



## PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

### COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Cuadragésima primera reunión  
Virtual, 17 - 21 de mayo de 2021

#### DOCUMENTO DE DEBATE SOBRE CRITERIOS PARA SELECCIONAR MÉTODOS DEL TIPO II DE ENTRE LOS MÚLTIPLES MÉTODOS DEL TIPO III

Preparado por Suiza

#### Antecedentes

1. Con respecto a la inclusión de métodos analíticos del Codex en CXS 234-1999, es necesario aclarar los criterios para seleccionar el Tipo II apropiado (método de referencia) de entre varios métodos de Tipo III (métodos alternativos aprobados).
2. En la reunión CCMAS40 (2019) Suiza acordó preparar un documento de debate sobre los criterios para la selección de métodos de Tipo II de entre varios métodos de Tipo III ([REP19/MAS, párrafo 38](#)) para la próxima reunión del Comité.
3. El documento de debate inicial se publicó en febrero de 2020 (CX/MAS 20/41/10), en el que Suiza propuso varias reglas para facilitar la selección de un método de Tipo II cuando existen varios métodos de Tipo III.
4. Debido a la pandemia de Covid-19, y haciendo uso del tiempo adicional a disposición del Comité, se solicitaron comentarios a través de una CL (CL2020/31/OCS-MAS) para ayudar al desarrollo posterior del documento de debate. Se recibieron comentarios de Canadá, Japón, Tailandia y USP y se recopilaron en CX/MAS 20/41/10 Add.1.
5. Las reglas revisadas (Apéndice I) consideran estos comentarios, así como los comentarios recibidos por la Unión Europea y Chile.

#### Resumen de los cambios principales

6. Con la excepción del título, el término «criterio» se ha cambiado a «regla» para evitar confusiones con los criterios de rendimiento del método.
7. Se añadió un texto (nota de pie de página núm. 1) que reconoce que el proceso de toma de decisiones originalmente no tuvo en cuenta las preferencias regionales o el uso regular de tales métodos en el comercio internacional. Algunas de las reglas se formularon de nuevo y se cambió su orden en función de los comentarios y con el fin de aclararlas.
8. Se agregó un requisito previo adicional con respecto al uso de la plantilla de presentación de información técnica.
9. Se mencionó el enfoque de criterios para aclarar que no es aplicable en todos los casos (por ejemplo, solución de disputas comerciales internacionales).
10. Se incluyeron las notas a pie de página núm. 3 y 4 (incluyendo un ejemplo) para mayor claridad.
11. La Tabla 1 se actualizó de acuerdo con las reglas reorganizadas y los conocimientos del GTE sobre grasas y aceites.

#### Validación de las reglas

12. Para probar las reglas de selección propuestas, se utilizaron combinaciones específicas de producto y disposición con varios métodos de Tipo III que recoge el CXS 234 (consúltese el Apéndice II).
13. Las reglas también fueron probadas por el GTE sobre la revisión del conjunto de grasas y aceites, y su análisis se presenta en CX/MAS 21/41/4 (véase el Apéndice III).

**Conclusión**

14. A partir de los ejemplos de sodio y potasio en preparados para lactantes y de cobre en productos de grasa de leche (Apéndice II) y el análisis del GTE sobre la revisión del conjunto de grasas y aceites (Apéndice III), las reglas propuestas son adecuadas para la selección del Tipo II apropiado cuando existen varios métodos de Tipo III y, por lo tanto, pueden ayudar al CCMAS en el proceso de consideración y aprobación de métodos para su inclusión en CXS234.

**Recomendación**

15. Se invita al Comité a acordar las reglas propuestas que se presentan en el Apéndice I para su inclusión en el documento de información: [\*Orientación general respecto al proceso de presentación, examen y ratificación de métodos para su inclusión en la Norma CXS 234.\*](#)

**Apéndice I****Reglas para seleccionar métodos de Tipo II de entre varios métodos de Tipo III****Introducción**

Con frecuencia se proponen varios métodos analíticos para una combinación de producto y disposición. Sin embargo, solo uno de estos puede designarse como método de referencia (método de Tipo II). Los siguientes párrafos ofrecen orientación sobre la selección de un método de Tipo II de entre varios métodos de Tipo III.

**Métodos de análisis del Codex**

Según el Manual de procedimiento, los métodos analíticos del Codex están pensados principalmente como métodos internacionales para la verificación de las disposiciones de las normas del Codex. Deben utilizarse como referencia, en la calibración de métodos en uso o introducidos para fines de control y pruebas de rutina.

