucional se celebraría antes de la 32.^a reunión del Comité.

OTROS ASUNTOS Y TRABAJOS FUTUROS (Tema 9 del programa)⁹

119. El Comité no debatió la cuestión de la elaboración de un documento de debate sobre las Directrices para la solución de controversias sobre los resultados (de ensayos) analíticos (véase el tema 1 del programa) en este tema porque se trató de manera más apropiada en el debate sobre la incertidumbre en el muestreo (véase el tema 6 del programa).

FECHA Y LUGAR DE LA PRÓXIMA REUNIÓN (Tema 10 del programa)

120. Se informó al Comité de que se preveía celebrar su 32.^a reunión en Hungría del 7 al 11 de marzo de 2011, y que la fecha exacta y el lugar serían determinadas por el país anfitrión y la Secretaría del Codex.

⁹ CRD 7 (directrices para la solución de controversias sobre los resultados de ensayos analíticos: cuestiones planteadas por el Brasil en lo concerniente al documento Directrices para la solución de controversias sobre los resultados [de ensayos] analíticos).

RESUMEN DEL ESTADO DE LOS TRABAJOS

Asunto	Trámite	Encomendado a	Referencia en ALINORM 10/32/23
Proyecto de directrices sobre los criterios de rendimiento y la validación de los métodos de detección, identificación y cuantificación de secuencias de DNA específicas y proteínas específicas en los alimentos	5/8	Gobiernos Comisión del Codex Alimentarius en su 33.º período de sesiones	Párr. 33 Apéndice III
Aprobación de los métodos de análisis en las normas del Codex, incluidos los métodos de análisis para las aguas minerales naturales		Gobiernos Comisión del Codex Alimentarius en su 33.º período de sesiones	Párrs. 57-82 Apéndice II
Anteproyecto de directrices revisadas sobre la incertidumbre en la medición	5	Gobiernos Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras en su 32. ^a reunión	Párr. 56 Apéndice IV
Directrices que se deben considerar conjuntamente con los procedimientos para la evaluación de la conformidad y la solución de controversias, la incertidumbre en la medición y el muestreo y otras cuestiones conexas		Brasil/Nueva Zelandia/Gobiernos Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras en su 32. ^a reunión	Párr. 98

**LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES**

Chairperson: **Prof. Dr. Árpád Ambrus**
 Président: Hungarian Food Safety Office
 Presidente: Gyáli út 2-6.
 Budapest, HU-1097
 T: +36 1 439 0356
 F: +36 1 387 9400
 e-mail: arpad.ambrus@mehib.gov.hu

Vice-Chairperson: **Dr. Béla Kovács**
 Vice-Président: associate professor
 Vicepresidente: University of Debrecen, Institute of Food Science,
 Quality Assurance and Microbiology
 Böszörményi Street 138, Debrecen
 Böszörményi u.138. HU-4032 Debrecen
 T: +36305476600
 F: +3652417572
 e-mail: kovacsb@agr.unideb.hu

**MEMBER COUNTRIES
PAYS MEMBRES
PAÍSES MIEMBROS**

ALGERIA
ALGÉRIE
ARGELIA

Mrs. Hafida Moudjed
 Chef de service du Laboratoire
 Institut National de la Protection des Végétaux
 16000, Cité mer soleil BTD No 33, Hussein-Dey
 Tel.: +0773471334
 Fax: +215151231
 e-mail: moudjedphytopharmacie@hotmail.fr

ANGOLA
ANGOLA
ANGOLA

Dr. Lídia Garcia Júnior Morais
 2nd Executive Secetaire of Codex Angola
 Ministério da Agricultura, Largo Antonio Jacinto
 °ANDAR
 Tel.: +244923316678
 Fax: +2442222323724
 e-mail: lidiamorais43@hotmail.com

ARGENTINA
ARGENTINE
ARGENTINA

Mrs. Veronica Maria Torres Leedham
 DILAB-SENASA - MAGYP
 Paseo Colón 315, 4to piso-DPTO E,
 Buenos Aires
 Tel.: +541141215028
 00541141215029
 e-mail: vtorres@senasa.gov.ar

Dr. Nora Angelini
 DILAB- SENASA- MAGYP
 Av. Paseo Colon 4P-E,
 Buenos Aires
 Tel.: + 54-11-4121-5028
 Fax: +54-11-4121-5029
 e-mail: nangelin@senasa.gov.ar

Prof. Martin Alfredo Lema
 Policy Especialist
 Ministry of Agriculture, Livestock and Fisheries
 Av. Paseo Colón 922, piso 2, of. 247 C1063ACW,
 Buenos Aires
 Tel.: +54-11- 4349-2070
 Fax: +54-11- 4349-2178
 e-mail: mlema@minagri.gob.ar

AUSTRALIA
AUSTRALIE
AUSTRALIA

Mr. Richard Coghlan

National Measurement Institute, Department of
 Innovation, Industry, Science and Research
 PO Box 385, PYMBLE NSW 2073
 Tel.:+61 2 9449 0161
 Fax:+61 2 9449 1653
 e-mail:richard.coghlan@measurement.gov.au

Ms. Karina Budd

National Residue Survey, Australian Government
 Department of Agriculture, Fisheries and Forestry
 GPO Box 858, CANBERRA ACT 2601
 Tel.:+61 2 6272 5795
 Fax:+61 2 6272 4023
 e-mail:karina.budd@daff.gov.au

Dr Kerry Emslie

National Measurement Institute, Department of
 Innovation, Industry, Science and Research
 PO Box 385, PYMBLE NSW 2073
 Tel.:+ 61-2-9449-0141
 Fax:+61 2 9449 1653
 e-mail:kerry.emslie@measurement.gov.au

Mr. John Widdowson

Manager, Chemical Testing*
 National Association of Testing Authorities Australia,
 71-73 Flemington Road
 NORTH MELBOURNE VIC 3057
 Tel.:+61 3 9329 1633
 Fax:+61 3 9326 5148
john.widdowson@nata.com.au

AUSTRIA
AUTRICHE
AUSTRIA

Mr. Thomas W. Kuhn

Austrian Agency for Health and Food Safety
 Tel.:+43 50555326000
 Fax:+43 5055532630
 e-mail:thomas.kuhn@ages.at

BELGIUM
BELGIQUE
BÉLGICA

Mr. Rudi Vermeylen

Belgian Federal Agency for the Safety of the Food
 Chain
 AC-Kruidtuin-Food Safety Center, Kruidtuinlaan 55 B
 1000
 Tel.:+32-22118732
 Fax:+32-22118739
 e-mail:rudi.vermeylen@favv.be

BRAZIL
BRÉSIL
BRASIL

Mr. Hoeck Miranda

Regulation and Health Surveillance Specialist
 Brazilian National Health Surveillance Agency
 SIA Trecho 5, Área Especial 57.Bloco Dandar-CEP
 71.205-050, Brasilia
 Tel.:+55-61-3462-5471
 Fax:+55-61- 3462 - 5469
 e-mail:hoeck.miranda@anvisa.gov.br

Prof. Dr. Roberto Gonçalves Junqueira

Universidade Federal de Minas Gerais-UFGM
 Av. Antonio Carlos 6627
 31270-010 Belo Horizonte/MG
 Tel.:+5513409613
 Fax:+55124096989
 e-mail:rjunqueira@ufmg.br

Mrs. Marta Severo

Agropecuária Federal Fiscal , Ministry of Agriculture
 and Livestock and Supply
 Estrada da Ponta Grossa nº 3036, Porto Alegre
 Tel.:+555132482133
 Fax:+55 51 3286 6399
 e-mail:mpfsevero@gmail.com

Mrs. Maria de Fátima Paz

Ministry of Agriculture, Livestock and Supply
 Av. Almirante Barroso 5384, Castanheira Zip Code-
 66645-250 Belém/Pará
 Tel.:+5591 3243-3355
 Fax:+559 132 433 355
 e-mail:maria.paz@agricultura.gov.br

Prof. Dr. Shirley Abrantes

INCQS/FIOCRUZ
 Av. Brasil 4365, Manguinhos, Rio de Janeiro
 Tel.:+552138655124
 Fax:+552122900915
 e-mail:shirley.abrantes@incqs.fiocruz.br

BURKINA FASO

BURKINA FASO

BURKINA FASO

Mr. Karim Koudougou

Director of Food Control and Applied Nutrition
 National Laboratory of Public Health
 09BP 24, Ouagadougou
 Tel.:+22 678 837 299
 Fax:+226 50 37 2430
 e-mail:krmkdg@yahoo.fr

BHUTAN
BHOUTAN
BUTÁN

Mr. Jamyang Phuntsho

Chief Laboratory Officer
 Bhutan Agriculture and Food Regulatory Authority
 Ministry of Agriculture and Forest
 Thimphu, Bhutan
 Tel.: +9752333667
 Fax: +9752333668
 e-mail: jamphuntso@hotmail.com

CANADA
CANADA
CANADÁ

Mr. Stan Bacler

National Manager
 Food Chemistry Laboratory Programs,
 Canadian Food Inspection Agency
 1400 Merivale Road, Tower 1, 3rd Floor,
 Room 104
 Ottawa, Ontario
 Tel.: + (613) 773-5308
 Fax: + (613) 773-5589
 e-mail: stan.bacler@inspection.gc.ca

CHILE
CHILI
CHILE

Ms. Nuri Gras Rebolledo

Gerente Technico Laboratorio Labser Ltda.
 Camino Vecinal 950 ruta H 30
 Rancagua Chile
 Tel.: +56-9-77667111
 56-72-339237
 e-mail: nuri.gras@labser.cl

CHINA
CHINE
CHINA

Mr. Li Qiang

Engineer
 China National Institute of Standardization
 No.4 Zhi Chun Road, Hai Dian District, Beijing,
 China, 100088
 Tel.: +861058811643
 861058811643
 e-mail: liqiang@cnis.gov.cn

Prof. Yang Dajin

supervisor
 Institute of Nutrition and Food Safety, China CDC
 No 7, Panjiayuan Nanli, Chaoyang District, Beijing
 Tel.: +86-10-67779768
 86-10-67711813
 e-mail: ydj66513@sina.com

Dr. Sik-man Choi

Senior Chemist (Food Chemistry)
 43/F, Queensway Government Offices, 66 Queensway,
 Hong Kong
 Tel: + 852 2867 5022
 Fax: +852 2893 3547
 e-mail: smchoi@fehd.gov.hk

Mr. Wai-cheung Chung

Senior Chemist (Food Research Laboratory)
 382 Nam Cheong Street, Shek Kip Mei, Kowloon,
 Hong Kong
 Tel.: +852 2319 8439
 Fax: +852 2776 4335
 e-mail: swcchung@fehd.gov.hk

CUBA
CUBA
CUBA

Ms. Maria Antonia Marrero Jorcano

Engineer
 S.I.S. CUBACONTROL S.A.
 Conill N° 580 esq. Ave. 26. Nuevo Vedado. Plaza.
 C.P.10600., Ciudad de La Habana
 Tel.: +53-7-855-5720 ext. 245
 53-7-855-5730
 e-mail: mariamj@cubacontrol.com.cu

Mr. Fernandez Gil Nelson

Master in Science & Food Technology
 S.I.S. CUBACONTROL S.A.
 Ave. 19-A N° 21426. Atabey. Playa. C.P. 11600,
 Ciudad de La Habana
 Tel.: +53-7-271-1332
 53-7-855-5730
 e-mail: nelsonfg@laboratorio.cubacontrol.com.cu

Mrs. Taimi Valdes Rojas

Master in Science
 CNICA – MINAL
 Ave. Rancho Boyeros Km. 3½. Cerro. C.P. 13400,
 Ciudad de La Habana
 Tel.: +53-042-204231
 53-7-6427166
 e-mail: cnicavc@enet.cu

CZECH REPUBLIC
RÉPUBLIQUE TCHÉQUE
REPÚBLICA CHECA

Mr. Martin Kubik

Czech Agriculture and Food Inspection Authority
 Za Opravnou 300/6, Praha 5
 Tel.: +420257199550
 +420257199541
 e-mail: martin.kubik@szpi.gov.cz

Ms. Jana Dobešová

Ing. Bc
Ministry of Agriculture of the Czech Republic
Těšnov 17, 117 05, Praha 1
Tel.:+420 221 812 365
420 222 314 117
e-mail:jana.dobesova@mze.cz

Mr. Jindřich Fialka

Ministry of Agriculture of the Czech Republic
Těšnov 17, 117 05, Praha
Tel.:+420 221 812 465
420 222 314 117
e-mail:jindrich.fialka@mze.cz

EUROPEAN UNION
UNION EUROPÉENNE
UNIÓN EUROPEA

Mr. Jerome Lepeintre

Deputy Head of Unit
European Union
Rue Froissart 101 -Office 02/62, Brussels
Tel.:+3222993701
Fax:+3222998566
e-mail:Jerome.lepeintre@ec.europa.eu

Mr. Marco Mazzara

Institute for Health and Consumer Protection,
European Commission –
Joint Research Centre, Community Reference
Laboratory for GM Food and Feed,
Molecular Biology and Genomics Unit
Tel.:+39 0332 78 577
Fax:+39 0332 78 9333
e-mail:Marco.Mazzara@jrc.ec.europa.eu

Prof. Franz Ulberth

Head of Unit
European Commission – Joint Research Centre
Retieseweg 111 Geel, Belgium
Tel.:+32-14-571316
Fax:+32-571 783
e-mail:franz.ulberth@ec.europa.eu

FRANCE
FRANCE
FRANCIA

Mr. Pascal Audebert

Point de Contact du Codex alimentarius en France
Premier Ministre - Secrétariat général des Affaires
Européennes
2, Boulevard Diderot, 75572 PARIS cedex 12
Tel.:+33 1 44 87 16 03
Fax:+33 1 44 87 16 04
e-mail:pascal.audebert@sgae.gouv.fr

Mrs. Jennifer Huet

CNIEL, project manager
CNIEL
Rue de Chateaudun,753614 Paris, France
Tel.:+333(0)149707108
Fax:+33142806345
e-mail:jhuet@cniel.com

Mr. Gérard Philippe Grimm

Directeur
Service Commun des Laboratoires (Lyon)
SCL MEFE -LABORATOIRE D'OULLINS, 10
Avenue des Saules
B.P. 74 – 69922 OULLINS CEDEX
Tel.:+33.4.72.39.51.60
Fax:+33.4.72.39.51.81
e-mail:Gerard.grimm@scl.finances.gouv.fr

GERMANY
ALLEMAGNE
ALEMANIA

Dr. Gerd Fricke

Head of Department
Federal Office of Consumer Protection and Food
Safety
Mauerstraße 39-42, 10117 Berlin
Tel.:+49 (0)30 18444 10000
Fax:+49 (0)30 18444 10009
e-mail:gerd.fricke@bvl.bund.de

Dr. Carolin Stachel

Head of Unit
Federal Office of Consumer Protection and Food
Safety
Mauerstraße 39-42, 10117 Berlin
Tel.:+49 (0) 30 18412 2388
49 (0) 30 18412 2300
e-mail:carolin.stachel@bvl.bund.de

Mr. Hermann Broll

Federal Institute for Risk Assessment (BfR)
Thielallee 88-92, Berlin
Tel.:+49 30 8412 3639
e-mail:hermann.broll@bfr.bund.de

Dr. Claus Wiezorek

Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt MEL
Joseph-König Strasse 40, 48147 Münster
Tel.:+49-251-9821-237
Fax:+251-9821-7237
e-mail:claus.wiezorek@cvua.mel.de

Dr. Joachim Bollmann

advisor
Federal Ministry of Food, Agriculture and Consumer
Protection
Rochustr. 1 Bonn D-53123
Tel.:+49(0) 228 – 99529 3784
Fax:+49(0) 228 – 99529 3743
e-mail:Joachim.Bollmann@bmelv.bund.de

GHANA
GHANA
GHANA

Mrs. Marian Ayikuo Kor Komey
 Food and Drugs Board
 BOX CT 2783, Cantonment, Accra
 Tel.: +233-20-8560185 +233-272134912
 +233-21-673864
 e-mail: riankom@yahoo.com

HONDURAS
HONDURAS
HONDURAS

Dr. Henry Andrade
 Director General de Salud Regulacion Sanitaria
 Secretaria de Estado de Honduras
 B El Centro anexo I Edificio de Salud, Tegucigalpa
 MOC
 Honduras C.A.
 Tel.: +237-7659; 237-1141, +237-2726999703195
henrydandrade40@hotmail.com

HUNGARY
HONGRIE
HUNGRÍA

Szegedyné Fricz Ágnes,
 Head of Division*
 Ministry of Agriculture
 Kossuth Tér 11, 1055 Budapest
 Tel.: +36 1 3014177
 36 1 301 4808
agnes.fricz@fvm.gov.hu

Dr. Tamás János Szigeti
 Wessling Hungary Ltd
 1047 Budapest, Fóti út 56
 Fax: +36-30-3969109
 e-mail: szigeti.tamas@wessling.hu

Palotásné Gyöngyösi Ágnes
 Chief Counsellor
 Ministry of Agriculture
 Kossuth Tér 11, 1055 Budapest
 Tel.: +36 1 3014040
 36 1 301 4808
agnes.gyongyosi@fvm.gov.hu

Vörös Attila
 Abstractor
 Ministry of Agriculture
 Kossuth Tér 11, 1055 Budapest
 Tel.: +36 1 3014305
 39 1 301 4808
attila.voros@fvm.gov.hu

Ms. Éva Sugár
 Bioengineer
 Central Agricultural Office, Food & Feed Safety
 Directorate
 Mester u. 81. Budapest, 1097
 T: +36 1 456 3010
 F: +36-1-216-1574
 e-mail: sugar.eva@gmail.com

Ms. Katalin Tardos
 Hungarian Food Safety Office
 Gyáli út 2-6. Budapest, 1097
 T: +36 1 368-8815 ext.110
 F: +36 1 387 9400
 e-mail: katalin.tardos@mebih.gov.hu

INDONESIA
INDONÉSIE
INDONESIA

Dr. Amir Partowiyatmo
 National Standardization Agency of Indonesia
 Tel.: +6221 574 7043
 e-mail: amir_p@bsn.go.id

Mr. Kukuh S. Achmad
 National Standardization Agency of Indonesia
 Tel.: +62 215747043
 e-mail: kukuh@bsn.go.id

Prof. Dr. Winiati P. Rahayu
 National Agency of Drug and Food Control
 Tel.: +62 21 42887351
 e-mail: wini_a@hotmail.com

Dr. Sutanti Siti Namtini
 National Agency of Drug and Food Control
 Tel.: +62 214245075
 e-mail: namtini@yahoo.com

Ms. Shinta Hapsari
 Third Secretary Indonesian Embassy
 Tel.: +361 4133800
 Fax: +361 3228669
 e-mail: hapsarishinta@yahoo.com

IRELAND
IRLANDE
IRLANDA

Mr. Dermot Hayes
 State Chemist
 State Laboratory
 Young's Cross, Celbridge, Co. Kildare
 Tel.: +353-1-5057014
 Fax: +353-1-5057070
 e-mail: dhayes@statelab.ie

ITALY
ITALIE
ITALIA

Mr. *Ciro Impagnatiello*

Ministero Delle Politiche Agricole Alimentari e Forestali
 Via 20 Settembre 20, 00187 Roma, Italy
 Tel.: +39 06 656 046
 Fax: +39 06 4880273
 e-mail: c.impagnatiello@politicheagricole.gov.it

Mr. *Orazio Summo*

Ministero delle Politiche Agricole Alimentari e Forestali
 Via 20 Settembre 20 Roma, 00187 Italy
 Tel.: +39 06 656 047
 Fax: +39 064880273
 e-mail: o.summo@politicheagricole.gov.it

JAPAN
JAPON
JAPÓN

Dr. *Yukiko Yamada*

Deputy Director General
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
 1-2-1 Kasumigaseki Chiyoda-ku, 100-8950, Tokyo,
 Tel.: +81-3-3502-8095
 Fax: +81-3-3502-0389
 e-mail: yukiko_yamad@nm.maff.go.jp

Dr. *Takanori Ukena*

Associate Director
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
 1-2-1 Kasumigaseki Chiyoda-ku 100-8950, Tokyo,
 Tel.: +81-3-3502-5722
 Fax: +81-3-3597-0329
 e-mail: takanori_ukena@nm.maff.go.jp

Mr. *Taku Ohhara*

Deputy Director
 Ministry of Health, Labour and Welfare
 1-2-2, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo
 Tel.: +81-3-3595-2337
 Fax: +81-3-3503-7964
 e-mail: codexj@mhlw.go.jp

Ms. *Noriko Iseki*

Senior Technical Officer, International Affairs-Food Safety & Codex
 Ministry of Health, Labour and Welfare
 1-2-2, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo
 Tel.: +81-3-3595-2326
 Fax: +81-3-3503-7965
 e-mail: codexj@mhlw.go.jp

Dr. *Takahiro Watanabe*

Section Chief
 National Institute of Health and Sciences
 1-18-1, Kamiyoga, Setagaya-ku, Tokyo, 158-8501
 Tel.: +81 3 3700 1141
 Fax: +81337076950
 e-mail: tawata@nihs.go.jp

Dr. *Rieko Matsuda*

Director
 National Institute of Health and Sciences
 1-18-1, Kamiyoga, Serragayaku, Tokyo
 Tel.: +81 3 3700 2158
 Fax: +81337009348
 e-mail: matsuda@nih.go.jp

Mr *Toshiaki Sugimoto*

Technical Advisor
 Japan Food Hygiene Association
 52-1, Motoyoyogi-cho, Shibuya-ku, Tokyo 151-0062,
 Tokyo
 Tel.: +81-3-3469-7131
 Fax: +81-3-3469-7266
 e-mail: sugimototo@jfrl.or.jp

Mr. *Makoto Inoue*

Technical Advisor
 Japan Food Hygiene Association
 Tokyo, 2-6-1 Junguuma, Shibuyaku, Tokyo
 Tel.: +81-3-34032111
 Fax: +81-3-3478 0059
 e-mail: m_inoue@jffic.or.jp

Dr. *Keigo Saeki*

Technical Advisor
 Departement of Community Health and Epidemiology,
 Nara Medical University School of Medicine
 840 Shijo-cho, Kashihara, Nara
 Tel.: +81 744 29 8841
 Fax: +81 744 29 0673
 e-mail: ksaeki@ares.eonet.ne.jp

KENYA

KENYA

KENIA

Mr. *Robert Koigi*

Analytical Chemist
 Kenya Plant Health Inspectorate Service
 P.O BOX 49592- 00100 NAIROBI
 Tel.: +722427112
 e-mail: rkoigi@kephis.org

Mrs. *Felista Kerubo Nyakoe*

Manager, Testing Services, Food and Agriculture Laboratory
 Kenya Bureau of Standards
 P.O BOX 54974-00200 NAIROBI
 Tel.: +2540206948446
 Fax: +254-020604031
 e-mail: kerubof@kebs.org

KOREA, REPUBLIC OF
CORÉE, REPUBLIQUE DE
COREA, REPÚBLICA DE

Dr. Jaeho Ha

doctor
 Korea Food Research Institute
 516 Baekhyeon, Bundang, Seongnam
 Tel.: +82 31 780 9127
 Fax: +82 31 780 9280
 e-mail: jhkfri@kfri.re.kr

Ms. Jung-Eun Lee

Senior Researcher
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku, Seoul
 Tel.: +82-2-380-1699, 1706
 Fax: +82-2-382-4892
 e-mail: jelee09@korea.kr

Ms. Hye-Jeong Kim

Scientific Officer*
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku Seoul
 Tel.: +82-2-380-1699, 1706
 Fax: 82-2-382-4892
 e-mail: flowdeer@korea.kr

Dr. Dong-Sul Kim

Chief of Food Contaminants Division*
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku Seoul
 Tel.: 82-2-380-1669
 Fax: 82-2-357-4735
 e-mail: dongsul@korea.kr

Mrs. Hyun-Seon Kim

Administrative Deputy Director
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku Seoul
 Tel.: +82-2-380-1538, 1539
 Fax: 82-2-352-9443
 e-mail: canda3000@korea.kr

Mr. Byeung-Kon Shin

Research Scientist
 Gyeongbuk, NAQS, MIFAFF
 892-1, Dongchung-dong, Buk-gu, Daegu
 Tel.: +82-53-320-5391
 Fax: 82-53-327-0588
 e-mail: sbkon1@naqs.go.kr

Mrs Kyeong-Ae Son

Research Scientist
 Rural Development Administration
 National Academy of Agricultural Science, 249
 Seodun-dong, Gwonseon-gu; Suwon
 Tel.: +82-31-290-0516
 Fax: 82-31-290-0506
 e-mail: sky199@korea.kr

Mrs. Hyun-jeong Cho

Research Scientist
 Experiment & Research institute, NAQS, MIFAFF
 560, 3-ga, Dangsang-dong, Yeongdeungpo-gu, Seoul
 82-2-2165-6115
 Fax: 82-2-2165-6006
 e-mail: jung@naqs.go.kr
 e-mail: soomuk@korea.kr

Dr. Meekyung Kim

Senior Research Scientist
 National Veterinary Research and Quarantine Service
 335 Joongangro, Anyang
 Tel.: +82-31-467-1982
 Fax: 82-31-467-1897
 e-mail: kimmk@nvrqs.go.kr

Ms. Hyunjung Park

Scientific Officer
 National Veterinary Research and Quarantine Service
 335 Joongangro, Anyang
 Tel.: +82-31-467-1996
 Fax: 82-31-467-1989
 e-mail: parkhj@nvrqs.go.kr

LYBIA

LIBYE

LIBIA

Dr. Samira Yahia

Veterinarian-Atomic absorption spectrometer lab
 Animal health department - International Organization
 8352-Tripoli
 Tel.: +925588572
 Fax: +9255831027
 e-mail: shiry_libya@yahoo.com

MOROCCO

MAROC

MARRUECOS

Mrs. Nadia Maata

Chef du Service
 Laboratoire officiel d'Analyses et de Recherches
 Chimiques de Casablanca;
 Tel.: +00212 2664770969
 e-mail: maata.loac@yahoo.fr

Dr. Taoufiq Bouzid

Directeur du Laboratoire
 Régional d'Analyse et de Recherche
 ONSSA
 Agadir, Maroc
 Tel.: +00212661743647
 e-mail: tbouzid05v@hotmail.com

Mr. Rahlaoui Mounir

Responsable de laboratoire à l'Etablissement
 Autonome de Contrôle et de Coordination des
 exportations
 Tel.: +00212618532323
 e-mail: rahlaoui@eacce.org.ma, mrahlaou@yahoo.fr

THE NETHERLANDS**PAYS-BAS****PAÍSES-BAJOS*****Dr. Saskia van Ruth***

RIKILT, Wageningen UR
 P.O. Box 230, Wageningen
 Tel.:+31-317-480250
 Fax:+31-317-417717
 e-mail:saskia.vanruth@wur.nl

Dr. Henk van der Schee

Senior Surveyance Officer
 Food and Consumer Product Safety Authority
 Hoogte Kadijk 401, 1018BK Amsterdam
 Tel.:+31 205 344 702
 Fax:+31 205 344 700
 e-mail:henk.van.der.schee@vwa.nl

NEW ZEALAND**NOUVELLE ZÉLANDE****NUEVA ZELANDA*****Mr. Phillip Fawcett***

Senior Programme Manager (International Standards)
 NZ Food Safety Authority
 Jervois Quay, Wellington
 Tel.:+64-894-2656
 Fax:+64-894-2675
 e-mail:phil.fawcett@nzfsa.govt.nz

Mr. Roger Kissling

Statistician
 Fonterra Co-operative Group
 Cambridge, New Zealand,
 Tel.:+6478233706
 Fax:+6478279699
 e-mail:roger.kissling@fonterra.com

Dr. Paul Dansted

Principal Advisor (chemicals)
 NZ Food Safety Authority
 P.O. Boks 2835, Wellington
 Tel.:+6478942536
 Fax:+6478942530
 e-mail:paul.dansted@nzfsa.govt.nz

NIGERIA**NIGERIA****NIGERIA*****Mrs. Stella Agegbu Denloye***

Director Laboratory Services
 National Agency for Food, Drugs Administration and
 Control
 3-4 Apapa - Oshodi Express Way, Oshodi, Lagos.
 Tel.:+234-8023118986
 e-mail:denloye.s@nafdac.gov.ng

Mrs. Abiodun Adeola Falana

Deputy Director
 National Agency for Food and Drug Administration
 and Control (NAFDAC)
 3 - 4 Oshodi/Apapa Expressway, Oshodi, Lagos
 Tel.:+234-8023029727
 e-mail:falana_abiodun@yahoo.com

Mrs. Yeside Egunola Mary Akinlabi

Chief Standards Officer
 Standards Organisation of Nigeria
 Plot 1687, Lome Street, Wuse Zone 7, Abuja
 Tel.:+234-8033139563
 e-mail:yeside_makinlabi@yahoo.co.uk

NORWAY**NORVÈGE****NORUEGA*****Mrs. Marianne T. Werner***

Research scientist
 National Veterinary Institute
 P.O.Box 750 Sentrum, Oslo
 Tel.:+47 23 21 62 21
 Fax:+47 23 21 62 01
 e-mail:Marianne.werner@vetinst.no

Mrs. Astrid Nordbotten

Senior Adviser
 Norwegian Food Safety Authority, Head Office
 P.O. Box 5333 Majorstua, N-0304, Oslo
 Tel.:+4 723 216 698
 Fax:+4 723 217 001
 e-mail:Astrid.Nordbotten@Mattilsynet.no

PANAMA**PANAMÁ****PANAMÁ*****Ms. Leticia G. de Núñez***

Química con Maestría en Ciencias de Alimentos
 e-mail:letician@ancon.up.ac.pa;
li_nunez@hotmail.com

PHILIPPINES**PHILIPPINES****FILIPINAS*****Dr. Amelia Tejada***

Director
 Food Development Center- National Food Authority
 FTI cor. DBP Avenue, FTI Complex ,Taguig City
 Tel.:+63-2- 8384715
 Fax:+63-2-838-4692
 e-mail:awtejada@yahoo.com

Ms. Luz Padilla

Supervising Research Specialist
Food Development Center (FDC), National Food
Authority (NFA)
FTI cor. DBP Avenue, FTI Complex, Taguig City
Tel.:(+632) 838-4478
Fax:+(+632) 838-4692
e-mail:luzpadilla1@yahoo.com

Ms. Karen Kristine Roscom

Chief Science Research Specialist
Bureau of Agriculture and Fisheries Product Standards
(BAFPS),
Department of Agriculture (DA)
Bureau of Plant Industry (BPI) Compound, Visayas,
Quezon City, Philippines
Tel.:(+632)456-6552
Fax:(+632)456-6552
e-mail:bafpsda@yahoo.com.ph

POLAND**POLOGNE****POLONIA****Mrs. Krystyna Starska**

National Institute of Public Health – National Institute
of Hygiene
Chocimska 24, City: 00-791 Warsaw
Tel.:+48 22 5421362
Fax:+47 22 5421225
e-mail:kstarska@pzh.gov.pl

Mrs. Magdalena Swiderska

Agricultural and Food Quality Inspection
Wspolna 30 st, 00-930 Warsaw
Tel.:+48226232900
Fax:+48226232999
e-mail:kodeks@ijhars.gov.pl

SAUDI ARABIA**ARABIE SAOUDITE****ARABIA SAUDITA****Dr. Mustafa Gassem**

Director of Laboratories
Saudi Food and Drug Authority
3292 Northern Ring Rd. Annafal District 13312-6288,
Riyadh
Tel.:+96612759222 ext.3111
Fax:+96612757238
e-mail:mgassem@sFDA.gov.sa

Dr. Mohammed Al-Ghonaim

Bottled water plants head inspector
Saudi Food and Drug Authority
3293 Northern Ring Rd.
Annafal District 13312-6288, Riyadh
Tel.:+96612759222 ext.3191
Fax:+96612757238
e-mail:mighonaim@sFDA.gov.sa

Mr. Mushary Al-Dakheel

Director General of Nutrition
Ministry of Health, Saudi Arabia
Tel.:+966505417994
Fax:+96614645536
e-mail:mushary100@hotmail.com

Prof. Mohammed Zaid Al Julaiji

Director vet. laboratory ad
Ministry of Agriculture
P.O.Box 31623 11418, Riyadh
Tel.:+96614044555;966505418012
Fax:+9666614044265
e-mail:mzaljulaifi@yahoo.com

SLOVAK REPUBLIC**REPUBLIQUE DE SLOVAQUIE****REPUBLICA DE ESLOVAQUIA****Mrs. Iveta Vojsová**

Dipl.ing.Head of Department of Chemistry and
Toxicology
State Veterinary and Food Institute Bratislava
Botanicka 15, Bratislava SK-842-52
Tel.:+421 2 602580322
Fax:+421 2 654 23 525

SPAIN**ESPAGNE****ESPAÑA****Dr. José Ramon García Hierro**

Coordinador de Área,Subdirección Gral. de
Laboratorios Agroalimentarios, Ministerio de Medio
Ambiente, Medio Rural y Marino
Carretera de la Coruña km 10,700, Calle/ Casiopea s/n
28024
Tel.:+34-91.3.47.49.66
Fax:+34-91.3.47.49.68
e-mail:joseramon.garcia@mapya.es

Ms. Teresa M. Legarda

Head of Section
Spanish Food Safety and Nutrition Agency
Centro Nacional De Alimentación, 28220 –
Majadahonda (Madrid)
Tel.:+34.918223107
Fax:+34.915097913
e-mail:tlegarda@msps.es

Dr. Pedro A. Burdaspal

Head Of Chemical Area
 Spanish Food Safety And Nutrition Agency
 Centro Nacional De Alimentación, 28220 –
 Majadahonda (Madrid)
 Tel.:+34.918223010
 Fax:+34.915097913
 e-mail:pburdaspal@msps.es

Mrs. Pilar Velazquez Gaztelu

Administrator
 Council of the European Union (EU)
 Rue de la Loi 175, Brussels, 1048
 Tel:+3222816628
 Fax:+3222817928
 e-mail:pilar.velazquez@consilium.europa.eu

Ms. Katinka van der Jagt

Administrator
 Council of the European Union (EU)
 Rue de la Loi 175, Brussels, 1049
 Tel:+3222819961
 Fax:+3222816198
katinka.vanderjagt@consilium.europa.eu

SRI LANKA**SRI LANKA****SRI LANKA*****Mr. Tiburtious Rufus Nihal Mapitigama Lianarachchi***

Government analyst
 Departement of Government Analyst
 Independence Square, Colombo 07
 Tel.:+940 112 699 846
 Fax:+940112692309
 e-mail:govtanal@sltnet.lk

SWEDEN**SUÈDE****SUECIA*****Dr. Ulla Edberg***

Head of Chemistry Division 2 , Research &
 Development Department
 National Food Administration
 Box 622 , SE-751 26 Uppsala, Sweden
 Tel.:+4618175660
 e-mail:Ulla.Edberg@slv.se

Mr. Lars Jorhem

Senior Chemist, Chemsitry Division 2, Research &
 Development Department
 National Food Administration
 Box 622 , SE-751 26 Uppsala, Sweden
 Tel:+4618175500
 e-mail:lars.jorhem@slv.se

SWITZERLAND**SUISSE****SUIZA*****Mr. Gérard Gremaud***

Division sécurité d'alimentaire
 Office fédéral de la santé publique
 CH-3003 Bern
 Tel:+31-3229556
 Fax:+41 31 322 9574
 e-mail:gerard.gremaud@bag.admin.ch

Dr. Erik Konings

Nestlé Research Center, Method Management Group -
 Quality Safety Departement
 P.O.Box 44,CH-1000 Lausanne 26
 Tel:+41-21-785 8232
 Fax:+41-21-786 8553
 e-mail:erik.konings@rlds.nestle.com

SYRIA**SYRIE****SIRIA*****Mr. Nedal Adra***

Vice Head of Alimentary Department
 Syrian Arab Organization for Standadization and
 Metrology (SASMO), Damascus, Syria
 Tel:+00963114527157 / 57
 Fax:+0963114528214
 e-mail:nedal1966@maktoob.com

TANZANIA**TANZANIE****TANZANIA*****Mrs. Agnes Mneney***

Principal Quality Assurance Officer
 Tanzani Bureau of Standards
 PO Box 9524? Dar-es-salaam
 Tel.:+255 22 2450206, 255 754 562850
 Fax:+255 22 2450959
 e-mail:anjaumnene@gmail.com;
agymnene@yahoo.co.uk;info@tbstz.org

Mrs. Perpetua Mary Hingi

Tanzania Embassy in Rome, Italy, 00135 Rome
 Tel.:+300633485820
 Fax:+300633485828
 e-mail:mhingi@yahoo.co.uk

THAILAND**THAÏLANDE****TAILANDIA*****Dr. Wimolporn Thitisak***

Director, Bureau of Quality Control of Livestock
 Products
 91 Tiwanon Rd., Mu 4, Bangkadi, A. Muang
 Pathumthani, Thailand 12000
 Tel: +662-967-9741
 Fax: +662-967-9755
 e-mail: wimolporn2000@yahoo.com

Ms. Chitrlada Booncharoen

Standards Officer
 Ministry of Agriculture and Cooperatives
 50 Pharolythin rd. Chatuchalk, Bangkok 109000
 Tel.: +662 561 2277
 Fax: +662 561 3357 - +662 561 3373
 e-mail: chitrlada@acfs.go.th, chitr@hotmail.com

Ms. Chanchai Jaengsawang

Department of Medical Sciences
 Tiwanon Road, Huang Nonthaburi 11000
 e-mail: chan48@ymail.com

Ms. Jariya Pucharoen

Food Technologist
 Department of Fisheries, Ministry of Agriculture and Cooperatives
 Tel.: +66-34-457423
 Fax: +66-34-857192
 e-mail: jpucharoen1@yahoo.com

Ms. Tipawan Ningnoi

Department of Medical Sciences, Ministry of Public Health
 Tiwanon Rd. Huang Nonthaburi 11000
 Tel.: +66-2-9510000 ext.99630
 Fax: +66-2-9511021

TURKEY**TUROQUIE****TURQUÍA****Dr. Berrin Oymael**

Ankara Provincial Control Laboratory
 Şehit Cem Ersever Cad. No:12 Yenimahalle, Ankara
 Tel.: +00 90 312 315 14 24
 Fax: +00 90 312 315 79 34
 e-mail: boymael@yahoo.com

UNITED KINGDOM**ROYAUME-UNI****REINO UNIDO****Dr. Roger Wood**

Food Standards Agency
 Food Standard Agency, c/o Lincolne, Sutton and Wood, 70-80 Oak Street, Norwich NR3 3AQ
 Tel.: +441 603 506539
 e-mail: roger.wood@foodstandard.gsi.gov.uk

Dr. Andrew Damant

Food Standards Agency
 Aviation House, 125 Kingsway, London WC2B 6NH
 Tel.: +45 (0) 207-276-8757
 Fax: +45 (0) 207-276-8910
 e-mail: andrew.damant@foodstandard.gsi.gov.uk

Mr. Duncan Arthur

Eurofins Laboratories Ltd.
 28-32 Brunel Road Acton, London W3 7XR
 Tel.: +442 082 226 073
 Fax: +442 082 226 080
 e-mail: duncanarthur@eurofins.co.uk

Mrs. Chelvi Leonard

Food Standards Agency
 Aviation House, 125 Kingsway, London WC2B 6NH
 Tel.: +45 (0) 207-276-8969
 Fax: +45 (0) 207-276-8910
 e-mail: chelvi.leonard@foodstandard.gsi.gov.uk

UNITED STATES of AMERICA**ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE****ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA****Dr. Gregory W. Diachenko**

Director, Division of Analytical Chemistry, Center for Food Safety and Applied Nutrition
 5100 Paint Branch Parkway, (HFS-245), College Park, Maryland 20740
 Tel.: +301-436-1898
 Fax: +301-436-2634
 e-mail: gregory.diachenko@fda.hhs.gov

Dr. Kirsten R. Jaglo

Senior Agricultural Biotechnology Advisor
 USDA / Foreign Agricultural Service, Office of Scientific and Technical Affairs
 Tel.: +202-720-0532
 Fax: +202- 690-3316
 e-mail: Kirsten.Jaglo@fas.usda.gov

Dr. Donald Kendall

Chief, Biotechnology Branch, Grain Inspection, Packers and Stockyards Administration, U.S. Department of Agriculture
 U.S. Department of Agriculture
 10383 North Ambassador Drive, Kansas City, Missouri 64153
 Tel.: +816-891-0463
 Fax: +816-891-0478
 e-mail: donald.c.kendall@usda.gov

Mr. Jack A. Bobo

Senior Advisor for Biotechnology
 Office of Multilateral Trade and Agriculture Affairs, U.S. Department of State
 Tel.: +202-647-1647
 Fax: +202 647-1894
BoboJA@state.gov