**Finalidad de los métodos de referencia (Tipo II)**

Definición según el Manual de procedimiento: Los métodos del Tipo II son los denominados métodos de referencia, que se utilizan cuando no se aplican los métodos del Tipo I. Se seleccionan de entre los métodos del Tipo III (según se definen más adelante). Se recomendará su uso en casos de controversia y para fines de verificación.

**Finalidad de los métodos alternativos aprobados (Tipo III)**

Según la descripción del Manual de procedimiento, un método de tipo III es aquel que cumple los criterios exigidos por el Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras para los métodos y puede utilizarse con fines de control, inspección o reglamentación.

Si hay varios métodos de Tipo III para la misma combinación de disposición y producto, se espera que estos métodos, aunque pueden usar enfoques diferentes, den lugar a decisiones equivalentes (conformes frente a no conformes).

**Situación actual**

Actualmente, solo se dispone de orientación general (según el Manual de procedimiento) para la clasificación de métodos analíticos como Tipo II o III. Por este motivo, proponemos aplicar las siguientes reglas<sup>1</sup>:

**Requisitos previos para su inclusión en las normas del Codex para métodos químicos o físicos de Tipo III**

- i. El método se valida de acuerdo con un protocolo reconocido internacionalmente y los datos de validación se publican.
- ii. El método debe cumplir con los criterios generales de desempeño del método en el Manual de procedimiento.
- iii. El método debe ser de fácil acceso, p. ej. desde los sitios web de SDO.
- iv. Los comités del Codex (de productos), las delegaciones de los países o las ONG que presenten métodos de análisis al CCMAS para su consideración deben proporcionar información técnica utilizando la plantilla MAS/40 CRD 28 (véase CCMAS40 CRD05)
- v. La validación cubre el rango analítico para la disposición (por ejemplo, LMR).

Consideraciones adicionales en los casos en que se comparan los resultados de varios métodos de Tipo III para la misma combinación de producto y disposición, y el enfoque de criterios no es una opción:

- i. Todos los métodos deben medir el mismo analito (entidad química concreta por determinar), especialmente si los métodos contienen pasos de análisis o preparación de la muestra diferentes (por ejemplo, vitamina B6 con o sin digestión enzimática). Si está disponible, la suposición puede confirmarse mediante un estudio de equivalencia.
- ii. Los métodos se validan preferiblemente en las mismas matrices. En ausencia de métodos que cubran el producto que figura en la disposición, se puede considerar un posible método adecuado validado en matrices de composición similar (en términos de contenido de grasas, proteínas y carbohidratos).
- iii. Verificar la disponibilidad de los resultados de las pruebas de aptitud<sup>2</sup> para detectar las diferencias sistemáticas entre los métodos.

<sup>1</sup> En algunas situaciones, el CCMAS puede decidir no aplicar estas reglas de selección, p. ej. por razones éticas, económicas o de seguridad. Esta decisión debe estar debidamente justificada.

<sup>2</sup> P. ej. NIST <https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/ir/2019/NIST.IR.8266.pdf>

**Reglas de decisión para elegir el mejor método (= Tipo II) de entre varios métodos de Tipo III<sup>3</sup>**

- i. Se preferirá el método explícitamente validado para el producto indicado: p. ej. si se requiere un método para el cobre en los preparados para lactantes, se preferirá un método validado específicamente para este producto a un método validado para la leche en polvo.
- ii. Se preferirá el método validado para el panel<sup>4</sup> más grande de matrices. P.ej. debería preferirse un método validado para fórmulas infantiles a base de leche y proteína de soja a un método validado solo para fórmulas infantiles a base de leche.
- iii. Se preferirá el método con la mejor selectividad.
- iv. Se preferirá el método con los mejores datos de precisión (si la diferencia de precisión es relevante para la pregunta formulada).
- v. Se preferirá el método en el que se incluyó en la validación un material de referencia certificado, preferiblemente de una matriz similar a la utilizada en el alcance del método.

---

<sup>3</sup> Las reglas de decisión deben considerarse en el orden en que se presentan.

<sup>4</sup> Un panel más grande significa diferentes tipos de una matriz. P. ej. el preparado para lactantes incluye proteína hidrolizada a base de leche, a base de soja.

**Apéndice II****Validación de las reglas de decisión propuestas**

Para probar las reglas de selección propuestas, se utilizaron combinaciones específicas de producto y disposición con varios métodos de Tipo III que recoge el CXS 234.