Dr. Michael Sussman

Director
 Field Laboratory Services, Agriculture Marketing Service, U.S. Department of Agriculture
 801 Summit Crossing Place, Suite B, Gastonia, NC 28054
 Tel.: +704-867-3873
 Fax: +704-853-2800
 e-mail: michael.sussman@usda.gov

Dr. Gregory Noonan

Research Chemist
 Division of Analytical Chemistry, Center for Food
 Safety and Applied Nutrition, FDA
 Tel.:+301-436-2250
 Fax:+301-436-2634
 e-mail:gregory.noonan@fda.hhs.gov

Mr. Larry Freese

Mathematical Statistician
 Grain Inspection, Packers and Stockyards
 Administration,
 10383 N. Ambassador Drive, Kansas City, MO 64153
 Tel.:+816-891-0453
 Fax:+816-891-8070
 e-mail:Larry.d.freese@usda.gov

Dr. Anna Shanklin

International Policy Manager, International Affairs
 Staff
 Center for Food Safety and Applied Nutrition, Food
 and Drug Administration
 5100 Paint Branch Parkway, (HFS-550)
 College Park, Maryland 20740
 Tel.:+301-436-1242
 Fax:+301-436- 2618
 e-mail:Anna.Shanklin@fda.hhs.gov

Ms. Barbara McNiff

Senior International Issues Analyst
 U.S. Codex Office
 1400 Independence Avenue, Room 4816
 Washington, D.C. 20250
 Tel.:+ (202) 690-4719
 Fax:+(202) 720-3157
 e-mail:Barbara.McNiff@fsis.usda.gov

ZAMBIA**ZAMBIE****ZAMBIA****Mrs. Hilary Moono Siamuzyulu Chibiya**

Senior laboratory technician - microbiology
 Ministry of Health
 Food and Drugs control laboratory, P.O.Box 30138
 Lusaka
 Tel.:+260-977-639848
 Fax:260211252875
 e-mail:hilchibiya@yahoo.com

ZIMBABWE**ZIMBABWE****ZIMBABUE****Mr. Munyaradzi Livingstone Musiyambiri**

Director - government analyst
 Ministry of health/gvt analyst lab
 P.o. box cy 231 causewy, harare
 Tel:+263 4 792026/7 or +263 11 874 588
 e-mail:mlmusiyambiri@yahoo.com

INTERNATIONAL ORGANISATIONS
ORGANISATIONS INTERNATIONALES
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

AOCS**Markus Lipp, Ph.D.**

Director Food Standards
 US Pharmacopeia
 12601 Twinbrook Pkwy, 12601 Twinbrook Pkwy
 Rockville, MD 20852 USA
 Tel.:+13 012 306 366
 e-mail:mxl@usp.org

Dr. Richard Cantrill

AOCS Technical Director
 AOCS, American Oil Chemists' Society
 2710 S Boulder Drive, Urbana IL 61802-6996,
 Tel.:+1 217 693 4830, +1 217 359 2344
 Fax:+12 173 518 091
 e-mail:Richard.Cantrill@aocs.org

Dr. Raymond Shillito

Manager, External Laboratory Services, Americas
 Bayer CropScience LP
 3500 Paramount Parkway, Morrisville, NC 27560,
 USA
 Tel.:+1 217 693 4830, +1 217 359 2344
 Fax: +1 919-549-3907
 e-mail:ray.shillito@bayercropscience.com

AOECS (Association of European Coeliac Societies)**Ms. Hertha Deutsch**

Codex and Labelling Affairs
 AOECS
 Anton-Baumgartner Strasse 44/C5/2302
 A-1230 Vienna, Austria
 Tel//Fax:+43-1-6671887
 e-mail: hertha.deutsch@utanet.at

BIOTECHNOLOGY INDUSTRY ORGANIZATION**Dr. Michael Phillips**

Biotechnology Industry Organization
 1201 Maryland Avenue, S.W. Suite 900
 Washington, D.C. 20024
 Tel.:+1-703-321-9333;703-642-6538
 Fax:+ (202) 488-6303
 e-mail:mj.phill@yahoo.com

BIPM***Dr. Ralf Josephs***

Scientific Official
Bureau International de Poids et Mesures
BIPM
Pavillon de Breteuil
92312 Sevres, France
Tel.: +33 14507 7055
Fax: +33 1 4534 2021
e-mail: ralf.josephs@bipm.org

CROPLIFE INTERNATIONAL***Ms. Lucyna Kurtyka***

Monsanto Company,
1300 I Street, NW, Suite, Washington, D.C. 20005
T: +1-202-383-2861
e-mail: lucyna.k.kurtyka@monsanto.com

AOAC Int'l***Dr. Bert Popping***

Director Molecular Biology & Immunology
Eurofins
Tel.: +44 776 816-6673
Fax: +44 870 168-8047

EURACHEM***Dr. Stephen Ellison***

Eurachem, LGC Limited
Queens Rd Teddington, TW11 0LY, UK
442 089 437 325
e-mail: s.ellison@lgc.co.uk
e-mail: bertpopping@eurofins.com

**EUROPEAN FEDERATION OF BOTTLED
WATERS (EFBW)*****Mr. Jean-Luc Guinamant***

Nestlé Waters Quality Assurance Center Manager
Nestlé Waters
31 Rue de l'Association, 1000 Brussels, Belgium
Tel.: +32 210 20 32
Fax: +32 2 210 20 35
e-mail: jean-luc.guinamant@waters.nestle.com

Mrs. Patricia Fosselard

Secretary General
EFBW/GISENEC
32 Rue de l'Association, 1000 Brussels, Belgium
Tel.: +32 2 210 20 32
Fax: +33 2 210 20 35
e-mail: p.fosselard@efbw.org

ICC***Dr. Anne R. Bridges***

Approved Methods Technical Committee Chair
AACC International
Suite 272, 45 Glenferrie Road
Malvern, VIC 3144
AUSTRALIA
Tel.: +61 0 410 832 878
e-mail: annebridges001@earthlink.net

ISO***Ms. Sandrine Espeillac***

Secretary of ISO/TC 34
Association Francaise de Normalisation (AFNOR)
FR-93571 Saint Denis la Plaine Cedex
Tel.: +33 1 41 62 86 02
Fax: +33 1 49179000
e-mail: sandrine.espeillac@afnor.org

ICBA***Mr. Josep Molas Pages***

EUG Water Technical Manager
Coca-Cola Iberian BU
C/ Ribera del Loira, 20 - 22, E-28042 Madrid
Tel.: +34 91 396 96 35
e-mail: jmolaspages@eur.ko.com

ICC***Dr. Roland Poms***

International Association for Cereal Science and
Technology
Marxergasse 2, A-1030 Vienna, Austria
Tel.: +43 1 707 7202 0, 43 1 707 7204 0
e-mail: roland.poms@icc.or.at

ICGMA***Mrs. Shannon Cole***

Director of Science Operations
Grocery Manufacturers Associations (ICGMA)
1350 I Street NW Suite 300, Washington, DC 20005
Tel.: +(202) 639-5979
Fax: +(202) 639-5991
e-mail: scole@gmaonline.org

IDF***Dr. Jaap Evers***

Senior Regulatory Strategist
FIL-IDF New Zealand c/o Fonterra Co-operative
Group
Private Bag 11 029, Palmerston North
Tel.: +64 6 350 46 13
64 6 350 4676
e-mail: jaap.evers@fonterra.com

Ms. Aurélie Dubois

International Dairy Federation
Standards Officer, Diamant Building, Boulevard
Auguste Reyers, 80, 1030 Brussels, Belgium
Tel.: +32 2 706 86 45
Fax: +32 2 733 04 13
e-mail: ADubois@fil-idf.org

IICA**Mrs. Xinia Quiros**

Specialist in Biotechnology and Biosafety
Inter-Amarecan Institute for Cooperation on
Agriculture (IICA)
55-2000 Coronado Vazquez de Coronado 11101-C.R.,
Coronado, Costa Rica
Tel.: +506-221-60395
506-22160222
e-mail: xinia.quiros@iica.int

NMKL, AOAC International**Dr. Hilde Skaar Norli**

Nordic Committee on Food Analysis, Association of ;
Analytical Communities; National Veterinary Institute
PO Box 8156, 0033 Oslo, Norway
Tel.: +4 746 888 807
e-mail: nmkl@vetinst.no

FAO-REU**Dr. Eleonora Dupouy**

Food Safety and Consumer Protection Officer for
Europe and Central Asia
Food and Agricultural Organization, Regional Office
(FAO-REU)
Benzur utca 34, Budapest, Hungary
Tel.: 36-30-4732327
Fax: +361-351-7029
e-mail: Eleonora.Dupouy@fao.org

JOINT FAO/WHO SECRETARIAT**Dr. Selma H. Doyran**

Chief, Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organisation of the UN
Viale Delle Terme di Caracalla ,
00153 Rome, Italy
Tel.: +38 06 570 55826
Fax: +39 06 570 54593
e-mail: selma.doyran@fao.org

Dr. Verna Carolissen MacKay

Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organisation of the UN
Viale Delle Terme di Caracalla
00153 Rome, Italy
Tel.: +39 065 7055 629
Fax: +39 065 7054 593
e-mail: Verna.Carolissen@fao.org

ALINORM 10/33/23**APÉNDICE II****SITUACIÓN DE LA RATIFICACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS**

- A. Comité del Codex sobre Pescado y Productos Pesqueros
- B. Comité del Codex sobre la Leche y los Productos Lácteos
- C. Comité del Codex sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales
- D. Aguas Minerales Naturales
- E. Comité del Codex sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas

A. COMITÉ DEL CODEX SOBRE PESCADO Y PRODUCTOS PESQUEROS¹

Proyecto de Norma para el caviar de esturión

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	TIPO
Caviar de esturión	Contenido de sal	Como en CODEX STAN 167-1989 (véase más adelante) ²	Valorimetría	I

1. Principio

Se extrae la sal mediante el agua de la muestra pesada previamente. Tras precipitar las proteínas, se determina la concentración de cloruro por titulación de una alícuota de solución con otra solución normalizada de nitrato de plata (método de Mohr) y se calcula como cloruro de sodio.

2. Equipo y sustancias químicas

- Cepillo
- Cuchillo o sierra afilados
- Balanza con una precisión de + 0,01 g
- Matraces aforados calibrados, 250 ml
- Matraces de Erlenmeyer
- Homogeneizador eléctrico
- Agitador magnético
- Filtro de papel plegado de absorción rápida
- Pipetas
- Embudo
- Bureta
- Ferrato de hexaciano potásico (II), $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$, 15 % de p/v (aq)
- Sulfato de cinc, $ZnSO_4 \cdot 6H_2O$, 30 % de a/v (aq)
- Hidróxido de sodio, NaOH, 0,1 N, 0,41 % de p/v (aq)
- Nitrato de plata, $AgNO_3$, 0,1 N, 1,6987 % p/v (aq), normalizado
- Cromato de potasio, K_2CrO_4 5 % p/v (aq)
- Fenolftaleína, 1 % en etanol
- Agua destilada o desmineralizada

3. Procedimiento

- i) En un matraz aforado de 250 ml se pesan 5 g de submuestra homogeneizada que se mezcla luego con 100 ml de agua, agitando enérgicamente el matraz.
- ii) Se añaden 5 ml de solución de ferrato de hexaciano potásico y 5 ml de solución de sulfato de cinc, y se agita el matraz.

¹ ALINORM 10/33/18, Apéndice V.

² En consonancia con esta decisión, el método se clasificará nuevamente como del Tipo I en CODEX STAN 167-1989.

- iii) Se añade agua hasta alcanzar la línea de graduación más cercana.
- iv) Después de agitar nuevamente el matraz, dejándolo luego reposar para que se produzca la precipitación, se pasa el contenido por un filtro de papel plegado.
- v) Se transfiere una alícuota del filtrado transparente a un matraz Erlenmeyer, añadiendo dos gotas de fenolftaleína. Se añade gota a gota hidróxido de sodio hasta que la alícuota tome un color rojo pálido, y se diluye luego la alícuota con agua hasta 100 ml, aproximadamente.
- vi) Tras añadir 1 ml aproximadamente de solución de cromato de potasio, se titula la alícuota diluida con una solución de nitrato de plata agitando el matraz de manera constante. El punto final está indicado por un cambio de color tenue pero evidente. Este color pardo rojizo pálido deberá persistir tras agitar enérgicamente el matraz.
- Para reconocer el cambio de color, es oportuno que la titulación se realice sobre un fondo blanco.
- vii) Deberá realizarse una titulación patrón de los reactivos utilizados.
- viii) El punto final puede determinarse también empleando instrumentos como el potenciómetro o el colorímetro.

4. Cálculo de los resultados

En la ecuación del cálculo de los resultados se utilizan los siguientes símbolos:

A = volumen de la alícuota (ml)

C = concentración de la solución de nitrato de plata en forma de N

V = volumen de la solución de nitrato de plata (en ml) utilizada para alcanzar el punto final y corregida para tener en cuenta el valor patrón.

P = peso de la muestra (g)

El contenido de sal de la muestra se calcula aplicando la siguiente ecuación:

$$\text{Concentración de sal (\%)} = (V \times C \times 58,45 \times 250 \times 100) / (A \times P \times 1000)$$

Los resultados se expresarán con una precisión de una cifra decimal.

Enmienda consecuente al estado de ratificación

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Tipo
Pescado salado y pescado seco salado de la familia <i>Gadidae</i>	Contenido de sal	Descrito en la Norma	Valorimetría	I

B. COMITÉ SOBRE LA LECHE Y LOS PRODUCTOS LÁCTEOS³**MÉTODOS DE ANÁLISIS**

Productos	Disposiciones	Método	Principio	Tipo
Productos lácteos	Hierro	NMKL 139 (1991) (método general del Codex) / AOAC 999.11	Espectrofotometría por absorción atómica	II
Productos lácteos	Hierro	NMKL 161 (1998) / AOAC 999.10	Espectrofotometría por absorción atómica	III
Productos lácteos	Hierro	AOAC 984.27	Espectrofotometría de emisión óptica por plasma acoplado inductivamente	III
Productos lácteos	Hierro	FIL 103A:1986/ ISO 6732:1985	Fotometría (batofenantrolina)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) evaporada y grasa vegetal	Contenido total de grasa	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) evaporada y grasa vegetal	ESNG ⁴	FIL 21B:1987/ ISO 6731:1989 e ISO 1737 FIL 13:2008	Cálculo de contenido total de materia sólida, y contenido de grasa Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) evaporada y grasa vegetal	Proteína láctea en el ESNG ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada) evaporada y grasa vegetal	Contenido total de grasa	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I

³ ALINORM 10/33/11, párr. 45-62, APÉNDICE III.⁴ El contenido de materia sólida y ESNG en la leche incluye agua de cristalización de lactosa.

Productos	Disposiciones	Método	Principio	Tipo
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada) evaporada y grasa vegetal	ESNG ⁴	FIL 21B:1987/ ISO 6731:1989 e ISO 1737 FIL 13:2008	Cálculo de contenido total de materia sólida, y contenido de grasa Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada) evaporada y grasa vegetal	Proteína láctea en el ESNG ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en polvo	Contenido total de grasa	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en polvo	Agua ⁵	ISO 5537 IDF 26:2004	Gravimetría (secado a 87°C)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en polvo	Proteína láctea en el ESNG ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en polvo	Contenido total de grasa	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en polvo	Agua ⁵	ISO 5537 IDF 26:2004	Gravimetría (secado a 87° C)	I
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en polvo	Proteína láctea en el ESNG ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal	Contenido total de grasa	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal	Sacarosa	ISO 2911 IDF 35:2004	Polarimetría	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal	ESNG ⁴	FIL 15B:1991/ ISO 6734:1989	Cálculo de contenido total de materia sólida, contenido de grasa y de azúcar	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal	Proteína láctea en el ESNG ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada)	Contenido total de grasa	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I

⁵ El contenido de agua excluye el agua cristalizada unida a la lactosa (se conoce generalmente como “contenido de humedad”).

Productos	Disposiciones	Método	Principio	Tipo
condensada edulcorada y grasa vegetal				
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada)	ESNG ⁴	FIL 15B:1991/ ISO 6734:1989	Cálculo de contenido total de materia sólida, contenido de grasa y de azúcar	IV
condensada edulcorada y grasa vegetal				
Mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada)	Proteína láctea en el ESNG ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	IV
condensada edulcorada y grasa vegetal				
Mantequilla	Sal	ISO 1738 FIL 12:2004 / AOAC 960.29	Valorimetría (Mohr: determinación de cloruro, expresado como cloruro de sodio)	III
Mantequilla	Pureza de la grasa láctea	ISO 17678 FIL 202:2010	Cálculo a partir de la determinación de los triglicéridos mediante cromatografía de gases	I
Queso (y corteza)	Natamicina	ISO 9233-1 FIL 140-1:2007	Espectrofotometría por absorción molecular	III
		ISO 9233-2 FIL 140-2:2007	Cromatografía líquida de alto rendimiento	II
Queso	Cloruro sódico	ISO 5943 FIL 88:2006	Potenciometría (determinación de cloruro, expresado como cloruro de sodio)	II
Queso Cottage	Extracto seco exento de grasa	ISO 5534 FIL 4:2004 y ISO 1735 FIL 5:2004	Cálculo a partir del contenido de extracto seco y de grasa Gravimetría, con secado a 102°C Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Queso Cottage	Grasa láctea	ISO 1735 FIL 5:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) (para muestras con un contenido de lactosa máximo del 5 %)	I
		ISO 8262-3 IDF 124-3:2005	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) (para muestras con un contenido de lactosa superior al 5 %)	I
Queso sin madurar incluido el queso fresco	Proteínas	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001/AOAC 991.20 y 991.23	Valorimetría (Kjeldahl)	I
Crema y cremas preparadas	Proteína de la leche	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	I

Productos	Disposiciones	Método	Principio	Tipo
Crema	Grasa láctea	ISO 2450 FIL 16:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Cremas con contenido reducido de grasa láctea	Grasa láctea	ISO 2450 FIL 16:2008 / AOAC 995.19	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Queso Crema	Extracto seco	ISO 5534 FIL 4:2004	Gravimetría, secado a 102 °C (horno de aire forzado)	I
Queso Crema	Contenido de humedad en ausencia de grasa	ISO 5534 FIL 4:2004 ISO 1735 FIL 5:2004	Cálculo del contenido graso y contenido de humedad Gravimetría, secado a 102 °C (horno de aire forzado) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Productos lácteos para untar	Pureza de la grasa láctea	ISO 17678 FIL 202:2010	Cálculo a partir de la determinación de los triglicéridos mediante cromatografía de gases	I
Productos de caseína comestible	Ácidos libres	ISO 5547 IDF 91:2008	Valorimetría (extracto acuoso)	IV
Productos de caseína comestible	Ceniza (incluso P ₂ O ₅)	ISO 5545 FIL 90:2008	Gravimetría (incineración a 825°C)	I
Productos de caseína comestible		ISO 5544 FIL 89:2008		
Productos de caseína comestible	Agua ⁵	ISO 5550 FIL 78:2006	Gravimetría (secado a 102°C)	I
Productos de caseína comestible	Plomo	NMKL 139 (1991) / (método general del Codex) AOAC 999.11	Espectrofotometría por absorción atómica	II
Productos de caseína comestible	Plomo	NMKL 161 (1998) / AOAC 999.10	Espectrofotometría por absorción atómica	III
Leches Evaporadas	Grasa láctea	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Leches Evaporadas	Proteínas	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 AOAC 945.48H/AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	I
Leches fermentadas	Proteínas	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001/ AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	I

⁶ Remitirse al alcance de los métodos.

Productos	Disposiciones	Método	Principio	Tipo
Leches fermentadas	Grasa láctea	ISO 1211 FIL 1:2010 / AOAC 989.05	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Leches Fermentadas – Yogur y productos a base de yogur	<i>Lactobacillus delbrueckii</i> subesp. <i>bulgaricus</i> y <i>Streptococcus thermophilus</i>	ISO 7889 FIL 117:2003	Conteo de cultivo a 37°C	I
Leches fermentadas	Ácido láctico (acidez total expresada como ácido láctico)	FIL 150:1991/ISO 11869:1997	Potenciometría, valoración a pH 8,30 Espectrofotometría	IV
Leches fermentadas	Microorganismos que constituyen el cultivo de inicio	ISO 27205 FIL 149:2010 (Anexo A)	Conteo de colonia a 25 °C, 30 °C, 37 °C y 45 °C de acuerdo al organismo de inicio en cuestión	IV
Leches fermentadas	<i>Lactobacillus acidophilus</i>	ISO 20128 FIL 192:2006	Conteo de cultivo a 37°C	I
Leches fermentadas	Unidades formadoras de colonias de fermentos o mohos	ISO 6611 FIL 94:2004	Conteo de cultivo a 25°C	IV
Leches en polvo y cremas en polvo	Grasa láctea	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Leches en polvo y cremas en polvo	Proteína (en ESNG ⁴)	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (digestión Kjeldahl)	I
Leches en polvo y cremas en polvo	Índice de solubilidad	ISO 8156 FIL 129:2005	Centrifugación	I
Leches en polvo y cremas en polvo	Agua ⁵	ISO 5537 IDF 26:2004 ⁷	Gravimetría (secado a 87°C)	I
Productos a base de grasa láctea	Grasa láctea	IDF 24:1964	Gravimetría (cálculo a partir del contenido de sólidos no grasos y agua)	IV
Productos a base de grasa láctea	Pureza de la grasa láctea	ISO 17678 FIL 202:2010	Cálculo a partir de la determinación de los triglicéridos mediante cromatografía de gases	I
Productos a base de grasa láctea	Agua	ISO 5536 FIL 23:2009	Valorimetría (Karl Fischer)	II
Productos lácteos obtenidos de leches fermentadas con tratamiento térmico	Proteínas	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	I

⁷ El método sólo ha sido validado para las leches en polvo, no para las cremas en polvo.

Productos	Disposiciones	Método	Principio	Tipo
después de la fermentación				
Mozzarella	Grasa láctea en extracto seco, con alto contenido de humedad	ISO 1735 FIL 5:2004	Gravimetría después de extracción con solvente	I
Mozzarella	Grasa láctea en extracto seco, con bajo contenido de humedad	ISO 1735 FIL 5:2004	Gravimetría después de extracción con solvente	I
Leche condensada edulcorada	Grasa láctea	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Leches condensadas edulcoradas	Proteínas	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 945.48H / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	I
Quesos de suero por concentración	Grasa láctea	ISO 1854 FIL 59:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Quesos de suero por concentración	Grasa láctea en extracto seco	ISO 1854 FIL 59:2008, así como ISO 2920 FIL 58:2004	Cálculo a partir del contenido de grasa y de extracto seco Gravimetría (Röse-Gottlieb) Gravimetría (secado a 88°C)	I
Sueros en polvo	Ceniza	ISO 5545 FIL 90:2008	Gravimetría (incineración a 825°C)	IV
Sueros en polvo	Grasa láctea	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Sueros en polvo	Proteína de la leche (total N x 6,38)	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Valorimetría (Kjeldahl)	I
Sueros en polvo	Agua ⁵	ISO 5537 IDF 26:2004	Gravimetría (secado a 87 °C)	I

MÉTODOS DE MUESTREO

Norma de producto	Método de Muestreo	Notas
Leche y productos lácteos		
Productos lácteos	ISO 707 FIL 50:2008	Instrucciones generales para obtener una muestra de un producto a granel
Productos lácteos	ISO 5538 FIL 113:2004	Inspección por atributos
Productos lácteos	FIL 136A:1992 ISO 8197:1988	Inspección por variables

C. COMITÉ SOBRE NUTRICIÓN Y ALIMENTOS PARA REGÍMENES ESPECIALES⁸

Métodos de análisis relativos a la fibra dietética: Directrices para el uso de declaraciones nutricionales y de propiedades saludables: Tabla de condiciones para las declaraciones

Producto	Disposiciones	Método	Principio	Tipo propuesto
Métodos generales que no miden la fracción inferior de peso molecular (unidades monoméricas ≤9) ⁽²⁾				
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibra dietética basada en la precipitación en cuatro partes de alcohol y una parte de agua. Polisacáridos resistentes insolubles y solubles, lignina y pared celular vegetal. ⁽⁴⁾ (Total de fibra dietética)	AOAC 985.29 AACC Intl 32-05.01 (1991,1999)	Enzimático gravimétrico	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibra dietética basada en la precipitación en cuatro partes de alcohol y una parte de agua. Polisacáridos resistentes insolubles y solubles, lignina y pared celular vegetal ⁽⁴⁾ . (Puede determinar el total, pero también determina la fibra dietética soluble e insoluble)	AOAC 991.43 AACC Intl 32-07.01 (1999, 1991) NMKL 129, 2003	Enzimático gravimétrico	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibra dietética en los alimentos y productos alimenticios con menos del 2 % de almidón (alimentos con >10% TDF y < 2% de almidón (frutas)) ⁽⁴⁾ .	AOAC 993.21	Gravimétrico	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibra dietética basada en la precipitación en cuatro partes de alcohol y una parte de agua cuantificada como componentes de azúcares neutros, ácidos urónicos y lignina Klason. ⁽⁴⁾ (Determinar los azúcares es útil para aquellos productos en los que son necesarios tanto la fibra como el azúcar)	AOAC 994.13 AACC Intl 32-25.01 (1999, 1994) NMKL 162, 1998	Enzimático gravimétrico y colorimétrico	IV
Métodos generales que miden las fracciones de peso molecular mayores (unidades monoméricas > 9) y menores (unidades monoméricas ≤9) ⁽²⁾				
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibra dietética basada en la precipitación en cuatro partes de alcohol y una parte de agua. Polisacáridos resistentes insolubles y solubles, lignina y pared celular vegetal. Maltodextrinas resistentes, lignina y pared celular vegetal. ⁽³⁾	AOAC 2001.03 AACC Intl 32-41.01 (2002)	Enzimático gravimétrico y cromatografía de líquidos	IV

⁸ ALINORM 10/33/26, Apéndice II.

Producto	Disposiciones	Método	Principio	Tipo propuesto
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibra dietética (polisacáridos solubles + insolubles + lignina + almidón resistente + oligosacáridos).	AOAC 2009.01 AACC Intl 32-45.01 (2009)	Enzimático gravimétrico – método de cromatografía líquida de alta presión	IV
Métodos que miden componentes individuales específicos (unidades monoméricas: abarca toda la gama para cada clase de componentes) ⁽²⁾				
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibras dietéticas insolubles en los alimentos y en productos alimenticios	AACC Intl 32-20.01 (1999, 1982) AOAC 991.42 (específico para la fibra insoluble)	Enzimático gravimétrico	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fibras dietéticas solubles en los alimentos y en productos alimenticios	AOAC 993.19 (específico para la fibra soluble)	Enzimático gravimétrico	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	(1→3)(1→4) <i>Beta-D-Glucans</i>	AOAC 995.16 AACC Intl 32-23.01 (1999, 1995)	Enzimático colorimétrico	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fructosanos (oligofructosas, inulina, inulina hidrolizada, polifructosas, fructooligosacáridos) (aplicable a los fructosanos agregados)	AOAC 997.08 AACC Intl 32-31.01 (2001)	Enzimático y HPAEC-PAD	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Fructosanos (oligofructosas, inulina, inulina hidrolizada, polifructosas, fructooligosacáridos) (no aplicable a los fructosanos muy despolimerizados)	AOAC 999.03 AACC Intl 32-32.01 (2001)	Enzimático y colorimétrico	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Polidextrosa	AOAC 2000.11 AACC Intl 32-28.01 (2001)	HPAEC-PAD	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Transgalactooligosacáridos	AOAC 2001.02 AACC Intl 32-33.01 (2001)	HPAEC-PAD	IV
Todos los alimentos ⁽¹⁾	Almidón resistente (recomendado para RS2 y RS3)	AOAC 2002.02 AACC Intl 32-40.01 (2002)	Enzimático y colorimétrico	IV
Otros métodos ⁽²⁾				
Todos los alimentos	Glucosanos y mananos insolubles de la pared celular de las levaduras (solo para la pared celular de las levaduras)	Eurasyp (European association for specialty yeast product, Asociación Europea para los	Químico y HPAEC-PAD	IV

Producto	Disposiciones	Método	Principio	Tipo propuesto
		Productos de Levadura de Especialidad) – LM Bonanno. Biospringer- 2004 – versión en línea: http://www.eurasyp.org/public.technique.home.screen .		
Todos los alimentos	Fructooligosacáridos (unidades monoméricas < 5)	Ouarné et al. 1999 en <i>Complex Carbohydrates in Foods</i> . Editado por S. Sungsoo, L. Prosky y M. Dreher. Marcel Dekker Inc, New York	HPAEC-PAD	IV
Todos los alimentos	Polisacáridos no amiláceos (PNA) ⁽³⁾	Englyst H.N, Quigley M.E., Hudson G. (1994), Determinación de la fibra dietética como polisacáridos no amiláceos por medio de una medición cromatográfica de gases o líquidos, cromatográfica de líquidos de alto rendimiento o espectrofotométrica de los azúcares constituyentes - Analyst 119, 1497-1509	Cromatografía enzimática de gases o líquidos	IV

⁽¹⁾ Los usuarios deberían consultar la descripción de cada método para las matrices de alimentos que fueron objeto de estudio interlaboratorios en los métodos oficiales de análisis de AOAC Internacional.

⁽²⁾ Se dejan dos cuestiones para las autoridades nacionales: la inclusión de las unidades monoméricas 3-9 y qué compuestos aislados o de síntesis tienen ventaja fisiológica. Véase GL 2-1985.

⁽³⁾ Pérdida de la cuantificación para el almidón resistente. Véanse los métodos específicos.

⁽⁴⁾ Pérdida de la cuantificación para la inulina, el almidón resistente, la polidextrosa y las maltodextrinas resistentes. Véanse los métodos específicos.

D. AGUAS MINERALES NATURALES

Norma para las Aguas Minerales Naturales (CODEX STAN 108-1981)

Disposición	LM (mg/L)	Intervalo mínimo aplicable (mg/L)	LD (mg/L)	LC (mg/L)	Precisión RSDR (%) inferior a	Recuperación (%)	Métodos propuestos que cumplen los criterios	Principio
Antimonio	0,005	0,0028	0,001	0,002	44	80-110	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003	ICP-MS GF-AAS
Arsénico	0,01	0,0056	0,002	0,004	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 11969:1996	ICP-MS GF-AAS AAS - hidruros
Bario	0,7	0,35	0,07	0,14	34	95-105	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003	ICP-OES ICP-MS
Borato	5	3,1	0,5	1	25	97-103	ISO 9390:1990 ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003	Espectrofotometría ICP-MS ⁹ ICP-MS
Cadmio	0,003	0,0017	0,0006	0,0012	44	80-110	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 5961:1994	ICP-OES ICP-MS GF-AAS AAS (sección 3)
Cromo	0,05	0,028	0,01	0,02	44	90-107	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 18412:2005 (Cr VI) ISO 23913:2006 (Cr VI) ISO 9174:1998	ICP-OES ICP-MS GF-AAS Fotométrico CIA, espectrofotometría AAS (sección 4)
Cobre	1	0,52	0,1	0,2	32	97-103	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 8288:1986	ICP-OES ICP-MS GF-AAS AA con llama
Cianuro	0,07	0,039	0,014	0,028	44	90-107	ISO 14403:2002 ISO 6703-1:1998	CFA Fotométrico, trimétrico
Flúor	1,0	0,52	0,1	0,2	32	97-103	ISO 10304-1:2007 ISO 10359-1:1992	HPLC Sonda

⁹ Se determina el total de boro.

Disposición	LM (mg/L)	Intervalo mínimo aplicable (mg/L)	LD (mg/L)	LC (mg/L)	Precisión RSDR (%) inferior a	Recuperación (%)	Métodos propuestos que cumplen los criterios	Principio
							(fluoruro disuelto) ISO 10359-2:1994 (vínculo inorgánico)	electroquímica Digestión, destilado
Plomo	0,01	0,0056	0,002	0,004	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 8288:1986	ICP-MS GF-AAS Método C (III)
Manganeso	0,4	0,18	0,04	0,08	37	95-105	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003	ICP-OES ICP-MS GF-AAS
Mercurio	0,001	0,00056	0,0002	0,0004	44	80-110	EN 1483:2007 ISO 17852:2006 ISO 5666:1999 ISO 16590:2000	AAS Enriquecimiento por amalgama (III) AFS AA previa reducción de cloruro de estaño (II) Enriquecimiento por amalgama (III)
Níquel	0,02	0,011	0,004	0,008	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003	ICP-MS GF-AAS
Nitrato	50	37	5	10	18	98-102	ISO 10304-1:2007 ISO 13395:1996 ISO 7890-3:1988	HPLC CFA, FIA, espectrofotometría Espectrofotometría
Nitrito	0,1	0,03	0,01	0,02	44	95-105	ISO 10304-1:2007 ISO 13395:1996 ISO 6777:1984	HPLC CFA, FIA, espectrofotometría Espectrofotometría
Selenio	0,01	0,0056	0,002	0,004	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003	ICP-MS GF-AAS

Disposición	LM (mg/L)	Intervalo mínimo aplicable (mg/L)	LD (mg/L)	LC (mg/L)	Precisión RSDR (%) inferior a	Recuperación (%)	Métodos propuestos que cumplen los criterios	Principio
							ISO 9965:1993	AAS (hidruros)

Disposición	ML	Intervalo aplicable – desde:	LD		RSDR (%)	Recuperación	Métodos propuestos	Principio
Agentes activos de superficie	-	0,1 -5,0 mg/L 0,25-0,8 mg/L 0,05 – 5,0 mg/L	0,05 mg/l		19 10 < 44	70-100	ISO 16265:2009	CFA
Aceite mineral (índice de hidrocarburos)	-	> 0,1 mg/L			< 41	71-102	ISO 9377-2:2000	GC
BPC	-	> 10 ng/L >15 ng/L			27-79 < 20	40-142 70-130	ISO 6468:1996 AOAC 990.16	GC ECD GC ECD
Plaguicida (organocloro)	-	> 10 ng/L > 15 ng/L			27-79 < 20	40-142 70-130	ISO 6468:1996 AOAC 990.16	GC ECD GC ECD
HAP	-	0,005 µg/L 0,04 µg/L 0,005 µg/L			< 10 < 18 < 19	80-110 80-110 80-100	ISO 17993:2004 ISO 7981-1:2005 ISO 7981-2:2005	HPLC FD TLC HPLC

E. COMITÉ DEL CODEX SOBRE FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS¹⁰

Proyecto de Norma para los tomates en conserva

Disposición	Método	Principio	Tipo
Peso escurrido mínimo	AOAC 968.30	Gravimetría (tamizado) Nota: Usar un tamiz (criba) número 14 en vez de uno de '7/16' o número 8.	I

¹⁰ ALINORM 09/32/27, párr. 14.

**ALINORM 10/33/23
APÉNDICE III****ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES SOBRE CRITERIOS DE RENDIMIENTO Y VALIDACIÓN
DE LOS MÉTODOS DE DETECCIÓN, IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE
SECUENCIAS ESPECÍFICAS DE ADN Y DE PROTEÍNAS ESPECÍFICAS EN LOS ALIMENTOS*****(En el trámite 5/8 del Procedimiento)****SECCIÓN 1 – INTRODUCCIÓN**

1. Los métodos de análisis molecular e inmunológico son en la actualidad los instrumentos reconocidos para la determinación de los analitos de ADN y proteínas en los alimentos. Sin embargo, para que los resultados obtenidos por tales métodos en diferentes laboratorios obtengan amplia aceptación y confianza por su fiabilidad, es necesario que los métodos de análisis cumplan determinados criterios de calidad.
2. Estas directrices proporcionan criterios adecuados para validar el rendimiento de métodos elaborados con el fin de detectar secuencias específicas de ADN o proteínas específicas en los alimentos.
3. La información relativa a las consideraciones generales para los métodos de validación destinados al análisis de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas figura en la primera parte de las presentes Directrices. Se ponen a disposición anexos específicos que contienen información sobre validación de métodos de PCR cuantitativos, validación de métodos de PCR cualitativos y validación de métodos basados en proteína.

SECCIÓN 1.1 – FINALIDAD Y OBJETIVOS

4. El objetivo de este documento es apoyar el establecimiento de métodos moleculares e inmunológicos para la detección, la identificación y la cuantificación en los alimentos de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas que generen resultados con reproducibilidad comparable cuando se lleven a cabo en laboratorios diferentes.
5. Las directrices van dirigidas a proporcionar una orientación sobre cómo establecer métodos para detectar e identificar secuencias de ADN y proteínas específicas en los alimentos definiendo criterios de validación adecuados y si un método cumple o no dichos criterios a partir de las características de rendimiento de un método.

En las directrices se concretan los criterios pertinentes y se explica cómo considerar tales criterios, es decir:

- proporcionando la explicación para los criterios más pertinentes y
- mostrando cómo averiguar si un método cumple o no los requisitos de los criterios de que se trate.

SECCIÓN 1.2 – ÁMBITO DE APLICACIÓN

6. Estas directrices proporcionan información sobre criterios para la validación de métodos de análisis de los alimentos que conlleven la detección, la identificación y la cuantificación de secuencias específicas de ADN y de proteínas específicas de interés que puedan encontrarse en alimentos, incluidos aquellos que contengan materiales obtenidos por medios biotecnológicos modernos. Estos métodos moleculares e inmunológicos son aplicables en una amplia serie de usos, como las pruebas de biomarcadores en alimentos, incluidos los obtenidos por medios biotecnológicos modernos y la autenticación de alimentos, y pueden ser utilizados por los laboratorios encargados responsables del análisis de alimentos.

* Para aplicaciones como los alimentos derivados de la biotecnología moderna, la autenticación de alimentos, la especiación de alimentos y otros usos.

SECCIÓN 2 – VALIDACIÓN DE MÉTODOS

7. La Comisión del Codex Alimentarios hace especial hincapié en la aceptación de métodos de análisis que hayan sido validados mediante un ensayo en colaboración que sea conforme a un protocolo aceptado internacionalmente con arreglo a la norma ISO 5725:1994 o al protocolo armonizado AOAC/UIQPA. En esta área, podría surgir la necesidad de adoptar una validación formal por parte de un laboratorio único como medida provisional en caso de no que no existieran datos de ensayos en colaboración. Sin embargo, los métodos utilizados para el análisis de secuencias y proteínas de ADN deben poderse aplicar en muchos laboratorios.

Sección 2.1 – Enfoque por criterios

8. En estas directrices se aplica el “enfoque por criterios”.

Sección 2.2 – Criterios generales de método

9. Los criterios generales para la selección de métodos de análisis se han adoptado en el Manual de procedimiento del Codex. En las presentes directrices se aplican dichos criterios y otros adicionales se detallan en los anexos oportunos.

Sección 2.3 – Proceso de validación

10. La validación del método es un proceso de determinación de las características y las limitaciones del rendimiento de un método analítico. Los resultados de un proceso de validación definen qué analitos pueden determinarse en qué tipo de matrices en presencia de qué interferencia. El ejercicio de validación da como resultado valores precisos y conformes de un método analítico en particular en las condiciones examinadas.

11. La validación formal de un método representa la conclusión de un proceso largo que comprende los siguientes pasos principales:

- **Validación previa del método.** La validación previa debería realizarse caso por caso, en función de las necesidades. La validación previa debe garantizar que un método tiene un rendimiento que permite que se llegue a una conclusión exitosa del estudio de validación, es decir, la validación previa debe proporcionar pruebas de que el método resulta adecuado para la finalidad prevista. La validación previa debe realizarse de preferencia con la participación de 2-4 laboratorios. Deben realizarse análisis estadísticos (por ejemplo, de la “repetibilidad” y la “reproductibilidad”) en función del procedimiento de validación que vaya a utilizarse posteriormente.
- **Validación del método.** La validación mediante un ensayo en colaboración es una tarea cara y, normalmente, solo se realiza una vez que el método ha demostrado tener un rendimiento aceptable en un único laboratorio y en un estudio de validación previa.

SECCIÓN 3 – CONSIDERACIÓN ESPECÍFICA PARA LA VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE DETECCIÓN, IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE SECUENCIAS DE ADN Y PROTEÍNAS

Sección 3.1 – Desde la elaboración del método a la validación formal

12. Las metodologías comunes para el análisis basado en el ADN son métodos basados en la reacción en cadena de la polimerasa (PCR) utilizados para detectar una secuencia específica (determinada) de ADN. Los enfoques comunes para la proteína utilizan el método de ensayo con sustancias inmunoabsorbentes unidas a enzimas (ELISA) y mecanismos de flujo laterales. En lo que respecta al análisis basado en el ADN, el enfoque de la reacción en cadena de la polimerasa (PCR) es el que se aplica de manera más general actualmente, a pesar de que se podrían emplear otros métodos basados en ADN que alcanzan el mismo objetivo, en caso de que se validaran adecuadamente. En el presente documento se examinan los enfoques basados en ADN y los basados en proteína.

Sección 3.1.1 – Criterios para la aceptación de los métodos (condición exigida para la validación)

13. Para evaluar un método antes de la validación, es necesario disponer de información sobre el método y sobre su comprobación, según se detalla en el Anexo I.

14. La evaluación del método debe verificar el cumplimiento de los requisitos previos de principio para utilizar tal método a efectos del Codex. En esta sección se describen los criterios de aceptación del método

que este debe cumplir para que se pueda llevar a cabo una validación previa y un ensayo completo en colaboración.

Sección 3.1.2 – Aplicabilidad del método

15. La aplicabilidad de los métodos podría determinarse confirmando si los métodos pueden utilizarse en los alimentos deseados con el rendimiento exigido y ello debería hacerse constar con claridad. En particular, en el análisis de las secuencias de ADN y de la proteína, algunos métodos que pueden aplicarse a una sola matriz de materia prima no necesariamente son aplicables a las matrices complejas o a los alimentos elaborados, ya que el ADN y la proteína se desnaturalizarán.

16. En principio, el método debería ser aplicable a la matriz pertinente. En el caso de métodos de “uso general” para identificar y cuantificar secuencias de ADN y proteínas en una serie de matrices de alimentos, debería haber disponible al menos un método de extracción aplicable a una matriz general de alimentos.

Sección 3.1.3 – Condición de principio

17. Los métodos basados en el ADN deberían detectar, identificar y pueden cuantificar los niveles de secuencias específicas de ADN. Los métodos basados en la proteína deberían detectar, identificar y pueden cuantificar los niveles de una proteína específica en el producto.

18. Actualmente, el método de detección basado en ADN suele consistir en la metodología de la PCR e incluye:

- un protocolo que describe un método de extracción que es aplicable a una matriz pertinente;
- un protocolo que describe las condiciones, incluido el aparato empleado, en las que se puede utilizar la PCR para detectar la secuencia de ADN diana;
- una descripción de las secuencias cebadoras del oligonucleótido que amplifican de manera inequívoca la secuencia de ADN diana;
- si procede, una descripción de las secuencias de sonda del oligonucleótido fluorescente que identifican de manera inequívoca la secuencia de ADN diana;
- una descripción de las secuencias cebadoras del oligonucleótido que amplifican una secuencia de ADN específica al taxón la cual debería estar presente en la matriz convencional del alimento independientemente de la presencia del analito específico a fin de diferenciar un resultado negativo de los procesos fallidos de extracción o amplificación y para cuantificar la cantidad del ADN diana en relación con el ADN específico al taxón;
- si procede, una descripción de las secuencias de sonda del oligonucleótido fluorescente que identifican de manera inequívoca la secuencia de ADN específica al taxón;
- una descripción del método utilizado para detectar el ADN;
- muestras y normas de control apropiadas;
- descripciones de las operaciones realizadas para calcular el resultado.

19. Los métodos basados en proteína normalmente consisten en un método cuantitativo o cualitativo. Se suele tratar de sistemas de análisis con sustancias inmunoabsorbentes y consisten en lo siguiente:

- un protocolo que describe un método de extracción que es aplicable a una matriz pertinente;
- un protocolo que describe las condiciones, incluido el aparato empleado, en las que se puede utilizar el análisis con sustancias inmunoabsorbentes para detectar la proteína diana;
- un soporte recubierto por un anticuerpo;
- un anticuerpo secundario conjugado con una enzima;
- un sustrato enzimático para el desarrollo del color;
- solución tamponada limpiadora y para la extracción de muestras;
- una descripción del método utilizado para detectar la proteína;

- muestras y normas de control apropiadas;
- descripciones de las operaciones realizadas para calcular el resultado.

20. El método debería cumplir los requisitos siguientes:

- los métodos basados en la proteína deberían permitir la detección, identificación o cuantificación inequívocas de un antígeno o epítipo determinado;
- los métodos de examen basados en el ADN se utilizan para detectar un ADN diana que se encuentra en múltiples organismos. Por ejemplo, los métodos de examen que se utilizan para detectar múltiples incidencias de transformación deberían permitir la detección de una secuencia diana de ADN que sea común a varias incidencias de transformación;
- los métodos específicos basados en el ADN que se utilizan para la detección, la identificación o la cuantificación inequívocas de un organismo específico que pueda combinarse con organismos similares deberían permitir la detección, identificación y cuantificación inequívocas de una secuencia de ADN que sea única o específica para dicho organismo. Por ejemplo, los métodos específicos para la diana que se utilizan para la detección de una sola incidencia de transformación deberían permitir la detección, identificación y/o cuantificación inequívocas de una secuencia diana de ADN que sea única o específica para esa incidencia de transformación. Para la autenticación de alimentos, las secuencias específicas de la diana deberían definir únicamente el taxón según sea necesario;
- los métodos basados en el ADN específicos para un taxón que se utilizan para la detección o la cuantificación relativa de un ADN diana deberían permitir la detección, identificación y cuantificación inequívocas de una secuencia diana de ADN que sea única o específica para dicho taxón;
- en el caso de los métodos específicos para la diana y el taxón utilizados en la cuantificación relativa, se recomienda identificar el fragmento amplificado, por ejemplo mediante hibridación con sonda o cualquier otro método apropiado equivalente.

Sección 3.14 – Unidad de medida y comunicación de resultados

21. Deberían especificarse las unidades adecuadas de medida (por ejemplo: número de copias de la diana o equivalentes molares), los criterios de rendimiento y de comunicación de los datos para cada método antes de su uso. Para los análisis cualitativos, los resultados pueden ofrecerse como presente o no detectado, no habiendo por tal motivo unidad de medida.

22. Las mediciones se pueden expresar explícitamente como peso/peso o por porcentaje relativo. Sin embargo, en ninguno de los métodos actuales (basados en el ADN o en proteína) se pueden hacer estas mediciones directamente.

Sección 3.1.5 – Incertidumbre de la medición

23. Según se menciona en las Directrices del Codex sobre la incertidumbre de la medición (CAC/GL54-2004), se exige que los laboratorios calculen la incertidumbre de sus mediciones cuantitativas. La preparación de la muestra y los métodos analíticos constituyen dos fuentes importantes de error que deberían ser examinadas al evaluar una medición analítica. Los analistas que utilizan métodos que han sido validados con arreglo a estas directrices deberían disponer de suficiente información para poder estimar la incertidumbre de su resultado.

24. Para obtener mayores detalles se puede consultar, en las Directrices del Codex sobre la incertidumbre de la medición (CAC/GL54-2004), la parte titulada Utilización de resultados analíticos: planes de muestreo, relación entre los resultados analíticos, la incertidumbre en la medición, los factores de recuperación y las disposiciones de las normas del Codex en el Manual de procedimiento del Codex.

Sección 3.1.6 – Enfoque modular de la validación del método

25. El término “método” hace referencia a todos los procedimientos experimentales necesarios para estimar el mesurando en una matriz en particular. Para un material determinado, puede comprender los procesos para la extracción del ADN o la proteína y la cuantificación final en un sistema de PCR o de ensayo con

sustancias inmunoabsorbentes, o la determinación de la presencia o ausencia del analito a través de un método cualitativo. En tal caso, toda la cadena comprendida entre la extracción y la etapa de análisis constituye un método. Sin embargo, se puede utilizar el mismo método de preparación de la muestra (por ejemplo: molido) en combinación con el mismo proceso de aislamiento del ADN o la proteína para varios análisis posteriores diferentes con el fin de obtener eficiencias económicas, siempre que se mantengan sin variación los procesos validados del método.

26. Resultaría inadecuado introducir procesos alternativos, como por ejemplo un proceso diferente de aislamiento del ADN o de la proteína, en un método validado sin realizar estudios adicionales para poner de manifiesto que la sustitución no afecta al rendimiento del método.

Sección 3.2 – Requisitos de las pruebas en colaboración

Sección 3.2.1 – Información general

27. La finalidad del ensayo en colaboración es validar los datos resultantes de los ensayos previos mediante un ejercicio de validación previa o de laboratorio único y determinar la precisión metodológica en lo que respecta a la repetibilidad y la reproductibilidad.

28. Se deberían interpretar y comparar cuidadosamente los valores de los parámetros de rendimiento que resulten de los estudios de validación. Los valores exactos y su interpretación pueden depender del rendimiento y del alcance del método.

29. Si ya se ha realizado un ensayo en colaboración con arreglo a la norma ISO 5725:1994 o al Protocolo armonizado AOAC/UIQPA, la información se puede utilizar para evaluar la aceptabilidad del método a los efectos del Codex.

Sección 3.2.2 – Requisitos mínimos de rendimiento

30. En un ensayo en colaboración, el rendimiento del método debe ser conforme a las partes pertinentes de los criterios de aceptación del método y cumplir los requisitos de rendimiento del método que se indican a continuación para el ensayo en colaboración. En particular, se debería evaluar el cumplimiento de los criterios de sensibilidad, repetibilidad o reproducibilidad, las desviaciones típicas y la conformidad.

31. Además de los criterios de aceptación del método, se deberían evaluar al menos los requisitos de rendimiento del método enumerados en el Anexo I a partir de los datos experimentales del ensayo en colaboración.

32. Los métodos y sus datos asociados de validación se revisarán con regularidad a medida que evolucionan los conocimientos científicos y se obtiene más experiencia en materia de validación y ensayos en colaboración. Las directrices se complementan con información práctica sobre las fases operacionales del proceso de validación.

Sección 3.2.3 – Materiales del ensayo en colaboración

33. En principio, el método debería ser aplicable a la matriz pertinente (es decir, la matriz sobre la que se hayan desarrollado especificaciones) y debería ser comprobado en ella.

34. Los efectos de los materiales o de las matrices sobre la fase de extracción de un protocolo son importantes para cualquier análisis. Cuando se comunican los resultados de un estudio de validación es importante que el informe incluya detalles de la matriz analizada e indique si se empleó una proteína o un ADN purificados como diana del análisis.

Sección 3.2.4 – Información específica sobre la validación de los métodos

35. En los Anexos II y III figura información específica sobre la validación de los métodos de PCR cuantitativos y cualitativos, respectivamente.

36. En el Anexo IV se presenta información específica sobre la validación de métodos basados en proteína cuantitativos y cualitativos.

SECCIÓN 4 – REQUISITOS SOBRE EL CONTROL DE CALIDAD

Sección 4.1 – Calidad de los laboratorios

37. En CAC/GL 27 se proporciona orientación para los laboratorios que intervienen en la importación y exportación de alimentos. Esta orientación se basa en el cumplimiento de la norma ISO/IEC 17025, la comprobación de la competencia y el control interno de la calidad, así como en el uso de métodos de análisis validados según los requisitos del Codex.

Sección 4.2 – Material de referencia

38. Normalmente, se exige un material de referencia adecuado para la validación de un método. Se pueden utilizar diferentes matrices para elaborar materiales de referencia o normas de funcionamiento para los métodos de detección de secuencias y proteínas de ADN. Cada una de ellas tiene sus propias ventajas e inconvenientes para cada fin. La forma física del material de referencia determina su adaptabilidad para ser usado en cualquier método. Para los materiales molidos, las diferencias en la distribución del tamaño de las partículas entre los materiales de referencia y las muestras habituales pueden afectar a la eficiencia de extracción de la proteína diana o del ADN y a la reproducibilidad del método, debido a un error de muestreo.

39. El material de referencia para los métodos basados en el ADN puede ser una matriz que contenga el analito, ADN extraído de una matriz que contenga el analito, un plásmido que contenga el ADN específico o, si no están disponibles materiales de referencia, materiales de muestra de control, por ejemplo procedentes de sistemas de ensayo del rendimiento. El empleo de ADN plásmido o amplicón exige la atenta consideración de la opción que va a incorporarse en el plásmido o el amplicón con el fin de asegurar que el ADN plásmido o amplicón corresponda a la finalidad requerida.

40. Como materiales de referencia para los métodos basados en proteína se pueden utilizar, por ejemplo, la propia proteína purificada de microbios recombinantes, como *E. coli*, la matriz molida de una planta (normalmente, hoja o grano) o una fracción de alimento elaborado.

SECCIÓN 5 – INFORMACIÓN TÉCNICA Y METODOLÓGICA

Se enumeran como referencias los aspectos técnicos y metodológicos de los métodos basados en el ADN y en proteína:

Allmann M, Candrian U, Hoefelein C y Luethy J (1993). Polymerase Chain Reaction (PCR): a possible alternative to immunochemical methods assuring safety and quality of food. *Lebensm. Unters. Forsch* 196:248-251.

Anklam E, Gadani F, Heinze P, Pijnenburg H y Van den Eede G (2002). Analytical methods for Detection and Determination of Genetically Modified Organisms (GMO's) in Agricultural Crops and Plant-derived Food Products. *European Food Research and Technology* 214:3-26.

Asensio L (2007). Review: PCR-based methods for fish and fishery products authentication. *Trends in Food Science & Technology* 18(11): 558-566.

Asensio L, González I, García T y Martín R (2008). Determination of food authenticity by enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA). *Food Control* 19:1-8.

Carnegie, PR (1994). Quality control in the food industries with DNA technologies. *Australas. Biotechnol.* 4(3):146-9.

Chapela MJ, Sotelo CG, Pérez-Martín RI, Pardo MA, Pérez-Villareal B, Gilardi P y Riese J (2007). Comparison of DNA extraction methods from muscle of canned tuna for species identification. *Food Control.* 18(10):1211-1215.

Comisión del Codex Alimentarius, *Manual de Procedimiento*. Utilización de resultados analíticos: muestreo, relación entre los resultados analíticos, la incertidumbre de la medición, los factores de recuperación y las disposiciones de las normas del Codex.

CAC/GL 54-2004. Directrices del Codex sobre la incertidumbre de la medición.

Colgan S, O'Brien LO, Maher M, Shilton N, McDonnell K y Ward S (2001). Development of a DNA-based assay for species identification in meat and bone meal. *Food Research International* 34(5):409-414.

Dahinden I, von Büren M y Lüthy J (2001). A Quantitative competitive PCR system to detect contamination of wheat, barley or rye in gluten-free food for coeliac patients. *European Food Research and Technology* 212(2):228-233.

- Dieffenbach CW y Dveksler GS (1993). Setting up a PCR laboratory. *PCR Methods Appl.* 3(2):S2-7.
- Norma ISO 5725:1996 “Accuracy (trueness and precision) of a measurement methods and results”. Ginebra: Organización Internacional de Normalización.
- ISO 21569:2005 Foodstuffs - Methods of analysis for the detection of genetically modified organisms and derived products - Qualitative nucleic acid based methods. Ginebra: Organización Internacional de Normalización.
- ISO 21570:2005. Foodstuffs - Methods for the detection of genetically modified organisms and derived products - Quantitative nucleic acid based methods. Ginebra: Organización Internacional de Normalización
- ISO/DIS 24276:2006. Foodstuffs - Nucleic acid based methods of analysis for the detection of genetically modified organisms and derived products - General requirements and definitions. Ginebra: Organización Internacional de Normalización.
- Norma ISO/IEC 17025:2005: General Requirements for the Competence of Testing and Calibration laboratories. Ginebra: Organización Internacional de Normalización.
- Grothaus GD, Bandla M, Currier T, Giroux R, Jenkins R, Lipp M, Shan G, Stave J., y V. Pantella (2007). Immunoassay as an Analytical Tool in Agricultural Biotechnology. *Journal of AOAC International.* 85: 3, págs. 780-786.
- Holst-Jensen A. y Berdal KG (2004). The modular analytical procedure and validation approach and the units of measurement for genetically modified materials in foods and feeds. *Journal of AOAC International* 87(4):927-36.
- Horwitz E. ISO/AOAC/IUPAC Harmonized Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (1995). *Pure and Applied Chemistry* 67:331-343.
- Kwok S e Higuchi R (1989). Avoiding false positives with PCR. *Nature* 339(6221):237-238.
- Lipp M, Shillito R, Giroux R, Spiegelhalter F, Charlton S, Pinero D y Song P (2005) Polymerase Chain Reaction Technology as an analytical tool in Agricultural Biotechnology. *Journal of AOAC International* 88 (1):36-155.
- Meyer R, Candrian U (1996). PCR-based DNA Analysis for the Identification and Characterization of Food Components. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie.* 29(1-2):1-9.
- Mifflin TE (2007) Setting Up a PCR Laboratory. *Cold Spring Harbor Protocols* 14 (doi:10.1101/pdb.top14)
- Miraglia M, Berdal KG, Brera C, Corbisier P, Holst-Jensen A, Kok EJ, Marvin HJP, Schimmel H, Rentsch J, van Rie JPPF y Zagon J (2004). Detection and traceability of genetically modified organisms in the food production chain. *Food and Chemical Toxicology* 42:1157-1180.
- Newton CR, Herbitter A y Gubler U (1995). PCR: Essential Data. Hoboken (NJ): J. Wiley & Sons.
- Olexova L, Dovičovičová L, Švec M, Siekel P, Kuchta T. (2006). Detection of gluten-containing cereals in flours and “gluten-free” bakery products by polymerase chain reaction. *Food Control* 17(3):234-237 .
- Poms, RE; Klein CL, Anklam E (2004). Methods for allergen analysis in food: a review. *Food Addit. Contam.* 21(1):1-31.
- Trapmann S, Burns M, Broll H, Macarthur R, Wood RKS, Žel Jana (2009). Guidance document on measurement uncertainty for GMO testing laboratories. *EUR - Scientific and technical research series.* Luxemburgo: Oficina de Publicaciones Oficiales de las Comunidades Europeas.
- Turci M, Sardaro MLS, Visioli G, Maestri E, Marmiroli, M y Marmiroli N (2010). Evaluation of DNA extraction procedures for traceability of various tomato products. *Food Control.* 21(2):143-149.
- Williams R. (2005). Gene tests served up to tell fine foods from fakes. *Nature* 434:262.
- Woolfe M y Primrose S (2004). Food forensics: using DNA technology to combat misdescription and fraud. *Trends in Biotechnology* 22(5):222-6.

ANEXO I: INFORMACIÓN REQUERIDA CUANDO SE ESTUDIA LA VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS

DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO

1. Se debe proporcionar una descripción completa y detallada de todos los componentes del método. Se debe abordar de manera explícita el uso de placas múltiples para la PCR y los métodos de proteína, como ejemplos. La descripción también debe incluir información acerca del alcance del método y se debe indicar claramente la unidad de medida, así como los datos siguientes:

Propósito y relevancia del método

2. El propósito del método debería indicarse en el mismo. El método debería ser adecuado para la finalidad buscada.

Base científica

3. Se debe proporcionar una visión general de los principios científicos en los que se basa el método (por ejemplo, la biología molecular que sustenta el uso del método de PCR en tiempo real).

Especificación del modelo de predicción/modelo matemático necesario para el método

4. Las técnicas basadas en ADN y proteína empleadas para detectar y cuantificar las secuencias y proteínas de ADN se basan en principios diferentes. En la PCR el ADN diana se amplifica de manera exponencial. Además, la cuantificación mediante la PCR en tiempo real a menudo se basa en dos ensayos de PCR independientes: uno para el ADN diana y otro para la secuencia de ADN específica al taxón. En contraste con la PCR, los ensayos inmunoabsorbentes suponen la vinculación de una o más capas de anticuerpos con cada molécula diana inicial y la amplificación de la señal es proporcional al número de moléculas reporteras y, si procede, al tiempo de reacción enzimática.

5. Si el cálculo de los resultados depende de una relación matemática, se debería indicar y registrar este hecho (por ejemplo, el método $\Delta\Delta C_t$ o una recta de regresión o una curva de calibración obtenida por otros medios). Se deben proporcionar instrucciones que permitan aplicar el modelo correctamente. Entre ellas, en función del método, se podrían proporcionar el número e intervalo de niveles que se deben analizar, el número mínimo de réplicas y/o diluciones que se deben incluir en los análisis habituales o los medios y los intervalos de confianza para evaluar la bondad del ajuste.

INFORMACIÓN ESPECÍFICA EXIGIDA PARA LOS MÉTODOS BASADOS EN EL ADN

6. Se debería proporcionar, en particular, la siguiente información adicional para los procedimientos basados en ADN:

Pares de cebadores

7. En los métodos generales se deben proporcionar los pares de cebadores definidos y la secuencia a la que se dirigen. Se deben especificar claramente recomendaciones sobre la eficiencia o el uso del conjunto de cebadores, en particular si se pueden examinar o cuantificar.

- ***Longitud de amplicón***

8. La elaboración de los alimentos conduce normalmente a la degradación del ADN diana. La longitud del producto amplificado podría influir en el rendimiento de la PCR. Por lo tanto, si se eligen tamaños menores de amplicón (dentro de lo razonable) se aumentará la posibilidad de obtener una señal positiva en el análisis de los alimentos muy elaborados. Por lo general, la longitud del fragmento amplificado para la secuencia de ADN específica al taxón y la secuencia diana deberían tener un tamaño similar.

- ***Si el método es específico al instrumento o a compuestos químicos***

9. Actualmente, hay disponibles diversos tipos de instrumentos y compuestos químicos en tiempo real. Dichos instrumentos y compuestos químicos podrían tener rendimientos diferentes en lo que respecta a la estabilidad de los reactivos y las características de calentamiento y enfriamiento, lo que afecta las tasas de desnivel y el tiempo necesario para que se produzca la PCR completa.

10. Además de las diferencias del sistema de calentamiento y enfriamiento, hay otras diferencias en la técnica y los programas informáticos utilizados para inducir y registrar posteriormente la fluorescencia. La detección y la cuantificación de la fluorescencia podrían variar en función de los instrumentos y los programas informáticos utilizados para el registro. Los métodos cualitativos tienden a ser menos específicos al instrumento que los métodos cuantitativos.

11. Los métodos dependen generalmente de los instrumentos y los compuestos químicos y no pueden transferirse a otros equipos o a otros compuestos químicos sin ser evaluados y/o modificados.

- ***Si se realizan amplificaciones simples o de tipo múltiple de la PCR***

12. La utilización de más de un conjunto cebador en una reacción única se denomina PCR múltiple.

13. La información facilitada debería demostrar la solidez del método para la posibilidad de transferencia entre laboratorios. Con esto se quiere decir que el método debería haber sido objeto de comprobación por otro laboratorio, como mínimo, además del que lo ha desarrollado. Éste es un requisito importante para el éxito de la validación del método.

INFORMACIÓN ESPECÍFICA EXIGIDA PARA LOS MÉTODOS BASADOS EN PROTEÍNA

14. Se debería proporcionar la siguiente información adicional para los procedimientos basados en proteína:

Aplicabilidad del ensayo

15. La elaboración de alimentos llevará generalmente al deterioro o desnaturalización de la proteína diana, lo que puede dar lugar a un cambio sustancial en la inmunorreactividad. Los inmunoensayos deberían ser objeto de evaluación en cuanto a su aplicabilidad a la diana en los productos elaborados. Se deberían proporcionar resultados prácticos de la prueba de aplicabilidad del método para la diana en los alimentos elaborados.

Efecto de gancho

16. En un dispositivo de flujo lateral y en un ensayo sobre placa basado en anticuerpos, un efecto de gancho (de saturación) podría dar lugar a un falso resultado negativo. Es necesaria una demostración exhaustiva de que la gama de concentración de la prueba cubre cómodamente la necesidad práctica de muestras diana del análisis. Por tanto, se deberían facilitar resultados prácticos de ensayos del efecto gancho en matrices diana.

Método de confirmación

17. En el caso de los inmunoanálisis, los anticuerpos pueden presentar una reacción cruzada con otras proteínas presentes en la matriz; por tanto, es necesario demostrar la selectividad de los ensayos. Puede emplearse otro método de confirmación. Pueden facilitarse resultados experimentales de ambos métodos con alícuotas de las mismas muestras analíticas de concentración conocida.

INFORMACIÓN ACERCA DEL RENDIMIENTO DEL MÉTODO

Comprobación de la selectividad

18. El método debe ser claro sobre el uso de controles negativos adecuados, como el material de origen animal y vegetal, las cepas diferentes o la secuencia diana de ADN que debería emplearse con este fin, si se han definido.

19. Se deberían proporcionar los resultados prácticos de la comprobación del método con material de ADN procedente de especies o variedades no diana y ADN de especies o variedades de referencia. Este ensayo debería incluir los materiales relacionados estrechamente y casos en que los límites de la sensibilidad se comprueben realmente. Además, podría ser adecuado, especialmente para la secuencia de ADN específico al taxón, comprobar otras fuentes de alimentos similares para reducir la posibilidad de obtener un falso resultado positivo.

20. Asimismo, para los métodos de proteína, se deberían facilitar resultados prácticos de la comprobación del método con proteínas de especies/variedades/rasgos no diana y estrictamente pertinentes, así como de proteína diana purificada o de materiales positivos de control.

Comprobación de la estabilidad

21. Se pueden proporcionar los resultados empíricos de la comprobación de los métodos (para detectar las secuencias de ADN diana y de referencia o proteínas) con diversas especies, subespecies, variedades, cultivares, líneas animales o cepas bacterianas, según proceda, para demostrar, por ejemplo, la estabilidad del número de copias y la conservación de la secuencia del gen de referencia específico al taxón o la estabilidad de expresión de la proteína.

22. Para los métodos de proteína se deberían proporcionar resultados prácticos de la comprobación de los métodos con material diana y sus productos derivados o elaborados, según corresponda, para demostrar la estabilidad de la forma inmunorreactiva de la proteína.

Comprobación de la sensibilidad

23. Se deben proporcionar los resultados empíricos de la comprobación del método con distintas concentraciones para comprobar la sensibilidad del método. Se pueden definir límites de detección (LD) utilizando muestras que solo comprendan ingredientes únicos. Para los productos alimentarios compuestos de varios ingredientes, la sensibilidad real se verá reducida, ya que el ADN total extraído se derivará de más de un ingrediente, de manera que la cantidad inicial del mesurando real se reducirá.

24. Los LD deberían determinarse para cada método y matriz, de ser necesario.

Comprobación de la solidez

25. Se deben proporcionar los resultados empíricos de la comprobación del método frente a los resultados obtenidos con variaciones pequeñas y deliberadas de los parámetros del método.

Eficiencia de extracción

26. Se deberían proporcionar los resultados prácticos de las pruebas de la eficiencia de extracción sobre el método para demostrar que la extracción es suficiente y reproducible. En el caso de la detección cuantitativa, tal vez sea necesario proporcionar el método de calibración para la extracción incompleta.

APLICACIÓN PRÁCTICA DEL MÉTODO***Aplicabilidad***

27. Se debe proporcionar la indicación de la matriz (por ejemplo, alimento elaborado, materia prima, etc.), el tipo de muestra y el intervalo en el que se puede aplicar el método. Las limitaciones relevantes del método también se deben abordar (por ejemplo, la interferencia de otros analitos o la inaplicabilidad en ciertas situaciones). Entre las limitaciones también cabe incluir, en la medida de lo posible, las restricciones debidas al costo, los equipos u otros riesgos no específicos para el operador y/o el medio ambiente.

Características operacionales y practicabilidad del método

28. El equipo necesario para aplicar el método se debe indicar claramente, en relación con el propio análisis y la preparación de las muestras. También debería proporcionarse información sobre los costos, las dificultades prácticas y cualquier otro factor que pueda ser de importancia para los operadores.

Diseño de los experimentos

29. Se deben incluir el diseño del experimento y detalles sobre el número de muestras, réplicas, diluciones, etc.

Habilidades que deben poseer los operadores

30. También se debe proporcionar la descripción de las habilidades prácticas necesarias para aplicar adecuadamente el método propuesto.

CONTROLES ANALÍTICOS

31. Se debe indicar la realización adecuada de controles en la aplicación del método, siempre que esté disponible esta información. Se deben especificar claramente los controles y se debe registrar su interpretación. Podría tratarse de controles negativos y positivos, sus contenidos detallados, el grado en que deben utilizarse y la interpretación de los valores obtenidos.

32. Deberían declararse los elementos siguientes:

- Clases de controles analíticos utilizados:
 - i) controles positivos y negativos;
 - ii) el control interno utilizado, si procede (competitivo o no competitivo);
 - iii) otras clases de controles, como el de matriz (para confirmar que se añadió una muestra a la PCR) o la elaboración de la extracción.
- Muestras de control.
- Materiales de referencia utilizados.

RENDIMIENTO DEL MÉTODO

33. Se deberán proporcionar datos sobre los criterios mencionados en la Sección 2.2 (Criterios generales de método), así como una evaluación general que indique que el método es adecuado para la finalidad pretendida.

ANEXO II: VALIDACIÓN DE UN MÉTODO CUANTITATIVO DE PCR

INTRODUCCIÓN

1. El análisis basado en el ADN se realiza normalmente utilizando la PCR. Esta técnica amplifica un segmento específico de ADN en un grado tal que su cantidad se puede medir con ayuda de instrumentos (por ejemplo, por medios fluorométricos). Las operaciones de elaboración de alimentos (por ejemplo: por el calor, las enzimas y el corte mecánico) pueden dar como resultado el deterioro o la reducción en la cantidad total de ADN. Los métodos deberían concebirse preferiblemente para amplificar secuencias de ADN diana o específicas al taxón relativamente cortas.

2. Las determinaciones cuantitativas se expresan frecuentemente en forma de porcentaje de una secuencia de ADN específica de la diana en relación con una secuencia de ADN específica del taxón. En este tipo de ensayo cuantitativo, esta medición atañe en realidad a dos determinaciones basadas en la PCR: la de la secuencia de ADN específica de la diana y la del endógeno, o secuencia específica del taxón. Las dos determinaciones tienen sus propias incertidumbres y las dos podrían tener características de medición diferentes. En la mayor parte de aplicaciones, la secuencia de ADN de la diana estará presente en concentraciones bajas y la secuencia de ADN específica del taxón estará presente en concentraciones entre 10 y 1 000 veces mayores. Por lo tanto, es importante que se validen adecuadamente ambas mediciones. En los casos en que la medición se expresa directamente como porcentaje, se deberían tomar en consideración estos factores para validar el método. Los resultados se pueden comunicar en otras unidades de medida, como los números de copias.

3. La consecuencia es que el análisis de ADN, especialmente en los alimentos elaborados, tiene por objeto detectar una cantidad muy pequeña de ADN específico de la diana, a menudo del orden de nanogramos/gramo o inferior. El resultado de un análisis cuantitativo de PCR se expresa a menudo en porcentaje como cantidad relativa del ADN diana con respecto a la cantidad total de ADN del taxón o especie de comparación en una determinada matriz de alimentos. La matriz de alimentos puede también contener cantidades importantes de ADN de otras muchas especies o taxones.

4. La validación de los métodos tiene dos etapas. La primera es una validación interna de todos los parámetros mencionados anteriormente excepto la reproductibilidad. La segunda es un ensayo en colaboración, cuyo principal resultado es la medición de la repetibilidad y la reproductibilidad junto con información detallada acerca de la transferibilidad de los métodos entre laboratorios. Se recomienda encarecidamente que se realice un ensayo en colaboración de pequeña escala para comprobar la solidez general de un método antes de efectuar el gasto que representa la organización de un ensayo a gran escala. En caso de que sea necesario mejorar el método o su descripción, solo se efectúan gastos menores en el ensayo previo, mientras que el fallo de la validación de un método en la que participen varios laboratorios debido a la ambigüedad de la descripción del método representaría un fallo muy costoso. Además, cabe señalar que la aplicación de un método validado en el laboratorio debe incluir experimentos para confirmar que el método aplicado funciona tan bien en las condiciones particulares como lo hizo en las condiciones de la validación entre laboratorios. Es importante indicar que el método debe ser validado en las mismas condiciones en las que se empleará en el futuro.

VALIDACIÓN

5. Un ensayo cuantitativo de PCR debe ser validado para el fin o aplicación previstos. Existe la norma ISO 5725:1996 y el protocolo armonizado AOAC/UIQPA para lo relacionado con los métodos de análisis químico. En ellos se definen los procedimientos que se deben realizar para validar un método. Cabe señalar que todos los principios y normas del protocolo armonizado son aplicables a los métodos cuantitativos de PCR.

6. A continuación se explican en detalle ciertos parámetros de la validación del rendimiento de un ensayo cuantitativo de PCR. Se trata del ámbito, el límite de detección, el límite de cuantificación, la conformidad, la precisión, la sensibilidad y la solidez. Otros factores importantes son los criterios de aceptación e interpretación de los resultados y la cuestión de las unidades en las que estos se expresan.

7. Existe un debate científico general acerca de la interpretación de los valores porcentuales. Se reconoce que, hasta la fecha, no hay ninguna relación numérica fiable entre el peso y el número de copias debido a la incertidumbre acerca de la correlación entre el peso del ingrediente y el número de moléculas de ADN. Son aceptables los cálculos en peso y número de copias siempre que esto se exprese claramente al comunicar los resultados.

8. Todos los parámetros que se enumeran más adelante, incluidos la selectividad y la sensibilidad, deben ser evaluados individualmente para cada uno de los ensayos, con inclusión de los ensayos de PCR específicos de la referencia y de la diana. Se enumeran por orden alfabético, no necesariamente en orden de importancia.

Aplicabilidad

9. Se deberían indicar los analitos, matrices y concentraciones para los cuales puede utilizarse un método de análisis.

10. Se exige de un método de extracción, independientemente de la matriz a la que vaya a ser aplicado, que genere un ADN de suficiente integridad estructural y pureza en suficiente cantidad para permitir que se realice una evaluación apropiada del rendimiento de las fases posteriores del método que se vayan a realizar (por ejemplo, la amplificación adecuada del ADN durante la fase de PCR).

11. En el análisis en tiempo real de la PCR, los valores Ct se pueden usar para estimar la eficiencia de la PCR. La eficiencia se puede comprobar, por ejemplo, estableciendo una serie de diluciones del ADN molde y determinando el valor Ct (el umbral de número de ciclos en el que la señal de fluorescencia que se mide cruza un valor umbral entre diluciones establecido por el usuario) para cada dilución. En la situación ideal, cuando la eficiencia de la amplificación es 100 %, una reducción doble en cantidad del ADN molde agregado a la PCR dará como resultado un incremento del valor Ct en uno. Por tanto, si el ADN se diluye 10X, la diferencia teórica en valores Ct entre ADN diluido y sin diluir debería aproximarse a 3,32. Los datos teóricos tal vez no se alcancen en situaciones reales. Las desviaciones significativas con respecto a esta relación podrían indicar que el ADN extraído contiene inhibidores de la PCR, que la solución de ADN no es homogénea o que la cantidad de ADN es tan baja que la variación estocástica de la cantidad de ADN en las reacciones da como resultado estimaciones cuantitativas imprecisas. Así sucede igualmente para las reacciones finales de la PCR realizadas utilizando cebadores fluorescentes.

Rango dinámico - rango de cuantificación

12. El alcance los métodos define el intervalo de concentración en el que se podrá determinar el analito con fiabilidad. La cantidad relativa de ADN específico del taxón con respecto al total en el extracto de ADN variará en función de si el ADN se extrajo de un solo ingrediente o de una matriz compleja de alimentos. Se debería utilizar un número suficiente de estándares, cuando sea de aplicación, como ocurre con las curvas de calibración, para definir adecuadamente la relación entre la concentración y la respuesta. Se debería demostrar que la relación entre la respuesta y la concentración es continua, reproducible y lineal, después de la transformación apropiada.

13. El rango de un método cuantitativo específico de la diana puede variar desde un valor próximo a cero hasta el 100 % en relación con el ADN específico del taxón (p/p). Sin embargo, es común validar un método para un intervalo de concentraciones que sea pertinente para el alcance de la aplicación. Si se valida un método para un intervalo determinado de valores, no se puede ampliar dicho intervalo sin validarlo de nuevo. Para ciertas aplicaciones (por ejemplo, el análisis de alimentos o grano), se podría estudiar el uso de ADN genómico para la preparación de la curva típica (véase el debate sobre el uso de ADN plásmido más adelante). Aunque resulte fácil establecer una norma nominal de 100 %, es difícil general con fiabilidad soluciones normalizadas inferiores a 0,1 %. Además, el número de sitios diana (secuencia de ADN que se debe amplificar) se reduce tanto que pueden empezar a producirse errores estocásticos dominantes, lo que hará que el análisis pueda resultar menos fiable.

14. El ADN empleado como calibrador debería remontarse (en el sentido metrológico) a una referencia del orden metrológico más elevado, como un material de referencia certificado. El rango se determinará confirmando que el procedimiento de PCR proporciona un grado aceptable de linealidad y conformidad cuando se aplica a muestras que contienen cantidades de analito comprendidas dentro del rango especificado del procedimiento o en sus límites.

15. Las características únicas de la PCR cuantitativa imponen restricciones particulares en el límite inferior del rango dinámico de una PCR cuantitativa. Esto se debe a la dificultad de determinar los valores de los límites de detección y cuantificación debido a la distribución anormal de los valores en este intervalo.

Límite de detección (LD) y límite de cuantificación (LC)

16. Si la validación del ensayo cuantitativo de PCR muestra que el ensayo es capaz de medir el ADN a, por ejemplo, el 0,1 % con conformidad y precisión aceptables, entonces a menudo no es necesario determinar los límites de detección y cuantificación, ya que el método sólo se aplica por encima del rango en el que estos parámetros son relevantes. Sin embargo, si el método se emplea en concentraciones cercanas a los límites de detección y cuantificación (típicamente, 0,01-0,05 %), la evaluación de ambos límites formará parte del procedimiento de validación.

17. En la PCR cuantitativa, la distribución de los valores de medición para las muestras testigo no es gaussiana y suele ajustarse a una distribución de Poisson. Si es necesario el LD, se deberá determinar experimentalmente. Para los métodos cuantitativos, el LD se define como la cantidad de analito con la que el método analítico detecta la presencia del analito al menos en el 95 % de las ocasiones (<5 % de falsos resultados negativos).

18. Para los métodos cuantitativos es importante conocer si el LC de una matriz en particular es cercano a los valores que se deben medir. Es necesario determinar el LC experimentalmente, ya que la medición de la distribución para la PCR cuantitativa no suele distribuirse.

19. En la práctica, se han utilizado dos procedimientos para determinar el LC. El primer método consiste en practicar ensayos en diversas muestras convencionales complementadas con cantidades conocidas de analito. En tal caso, el LC es el nivel en el que la variabilidad del resultado cumple ciertos criterios preestablecidos (como ± 2 SD desde el dato de calibración más bajo, etc.). Sin embargo, la extracción del ADN podría ser complicada en algunas matrices, como féculas o el ketchup, y se debe aceptar que puede haber eficiencias de extracción más bajas. Cuando la eficiencia de extracción es baja, se debería indicar este hecho en los datos de validación y en el informe del análisis. Un enfoque más completo consiste en comprobar el método utilizando diversas muestras que contengan cantidades conocidas del analito. Este método es más complicado, ya que exige que se pueda acceder a cantidades significativas de materiales de referencia que contengan un rango conocido de concentraciones de las secuencias de ADN de interés.

Practicabilidad

20. La practicabilidad del método debería evaluarse considerando parámetros como: la cantidad de muestras que puede procesarse en un tiempo dado, los costos fijos estimados de aplicación del método y el costo aproximado de la muestra, las dificultades prácticas del uso diario o en condiciones específicas, así como otros factores que podrían tener importancia para los operadores.

Desviación típica de la repetibilidad

21. La desviación típica de la repetibilidad relativa para la etapa de la PCR debería ser ≤ 25 % por encima de todo el rango dinámico del método.

Desviación típica de la reproducibilidad

22. La desviación típica de la reproducibilidad relativa para la etapa de la PCR debería ser inferior al 35 % por encima de la mayoría del rango dinámico, excepto en el límite de la cuantificación, donde tal desviación típica podría ser mayor.

Solidez

23. La solidez es una medida de la capacidad de un procedimiento analítico de no ser afectado por variaciones pequeñas pero deliberadas de los parámetros del método; proporciona una indicación de la fiabilidad del procedimiento en un uso normal. Ejemplos de tales variaciones son los siguientes: los volúmenes de reacción (por ejemplo, 29 frente a 30 μ l), la temperatura de recocido (por ejemplo, $\pm 1^\circ$ C) y/u otras variaciones pertinentes. Los experimentos deben ser realizados al menos por triplicado. La respuesta de un ensayo respecto a estos pequeños cambios no debe desviarse más de ± 35 % en los experimentos de reproducibilidad de la respuesta obtenida en las condiciones originales.

24. La adecuación de la comprobación de la solidez debe ser demostrada método por método. Por ejemplo, para un método de PCR en tiempo real, se deben tomar en consideración los siguientes factores y su origen o fuente: diferentes modelos de termociclador, polimerasa del ADN, uracil-n-glicosilasa, concentración de cloruro de magnesio, concentración cebadora directa e inversa, concentración de sonda, perfil de temperatura, perfil temporal, dNTP (incluidas las concentraciones dUTP, si procede).

Sensibilidad

25. Para un método cuantitativo de PCR, se debe obtener una relación lineal del valor Ct como una función del logaritmo de la concentración del molde en todo el rango del método. Se debe informar del coeficiente de correlación, la intersección con el eje y y la pendiente de la línea de regresión. El porcentaje residual de cada uno de los calibradores debería ser idealmente $\leq 30\%$.

26. Además de informar sobre los parámetros de la curva, se propone definir qué rango de pendiente resulta aceptable a fin de realizar la cuantificación, ya que también es importante calcular la eficiencia de la reacción. (Por ejemplo, -2,9 a -3,3 para la detección de ADN o los valores óptimos correspondientes, que indican una eficiencia de la amplificación cercana a 100 %).

27. En los casos en los que un laboratorio emplee el método Δ CT en vez de un método cuantitativo basado en la calibración, el analista será responsable de garantizar que la cantidad general de ADN esté comprendida en el intervalo para el que se validó el ensayo.

Selectividad

28. La selectividad del método debería demostrarse aportando pruebas experimentales. Dicha demostración debería incluir el análisis de muestras que contengan una mezcla de ADN diana de un ADN que no lo sea en las que se comprueben realmente los límites de la detección (en caso de ser adecuados para el rango dinámico). Puesto que el método debería ser selectivo para el ADN diana, solo debería dar un resultado positivo con una matriz de alimentos que contenga el ADN diana.

29. Los cebadores y las sondas deberían haber sido objeto de comprobación con respecto a datos pertinentes de la secuencia en busca de posibles homólogos con otras secuencias que podrían encontrarse en las matrices previstas según el uso buscado. Después de tal evaluación, la selectividad debería demostrarse experimentalmente.

30. Para los ensayos selectivos del ADN diana. Las pruebas experimentales de la selectividad del ADN diana deberían comprender los siguientes elementos:

- Ensayos de al menos diez muestras de diferentes lotes de alimentos o ingredientes que carezcan de secuencias del ADN diana, aunque las muestras deberían contener ADN específico del taxón. Todos estos ensayos deberían tener un resultado negativo. Por ejemplo, si el ADN diana corresponde a una transformación específica de una planta de ADN recombinante, podrían tomarse muestras de otras incidencias de transformación (no correspondientes a la diana), así como de plantas de ADN no recombinante que pertenezcan a la misma especie vegetal.
- Debería someterse a ensayo un número apropiado de muestras de ADN de cada fuente.
- Deberían analizarse dos réplicas para cada muestra de ADN, que darán resultados dentro de un valor Ct de 0,5.

31. Los resultados de los ensayos deberían mostrar claramente que no se observan efectos significativos sobre la lectura de los instrumentos o de tipo químico.

32. Para los ensayos sobre secuencias específicas del taxón de ADN. Entre las pruebas experimentales de la selectividad del taxón deberían encontrarse las siguientes:

- Ensayos de un mínimo de diez muestras de diferentes lotes de alimentos o ingredientes procedentes de organismos pertenecientes al taxón de interés, pero clasificados en distintos subtaxones. Todos estos ensayos deberían tener un resultado positivo. Por ejemplo, si la especificidad del taxón se corresponde presuntamente con una especie vegetal como el maíz, las muestras podrían corresponder a variedades de maíz con diferentes orígenes genéticos.

- Ensayos de un mínimo de diez muestras de diferentes lotes de alimentos o ingredientes similares procedentes de organismos no pertenecientes al taxón de interés, que pueden estar presentes en las matrices de alimentos pertinentes. Todos estos ensayos deberían tener un resultado negativo. Por ejemplo (y continuando con el ejemplo anterior), si los diez ensayos primeros se aplicaron a distintas harinas de maíz, en el segundo grupo de ensayos podría resultar adecuado someter a prueba harinas de trigo, soja o arroz.
- Debería someterse a ensayo un número apropiado de muestras de ADN de cada fuente.
- Deberían analizarse dos réplicas para cada muestra de ADN, que darán resultados dentro de un valor Ct de 0,5.

33. Los resultados de los ensayos mostrarán claramente que no se observan efectos significativos sobre la lectura de los instrumentos o de tipo químico.

Conformidad

34. Al igual que para cualquier método, la conformidad de un método debería determinarse comparando resultados de análisis de un material de referencia con el valor conocido o asignado para dicho material de referencia. Debería tenerse en cuenta la repercusión de los efectos de la matriz de muestra, particularmente cuando esta difiere de la del material de referencia.

35. Un valor de conformidad de $\pm 25\%$ con respecto a la fase de la PCT debería resultar aceptable en todo el rango dinámico.

REFERENCIAS DEL ANEXO II

AOAC (2002). International Methods Committee: Guidelines for Validation of Qualitative and Quantitative Food Microbiological Official Methods of Analysis.

Cankar K, Štebih D, Dreo T, Žel J, Gruden K (2006). Critical points of DNA quantification by real-time PCR-effects of DNA extraction method and sample matrix on quantification of genetically modified organisms. *BMC Biotechnol.* 6(37).

Chapela MJ, Sotelo CG, Pérez-Martín RI, Pardo MA, Pérez-Villareal B, Gilardi P y Riese J (2007). Comparison of DNA extraction methods from muscle of canned tuna for species identification. *Food Control.* 18(10):1211-1215.

Horwitz E. ISO/AOAC/IUPAC Harmonized Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (1995). *Pure and Applied Chemistry* 67:331-343.

Huebner P, Waiblinger HU, Pietsch K and Brodmann P (2001). Validation of PCR methods for quantitation of genetically modified plants in food. *Journal of AOAC International* 84(6):1855-1864.

Kay S y Van den Eede G (2001). The limits of GMO detection. *Nature Biotechnology* 19(5):504.

Turci M, Sardaro MLS, Visioli G, Maestri E, Marmioli M y Marmioli N (2010). Evaluation of DNA extraction procedures for traceability of various tomato products. *Food Control.* 21(2):143-149.

ANEXO III: VALIDACIÓN DE UN MÉTODO CUALITATIVO DE PCR

Introducción

1. Un método cualitativo de PCR debería ser validado en la medida de lo posible en la misma manera en que se pretende usar para los análisis habituales, lo que implica que se debe demostrar que la sensibilidad del método es tal que se puede confiar en que detectará una muestra positiva y no dará muchos falsos resultados positivos.
2. Debido a su naturaleza, los ensayos cualitativos están orientados a la identificación por encima/por debajo de un límite de detección. Al igual que el límite de detección en los métodos cuantitativos, el límite de detección de un método cualitativo se puede definir como la concentración en la que una muestra positiva arroja resultados positivos en al menos el 95 % de las ocasiones. Por lo tanto, el porcentaje de falsos resultados negativos debe ser de 5 % o menos. También se expresa como ratio o porcentaje.

Tasa de falsos resultados positivos

3. Es la probabilidad de que una muestra de ensayo que se sabe que es negativa sea clasificada como positiva por el método. Para mayor facilidad, esta tasa se puede expresar porcentualmente:

$$\% \text{ falsos resultados positivos} = 100 \times \frac{\text{número de muestras negativas conocidas mal clasificadas}}{\text{número total de muestras negativas conocidas}}$$

Tasa de falsos resultados negativos

4. Es la probabilidad de que una muestra de ensayo que se sabe que es positiva sea clasificada como negativa por el método. Para mayor facilidad, esta tasa se puede expresar porcentualmente:

$$\% \text{ falsos resultados negativos} = 100 \times \frac{\text{número de muestras positivas conocidas mal clasificadas}}{\text{número total de muestras positivas conocidas}}$$

Nota: Dado que existen diferentes definiciones en uso para las tasas de falsos resultados positivos y falsos resultados negativos, en el informe de validación se deberá explicitar cuál se ha utilizado.

5. Para demostrar la tasa de falsos resultados negativos de un ensayo cualitativo, se debe analizar una serie de muestras con una concentración constante y conocida de material positivo en un conjunto de material negativo y se deben evaluar los resultados. Cabe señalar que los conceptos de intervalos de confianza e incertidumbre estadística también deben ser aplicados al riesgo de falsos resultados positivos y/o negativos. El nivel deseado de confianza determina el número y el tamaño de los conjuntos en los que se deben realizar ensayos.

Solidez

6. Como ocurre con todos los métodos validados, se deberían realizar esfuerzos razonables para demostrar la solidez del ensayo. Para ello, es necesario optimizar e investigar cuidadosamente la repercusión que tiene la introducción de pequeñas modificaciones en el método por razones técnicas, según se describe en el anexo correspondiente a la PCR cuantitativa.

ANEXO IV: VALIDACIÓN DE UN MÉTODO BASADO EN PROTEÍNA

ENSAYO CUANTITATIVO

1. La siguiente descripción del procedimiento es solo una de las varias posibles para realizar un ensayo inmunológico de detección de las proteínas de interés.
2. Por ejemplo, en el ELISA común para las proteínas, se mide la cantidad de la sustancia reportera procedente de una reacción enzimática. Se genera la curva típica trazando la densidad óptica (DO) en el eje y y la concentración de los estándares en el eje x, lo que da como resultado una curva de la respuesta a la dosis que utiliza una ecuación cuadrática u otro modelo de curva adecuado del método. Para obtener un valor cuantitativo preciso, la DO de las soluciones de muestra debe corresponder a la porción lineal de la curva de calibración. Si la DO es demasiado alta, la solución de muestra debe ser diluida hasta que la densidad óptica esté dentro del rango de cuantificación del ensayo. La concentración del analito proteínico en la muestra original se calcula corrigiendo todo factor de dilución que se introdujo para preparar la muestra a efectos de su aplicación a la microplaca. El peso inicial de la muestra, el volumen de líquido de extracción y las diluciones posteriores se usan para calcular el factor de dilución.
3. Se pueden utilizar diferentes controles para demostrar el rendimiento del ensayo. Puede introducirse en paralelo una muestra testigo, como un pozo vacío o una solución tamponada, para determinar las respuestas iniciales que se obtendrán de la muestra y las respuestas de calibración, si se desea. Se usará una muestra de control negativa (es decir, una solución de extracción de la matriz de la que se sabe que no contiene el analito) para demostrar todas las respuestas no específicas o los efectos de interferencia de la matriz que se producen en el ensayo. Se puede realizar un control positivo o una extracción de la matriz incrementada con una cantidad conocida del analito para demostrar la exactitud del ensayo. Se pueden aplicar estándares y muestras en un número adecuado de réplicas para evaluar la precisión del ensayo. Pueden realizarse muestras testigo, controles negativos, controles positivos, materiales de referencia, extracciones del material de referencia y réplicas en cada microplaca para controlar las variaciones de una placa a otra.

MATERIALES DE REFERENCIA

4. Cuando procede, el material de referencia es la misma matriz que la muestra de análisis que va a ser objeto de ensayo. Suele incluir materiales de control negativo y de referencia positiva. Por ejemplo, si la matriz que va a ser objeto de ensayo es semilla de soja, el material de referencia normalizado positivo sería la harina de soja que contenga una proporción conocida de proteína de interés. También se puede utilizar una muestra pura o una extracción de la proteína de interés, siempre que el uso de dichos materiales proteínicos de referencia haya sido validado para la matriz de que se trate. En algunos casos, la matriz de referencia podría no estar disponible. El acceso a los materiales de referencia es importante en el desarrollo, la validación y el empleo de ensayos inmunológicos para analizar las proteínas que se encuentran en la matriz de alimentos. Se debe utilizar material de referencia de la mejor calidad disponible para cumplir los reglamentos y los requisitos de los ensayos.
5. En los casos en que los alimentos o los ingredientes de los alimentos están disponibles con y sin el analito, es bastante sencillo preparar una muestra de control con una proporción conocida del material diana. En otros casos, la generación de muestras de control para ciertas matrices y analitos puede ser una tarea difícil. La estabilidad y la uniformidad son cuestiones importantes. Por ejemplo, si la matriz que debe ser objeto de ensayo se compone de una mezcla de materiales, el operador necesitará combinar materiales de tal manera que se pueda lograr una muestra homogénea de control que contenga una proporción conocida de la proteína. La estabilidad de estos materiales debería ser evaluada en condiciones de almacenamiento y de ensayo.

VALIDACIÓN DE UN MÉTODO CUANTITATIVO BASADO EN PROTEÍNA

6. Los principios de validación del método definidos en la norma armonizada ISO/UIQPA/AOAC son de aplicación a los métodos de proteína.
7. Los parámetros de validación de métodos cuantitativos comprenden la exactitud/conformidad, la selectividad, la eficiencia de la extracción, la sensibilidad, el rango de cuantificación, la precisión, la solidez, la aplicabilidad y la practicabilidad.

8. La exactitud se pone de manifiesto midiendo la recuperación del analito procedente de muestras complementadas y se expresa como la recuperación media en varios niveles del rango cuantitativo.
9. La recuperación de proteínas debería determinarse comparando resultados de análisis de un material de referencia con el valor conocido o asignado para dicho material de referencia. Debería tenerse en cuenta la repercusión de los efectos de la matriz de muestra, particularmente cuando esta difiere de la del material de referencia. La recuperación debería situarse entre 70 y 120 %.
10. La eficiencia de extracción es una medición de la eficiencia de un método determinado de extracción en la separación del analito proteínico de la matriz. Se expresa como porcentaje de analito recuperado de la muestra. Puede resultar difícil demostrar verdaderamente la eficiencia del procedimiento de extracción. Podría no haber un método alternativo de detección con el que comparar los resultados del ensayo inmunológico. Un método para abordar la eficiencia de extracción consiste en poner de manifiesto la recuperación del analito de la proteína diana a partir de cada tipo de fracción de alimento mediante extracción exhaustiva, es decir, la extracción repetida de la muestra hasta que no se detecta más proteína.
11. La precisión interna del ensayo describe el grado de variación que se produce en el mismo. Se puede evaluar determinando la variación (% del coeficiente de variación) entre las réplicas que han sido objeto de ensayo en varias concentraciones de la curva típica y en la variación reunida (RSDr) derivada de los valores de absorción en estándares de ensayos independientes realizados en fechas diferentes. La precisión entre ensayos describe la variación que tiene lugar entre ensayos diferentes y que se puede medir analizando las muestras de control de calidad de cada microplaca. Las muestras de control de calidad necesarias se componen de dos conjuntos de extracciones, una extracción de muestras que contienen el analito diana y una de las muestras de control. Si la proteína es estable en el extracto, puede almacenarse congelada. Posteriormente, se descongelaría una porción y se sometería a ensayo en cada microplaca. La precisión del ensayo se puede evaluar a lo largo del tiempo y se expresa como porcentaje del coeficiente de variación.
12. La desviación típica de la repetibilidad relativa (RSDr) debería ser ≤ 25 % por encima de todo el rango dinámico del método.
13. La desviación típica de la reproductibilidad relativa (RSDR) debería ser inferior al 35% en la concentración diana y superior a la mayoría del rango dinámico, excepto en el límite de la cuantificación, donde tal desviación típica podría ser mayor.
14. La concordancia de la disolución o linealidad se utiliza para evaluar que el ensayo pueda dar resultados equivalentes independientemente del punto en el que la densidad óptica de la muestra se interpola en el rango cuantitativo de la curva típica. A fin de realizar estos experimentos, en condiciones ideales las muestras que dan positivo para la proteína diana se diluyen de tal manera que en por lo menos tres disoluciones se obtengan valores que cubran el rango cuantitativo de la curva. El coeficiente de variación de los resultados ajustados de varias disoluciones de un solo extracto de la muestra debería ser de ≤ 20 % en condiciones ideales.

Límite de detección (LD) y límite de cuantificación (LC)

15. Merece la pena observar que si se fijan un límite de detección (LD) o un límite cuantitativo (LC) muy inferiores al rango en el que se pretende utilizar el método, no es necesaria una determinación exacta. Así sucedería, por ejemplo, cuando el LD se encontrase en el rango de 1 ng/kg, en tanto que el rango de la validación del método abarcase solo las concentraciones en $\mu\text{g}/\text{kg}$.
16. Para estimar el LD, es práctica habitual asumir que es la fuerza de la señal de una muestra testigo aumentada en tres veces la desviación típica de la muestra testigo. Este método da como resultado, como mucho, una estimación, y se basa en una distribución gaussiana típica de las mediciones de la muestra testigo alrededor de cero. De manera general, esto se puede asumir para métodos como ELISA, aunque la mejor manera de determinar el LD es mediante experimentos. El LD también se define normalmente como una concentración igual al estándar inferior utilizado en el ensayo, en el caso de que se obtenga un valor positivo consistente con dicho estándar.
17. Para los métodos cuantitativos es importante conocer si el LC de una matriz en particular es cercano a los valores que se deben medir.

Reactividad cruzada

18. La reactividad cruzada es el grado en que los análogos u otras moléculas pueden unirse a los anticuerpos de la detección. Este concepto debería clasificarse y describirse en el método. La falta de reactividad cruzada debería evaluarse mediante resultados experimentales extraídos de la comprobación del método con proteínas o moléculas de especies/variedades no diana y estrechamente relacionadas, así como de proteína diana purificada o de materiales de referencia positivos de control. La posibilidad de que se produzcan interferencias causadas por reactivos y material de laboratorio se puede evaluar sometiendo a ensayo extracciones de material libre de analito.

Efectos de la matriz

19. Si la respuesta del método se ve afectada por una sustancia en la extracción final, aparte del analito proteínico concreto, la respuesta no específica recibe la denominación de efecto de la matriz. Una manera de gestionar los efectos de la matriz consiste en demostrar que el método analítico arroja resultados similares con o sin la matriz de muestra presente en la extracción. Con este enfoque, se debe demostrar la ausencia de efectos de la matriz en todas las matrices en las que se vaya a aplicar el ensayo. Otro enfoque (aunque menos deseable) para gestionar los efectos de la matriz consistiría en preparar las soluciones estándar en extracciones de matrices libres de analito. Así se garantiza que los efectos de la matriz que pudieran producirse son coherentes con los estándares y las muestras.

Solidez

20. La solidez es una medida de la capacidad de un procedimiento analítico para no ser afectado por variaciones pequeñas pero deliberadas de los parámetros del método; proporciona una indicación de la fiabilidad del procedimiento en un uso normal. Ejemplos de tales variaciones son los siguientes: los volúmenes de reacción, la temperatura de incubación (por ejemplo, 1°C positivo y negativo para las incubaciones en horno y 4°C positivos y negativos para las incubaciones a temperatura ambiente) y/o otras variaciones pertinentes. Los experimentos deben ser realizados al menos por triplicado y se debe calcular la recuperación. La respuesta de un ensayo respecto a estos pequeños cambios no debe desviarse más de $\pm 30\%$ respecto a la respuesta obtenida en las condiciones originales.

ENSAYO CUALITATIVO

21. Los dispositivos de flujo lateral son herramientas útiles para la comprobación in situ o sobre el terreno, si bien otros ensayos inmunoabsorbentes como los métodos ELISA tradicionales también pueden utilizarse para los ensayos cualitativos. Con el fin de garantizar unos resultados fiables, deberían validarse los ensayos y una descripción de las características del rendimiento debería comprender la sensibilidad, la selectividad, la aplicabilidad, el límite de detección, la solidez, los efectos de la matriz y, si procede, el efecto de gancho.

VALIDACIÓN DE UN MÉTODO CUALITATIVO BASADO EN PROTEÍNA

22. Los mismos principios son de aplicación para los ensayos cualitativos basados en proteína que para los ensayos cualitativos de PCR. Estos enfoques, incluido el cálculo de las tasas de falsos resultados positivos y negativos, se pueden aplicar por lo tanto a los métodos basados en proteína. Por regla general, debido al carácter fiable de los métodos de flujo lateral basados en proteína, no se realizan por duplicado en cada muestra. Sin embargo, en el ensayo ELISA (debido a su naturaleza cuantitativa) suelen emplearse pozos duplicados.

Aplicabilidad

23. Se deberían indicar los analitos, matrices y concentraciones para los cuales puede utilizarse un método de análisis.

24. La extracción de proteína puede suponer un factor esencial en el rendimiento de un método de proteína y los tampones también pueden afectar al rendimiento de la etapa de detección. Por tanto, es necesaria una optimización cuidadosa para asegurar la fiabilidad de los métodos de detección basados en proteína. Se deberían establecer para el método los criterios para la determinación del LD. Para confirmar el LD de los ensayos cualitativos pueden utilizarse niveles de fortificación cercanos a dicho límite siempre que uno de los niveles utilizados cumpla el criterio de ser superior al LD aun estando cerca del mismo. Si bien estos procedimientos pueden dar una indicación del rendimiento del método, las muestras añadidas con

características bien conocidas (de estar disponibles) son la mejor matriz a partir de la cual se puede determinar la aplicabilidad de un método.

Practicabilidad

25. La practicabilidad del método debería evaluarse considerando parámetros como: la cantidad de muestras que puede procesarse en un tiempo dado, los costos fijos estimados de aplicación del método y el costo aproximado de la muestra, las dificultades prácticas del uso diario o en condiciones específicas, así como otros factores que podrían tener importancia para los operadores.

REFERENCIAS DEL ANEXO IV

Grothaus GD, Bandla M, Currier T, Giroux R, Jenkins GR, Lipp M, Shan G, Stave JW y Pantella V. (2006). Immunoassay as an Analytical Tool in Agricultural Biotechnology. *AOAC International* 89:913-928.

Guidelines for the Validation and Use of Immunoassays for Determination of Introduced Proteins in Biotechnology Enhanced Crops and Derived Food Ingredients. Lipton et al., *Food and Agricultural Immunology*, 2000, 12, 153-164.

Horwitz E. ISO/AOAC/IUPAC Harmonized Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (1995). *Pure and Applied Chemistry* 67:331-343.

ISO 21572:2004. Foodstuffs-Methods for the detection of genetically modified organisms and derived products-protein based methods. Ginebra: Organización Internacional de Normalización.

Mihaliak CA y Berberich SA (1995). Guidelines to the Validation and Use of Immunochemical Methods for Generating Data in Support of Pesticide Registration, in: Nelson JO, Karu AE and Wong RB (eds.) *Immunoanalysis of Agrochemicals: Emerging Technologies. ACS Symposium Series 586:288-300.*

Stave JW (1999). Detection of the new or modified proteins in novel foods derived from GMO: future needs. *Food Control* 10:367-374.

Rogan GJ, Dudin YA, Lee TC, Magin KM, Astwood JD, Bhakta NS, Leach JN, Sanders PR y Fuchs RL (1999). Immunodiagnostic methods for detection of 5-enolpyruvylshikimate-3-phosphate synthase in Roundup Ready(R) soybeans. *Food Control* 10(6):407-414.

USDA (2004). U.S. Department of Agriculture/Grain Inspection, Packers and Stockyards Administration Directive 9181.2. [En línea] <http://archive.gipsa.usda.gov/reference-library/directives/9181-2.pdf>.

ANEXO V – CRITERIOS ANALÍTICOS DE ACEPTACIÓN DE LOS CONTROLES E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS PARA LOS MÉTODOS CUANTITATIVOS DE PCR

1. Como mínimo, los criterios de aceptación siguientes son comunes a todos los métodos cuantitativos de PCR y son aplicables a cada proceso de PCR:

- La media de las réplicas del control diana positivo del ADN en una concentración pertinente se desvía menos de 3 desviaciones típicas del valor asignado. Cuando sea de aplicación, un control del ADN diana se define como ADN de referencia o ADN extraído de un material de referencia certificado o del que se sabe que es una muestra representativa positiva de la secuencia u organismo objeto de estudio. El control tiene la finalidad de demostrar cuál debería ser el resultado de los análisis de las muestras que contienen la secuencia diana.
- El control del reactivo de amplificación no supondrá una señal de amplificación por encima del ruido de fondo. El control del reactivo de amplificación se define como el control que contiene todos los reactivos, excepto el ADN molde extraído de la muestra. En lugar del ADN molde, se añade a la reacción un volumen correspondiente de reactivo sin ácido nucleico (como agua o tampón).

2. Para aceptar el resultado de una muestra desconocida, la desviación típica relativa de las réplicas de la muestra debería ser $\leq 35\%$.

**ALINORM 10/33/23
APÉNDICE IV****ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES REVISADAS SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA
MEDICIÓN****NOTAS EXPLICATIVAS DE LAS DIRECTRICES DEL CODEX SOBRE LA INCERTIDUMBRE DE
LA MEDICIÓN****(Para su inclusión como Anexo a las Directrices sobre la incertidumbre de la medición, CAC/GL 54-2004)****(En el trámite 5 del procedimiento)****1 ¿Qué es la incertidumbre de la medición?**

No siempre se tiene en cuenta que los resultados analíticos son variables ni la amplitud que dicha variabilidad puede tener, en particular cuando se determinan concentraciones bajas del mensurando (partes por mil millones). Tal como se indica en las Directrices, la mayor parte de los resultados analíticos cuantitativos adoptan la forma de “ $a \pm 2u$ ” o “ $a \pm U$ ”, donde “ a ” representa la mejor estimación del valor real de la concentración del mensurando (el resultado analítico), “ u ” es la incertidumbre típica hasta un nivel de confianza de 68% y “ U ” (igual a $2u$) es la incertidumbre expandida hasta un nivel de confianza de 95%. El intervalo “ $a \pm 2u$ ” representa un nivel de confianza del 95 % dentro del cual se encontraría el valor real. El valor de “ U ” o de “ $2u$ ” es el valor que los analistas usan y consignan normalmente; en lo sucesivo se denominará “incertidumbre de la medición” y puede calcularse de varias maneras diferentes.”

En el análisis de alimentos se usa la probabilidad aproximada del 95% ($2u$) para calcular la incertidumbre expandida. En otros sectores se puede especificar una probabilidad diferente.

Por tanto, la incertidumbre en la medición puede considerarse como la variabilidad en torno a los resultados comunicados, que se cuantifica como el valor “ U ” al considerar la incertidumbre expandida, y dentro de la cual se puede esperar que se encuentre el resultado “real”.

2 ¿Hay que calcular la incertidumbre de la medición en el Codex?

Sí, uno de los requisitos de la Norma sobre la acreditación, la ISO 17025:2005, que el Codex ha aprobado por referencia, es que debe calcularse la incertidumbre en la medición de un resultado y comunicarse si así se solicita, o en caso de que la incertidumbre afecte al cumplimiento del límite de una especificación como, por ejemplo, una norma del Codex (la Comisión del Codex Alimentarius ha elaborado directrices (CAC/GL 27-1997) que exigen la acreditación de los laboratorios que intervienen en la importación/exportación de alimentos con el fin de cumplir los criterios generales establecidos en ISO/IEC 17025). Dado que el Codex se ocupa de productos que circulan en el comercio internacional, es de prever que se pedirá que se indique la incertidumbre.

3 ¿Procede la incertidumbre en la medición tanto del muestreo como del análisis?

Se aplica al proceso de medición en su conjunto. Sin embargo, en estas orientaciones solo se examina la incertidumbre en la medición de los análisis.

4 ¿Cuál es la relación entre la incertidumbre de la medición, el resultado analítico y el método utilizado para obtener el resultado?

La incertidumbre de los resultados de un ensayo es uno de los factores para juzgar el cumplimiento de las normas. La incertidumbre de la medición no se asocia con un método, sino que los valores que se obtienen en la validación y/o en el control de la calidad de un método pueden utilizarse para calcular la incertidumbre de un resultado en algunos casos. La diferenciación entre la incertidumbre de la medición asociada con el resultado y la precisión obtenida durante la validación del método no es objeto a menudo de apreciación. Por consiguiente, la precisión observada para un método validado (la desviación típica de la repetibilidad o la reproducibilidad) no puede utilizarse sin reservas como la única estimación de la incertidumbre de la

medición. En especial, deben tenerse en cuenta factores adicionales tales como la incertidumbre asociada con el sesgo, el efecto de la matriz y la competencia del laboratorio.

5 Procedimientos para calcular la incertidumbre en la medición

Hay muchos procedimientos disponibles para calcular la incertidumbre en la medición de un resultado. Las directrices del Codex no recomiendan ningún planteamiento en particular, pero es importante que, independientemente del planteamiento que se utilice, el procedimiento sea fiable desde el punto de vista científico. Ningún planteamiento puede considerarse mejor que otro, siempre y cuando el procedimiento utilizado sea apropiado y fiable; esto significa que no haya ninguna “jerarquía” de los procedimientos reconocidos. Todos estos tipos de procedimientos pueden considerarse igualmente válidos.

En general, los procedimientos se basan en un planteamiento de componente por componente (“de abajo arriba”) o en un enfoque “de arriba abajo” que utiliza datos procedentes de ensayos en colaboración, estudios de aptitud, estudios de validación o muestras destinadas al control de calidad dentro del laboratorio, o bien en una combinación de dichos datos.

En las *Directrices para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos (CAC/GL 27-1997)*, se exige el uso de métodos validados y, por tanto, resulta más eficiente en cuanto a costos utilizar datos procedentes de los estudios de validación del método en lugar de emplear otro planteamiento (es decir, el planteamiento de componente por componente).

Los usuarios de los datos de validación deberían observar que entre las fuentes de incertidumbre no cubiertas por estudios de validación se encuentran las siguientes:

- el muestreo;
- el tratamiento previo;
- el sesgo vinculado al método;
- la variación en las condiciones;
- los cambios en la matriz de muestra.

Para los métodos aplicados dentro del ámbito para el que se hayan definido, cuando la etapa de conciliación revele que todas las fuentes identificadas se han incluido en el estudio de validación o cuando se muestre que las contribuciones de las demás fuentes son insignificantes, la desviación típica de la reproducibilidad $s_{R,}$ ajustada en relación con la concentración en caso de necesidad, podrá utilizarse como incertidumbre típica combinada.

Cabe señalar que se están elaborando otros procedimientos para la evaluación de la incertidumbre en la medición y que dentro de esta situación en evolución se harán otras recomendaciones en cuanto a los procedimientos aceptables. Se prevé que se elaborarán, a modo de ejemplo, procedimientos basados en resultados obtenidos de la participación en sistemas de pruebas de aptitud.

6 Consideraciones que deben tenerse en cuenta al calcular la incertidumbre de la medición en el contexto del Codex

Es importante que la exigencia de estimar la incertidumbre de la medición no imponga a los laboratorios una carga de trabajo adicional innecesaria.

Al decidir qué procedimiento se debe utilizar para calcular la incertidumbre de la medición en el contexto del Codex es importante tener en cuenta que el Codex ha adoptado varias medidas formales de garantía de calidad que han de ser aplicadas por los laboratorios de control. En particular, tales laboratorios deberían:

- cumplir una norma internacionalmente reconocida (actualmente la norma ISO/IEC 17025:2005); a tal cumplimiento contribuye el uso de procedimientos internos de control de la calidad;
- participar en sistemas de garantía de su aptitud;
- usar métodos validados.

Es esencial que la información proporcionada en aplicación de estos requisitos sea utilizada por los laboratorios al calcular la incertidumbre en sus mediciones para evitar que lleven a cabo trabajo innecesario. En el Codex, donde se hace gran hincapié en el uso de métodos de análisis “validados”, es decir, métodos validados a través de ensayos en colaboración, la información obtenida de tales ensayos puede utilizarse en muchas circunstancias.

Además, en determinadas situaciones puede utilizarse también para calcular la incertidumbre información derivada de procedimientos internos de control de calidad.

En esta sección se subraya una vez más que para el analista es importante que no haya duplicaciones innecesarias del trabajo.

7 Valores de las estimaciones de la incertidumbre de la medición

Las solicitudes de información sobre los valores previstos de las estimaciones de la incertidumbre de la medición no suelen estar respaldadas por los analistas. Sin embargo, los usuarios de datos analíticos y los clientes de los laboratorios que presentan tales datos piden frecuentemente tal información. Temen que algunos laboratorios subestimen su incertidumbre y, en consecuencia, notifiquen a sus clientes valores bajos, poco realistas, de la misma.

Para los análisis químicos que utilizan los valores de s_R obtenidos en ensayos en colaboración sería razonable prever que los valores de la incertidumbre (expandida) comunicada por los laboratorios sean del siguiente orden:

Concentración nominal	Incertidumbre típica expandida	Intervalo previsto de resultados*
100g/100g	4 %	96 a 104g/100g
10g/100g	5 %	9,5 a 10,5g/100g
1g/100g	8 %	0,92 a 1,08g/100g
1g/kg	11 %	0,89 a 1,11g/kg
100mg/kg	16 %	84 a 116mg/kg
10mg/kg	22 %	7,8 a 12,2mg/kg
1mg/kg	32 %	0,68 a 1,32mg/kg
< 100µg/kg	44 %	0,56 x concentración a 1,44 x concentración µg/kg

* Implica que los valores comprendidos dentro de estos intervalos pueden considerarse efectivamente como pertenecientes a la misma población analítica.

Cabe esperar que las incertidumbres en la medición notificadas por los laboratorios no superen en mucho el valor de la S_R a la concentración de interés si el laboratorio se encuentra en situación de “control analítico”. Se esperaría que los laboratorios con mucha experiencia que llevan a cabo análisis particulares con regularidad obtengan valores inferiores a los indicados más arriba.

8 Relación entre resultados analíticos, incertidumbre en la medición y factores de recuperación

En esta sección se trata de explicar la importancia de los resultados de análisis y su correspondiente incertidumbre en la medición y recuperación.

8.1 Incertidumbre de la medición

Es importante examinar la incertidumbre en la medición al decidir si una muestra cumple o no la especificación. Esta consideración tal vez no resulte pertinente al examinar una preocupación directa relacionada con la salud. La importancia de este aspecto puede ilustrarse con el ejemplo del diagrama siguiente, en el que se ve el caso más sencillo que se produce cuando las decisiones se adoptan a partir de una sola muestra experimental.

En el ejemplo siguiente el resultado de la prueba se compara con la especificación, que consiste en un nivel máximo.

Situación I

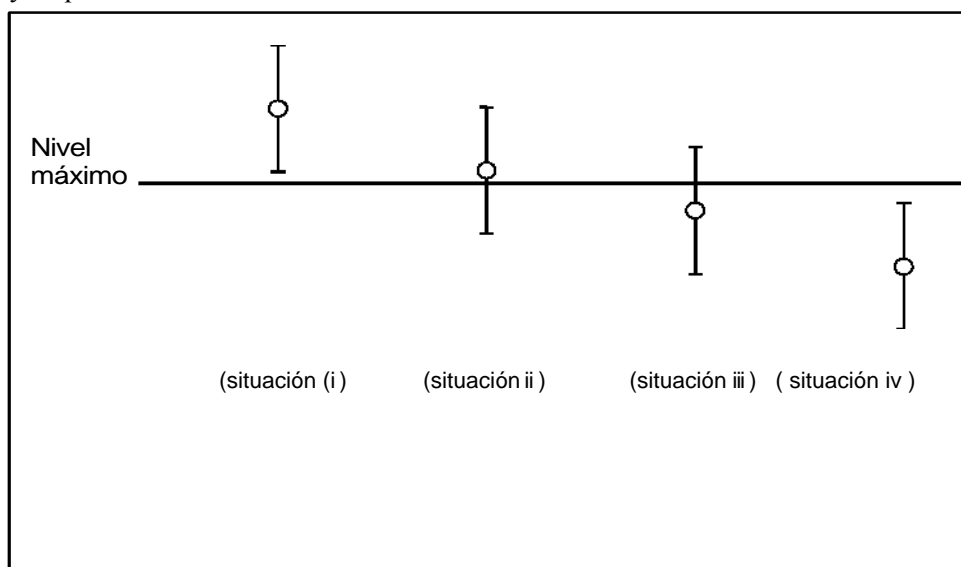
El resultado analítico y la incertidumbre en la medición superan el nivel máximo. El resultado indica que el analito medido en el lote de la muestra supera la especificación.

Situación II

El resultado analítico supera el nivel máximo en medida inferior a la incertidumbre de la medición, pero el extremo inferior de la incertidumbre en la medición es inferior al nivel máximo.

Situación III

El resultado del análisis es inferior al nivel máximo pero el extremo superior de la incertidumbre en la medición es mayor que el nivel.



Este diagrama pone de manifiesto la importancia de una definición de directrices claras a fin de permitir una interpretación sin ambigüedad de los resultados de un análisis con respecto a sus incertidumbres en la medición

Situación IV

El resultado analítico delimitado por la incertidumbre expandida en la medición es inferior al nivel máximo.

8.2 Recuperación

La Comisión del Codex Alimentarius ha aprobado por referencia las directrices de la UIQPA para el empleo de la información sobre la recuperación (véase CAC/GL 37-2001).

Cuando proceda y sea pertinente, los resultados analíticos se comunicarán corregidos para la recuperación y se deberá señalar cualquier corrección efectuada.

Si se ha corregido un resultado para tener en cuenta la recuperación, se deberá comunicar también el método utilizado a tal efecto. Siempre que sea posible se deberá mencionar el índice de recuperación.

Al establecer disposiciones para las normas, habrá que señalar si el resultado obtenido por un método utilizado para el análisis en el contexto de los controles de conformidad se comunica corregido para la recuperación o no.

9 Bibliografía útil

Las referencias siguientes no tienen el respaldo del Codex, salvo que así se especifique en otras directrices del Codex.

Guías para la estimación de la incertidumbre en la medición

Guide 98, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) ISO, Ginebra (1995).

EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Second Edition), EURACHEM Secretariat, BAM, Berlín, 2000. Puede descargarse gratuitamente de la siguiente dirección en Internet: <http://www.eurachem.ul.pt>.

Comité de Métodos de Análisis de la Royal Society of Chemistry: “Uncertainty of Measurement - Implications of its use in Analytical Science”, Analyst, 1995, 120 (9), 2303-2308.

ISO/TS 2 1748:2004 Guidance for the Use of Repeatability, Reproducibility and Trueness estimates in Measurement Uncertainty Estimation, ISO, Ginebra (2004).

Nota técnica 1297 del NIST (Edición de 1994): “Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results”.

Procedimiento n.º 5 del NMKL, 2ª edición (2003): “Estimation and Expression of Measurement Uncertainty in Chemical Analysis”.

UKAS (United Kingdom Accreditation Service), 2000: “The Expression of Uncertainty in Testing” Edición 1, Publicación del UKAS ref: LAB 12.

Informe técnico n.º 1/2007 de Eurolab. Measurement Uncertainty Revisited: Alternative Approaches to Uncertainty Evaluation. Puede descargarse gratuitamente de la página de Internet www.eurolab.org.

Nordtest, informe TR 537. Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories. Puede descargarse gratuitamente de la página de Internet www.nordtest.org (aunque este manual va dirigido a los analistas ambientales, los enfoques y ejemplos en él descritos pueden aplicarse a los resultados de ensayos en alimentos y piensos).

Procedimientos para la validación de métodos de análisis y eficacia de los métodos

“Precision of Test Methods”, Ginebra, 1994, ISO 5725. Las ediciones anteriores se publicaron en 1981 y 1986.

“Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies”, ed. W. Horwitz, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 33 1-343 (adoptado por el Codex).

Decisión 2002/657/CE de la Comisión Europea, por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados, DOCE L221 (2002), 8-36.

T.P.J. Linsinger, R.D. Josephs: Limitations of the application of the Horwitz equation, Trends Anal Chem 25 (2006) 11, 1125 - 1130

Validation of Chemical Analytical Methods. Procedimiento n.º 4 de la NMKL, tercera versión, 2009.

Acreditación, etc.

ISO/IEC 17025:2005: “General Requirements for the Competence of Testing and Calibration laboratories”, ISO, Ginebra (2005).

Documento de orientación n.º 1 de EURACHEM / Orientación n.º WGD 2 de WELAC: “Accreditation for Chemical Laboratories: Guidance on the Interpretation of the EN 45000 series of Standards and ISO/IEC Guide 25”.

Z., Ben-David, H., Mates, A. 2001 Proficiency testing as tool for ISO 17025 implementation in National Public Health Laboratory: a mean for improving efficiency. *Accreditation & Quality Assurance*, 6: 190-194.

Procedimiento n.º 3 de NMKL (1996) “Control charts and control samples in the internal quality control in chemical food laboratories”.

Örnemark, U., Boley, N., Saeed, K., van Berkel, P.M., Schmidt, R., Noble, M., Mäkinen, I., Keinänen, M., Uldall, A., Steensland, H., Van der Veen, A., Tholen, D. W., Golze, M., Christensen, J.M., De Bièvre, P., De Leer, W. B (ed). 2001.

Proficiency testing in analytical chemistry, microbiology, and laboratory medicine – working group discussions on current status, problems, and future directions. *Accreditation & Quality Assurance*, 6: 140-146.

Conformidad:

EURACHEM/CITAC Guide on the Use of uncertainty information in compliance assessment EURACHEM Secretariat, BAM, Berlín, 2007. Puede descargarse gratuitamente de la siguiente dirección en Internet <http://www.eurachem.ul.pt/>.

Terminología

ISO (2nd ed., 1993) VIM “International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology”. Ginebra.

ISO Guide 99, International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, 3rd Ed., VIM3, ISO, Ginebra (2008).