- Cobre en productos de grasa de leche (1 método de Tipo II, 2 de Tipo III y 1 de Tipo IV)
- Sodio y potasio en preparados para lactantes (1 método de tipo II y 3 de tipo III)

## 1 Cuadro 1: Reglas de selección para métodos de Tipo III / II

				Tipo III						Tipo II					
				Método fácilmente accesible	Validado según un protocolo internacional reconocido	Miden los mismos analitos que los otros métodos comparados	Validación cubre la disposición de ámbito analítico	Validados sobre las mismas matrices	Indican métodos con pasos analíticos similares	Resultados de la prueba de aptitud disponibles	Validado para el producto	Validado para matrices de panel más grande	Mejor selectividad	Mejores datos de precisión	Material de referencia certificado, incluido de preferencia un alcance de matriz similar
Sodio/potasio en preparados para lactantes	AOAC 2015.06	ICPMS	Tipo II	Sí	Sí	Sí	Sí	sí		?	Sí	Sí		Sí	Sí
	AOAC 2011.14	ICPOES	Tipo III	Sí	Sí	Sí	Sí	sí		?	Sí	Sí			Sí
	ISO 8070 IDF 119	FAAS	Tipo III era Tipo II	Sí	Sí	Sí	Sí	No	opción reducción a cenizas en seco	?	no, solo productos lácteos	Sí			sí, leche en polvo
	AOAC 986.24	ICPOES	era Tipo III	Sí	Sí	Sí	Sí	no	no hay norma interna	?					?
Cobre en productos de grasa de leche	AOAC 2015.06	ICPMS	Tipo II	Sí	Sí	Sí	Sí	sí		?	sí, mantequilla	Sí	x		sí, preparados para lactantes

ISO 5738 IDF 76	Fotometría	Tipo III	Si	Si	Si	Si	no		?	sí, mantequilla, grasa de leche	Si		Si	no
AOAC 2011.14	ICPOES	candidateo a Tipo III	Si	Si	Si	no	si		?	sí, mantequilla	Si			si, preparados para lactantes
AOAC 960.40	Fotometría	Tipo IV	Si	?	?	No	No		?	? ámbito no especificado para la mantequilla o la grasa de leche				?

Consideraciones sobre la selección del método Tipo II para sodio / potasio en preparados para lactantes:

- AOAC 986.24 no se puede considerar como Tipo II debido a la diferencia en los pasos analíticos en comparación con otros métodos de Tipo III, que pueden tener implicaciones en los resultados. Además, este método tiene «problemas de seguridad» (destrucción del ácido perclórico). El método está legítimamente revocado por el SDO y el CXS-234.
- ISO 8070 | IDF 119 tiene la opción de utilizar reducción a cenizas secas como preparación de muestras, lo cual no es apropiado para la determinación de sodio. Además, el método no está validado para preparados para lactantes. En conclusión, este método tiene varios inconvenientes en comparación con los otros dos métodos candidatos a Tipo II: AOAC 2011.14 y AOAC 2015.06
- Comparando AOAC 2015.06 y AOAC 2011.14, ambos validados en las mismas muestras, AOAC 2015.06 tiene mejores datos de precisión y, por lo tanto, debería preferirse como método de Tipo II. (MAS40 / CRD05 para datos de precisión)

Consideraciones sobre la selección del método Tipo II para cobre en productos de grasa de leche:

- La validación de AOAC 2011.14 no cubre el rango de la disposición y, por lo tanto, no puede considerarse como método de Tipo III. (MAS40/CRD06 para datos de precisión)
- Aunque el ISO 5738 | IDF 76 basado en fotometría parece tener mejores datos de precisión, el AOAC 2015.06 basado en ICP-MS tiene una mejor selectividad y, por lo tanto, debería preferirse como Tipo II.

### **Conclusiones**

Considerando los ejemplos del sodio y el potasio en los preparados para lactantes y del cobre en los productos de grasa láctea, las reglas propuestas son adecuadas para la selección del método de tipo II apropiado cuando existen varios métodos de tipo III, y por lo tanto pueden apoyar al CCMAS en el proceso de consideración y aprobación de métodos para su inclusión en el CXS234.

**Apéndice III****Consideraciones del GTe sobre grasas y aceites al aplicar las reglas propuestas en la selección de un método de Tipo II para la composición de ácidos grasos de los aceites de pescado**

El GTe sobre grasas y aceites aplicó las reglas sobre 6 (combinaciones de) métodos para determinar la composición de ácidos grasos en el aceite de pescado. Como se resume en la Tabla 2, los miembros llegaron a la misma conclusión para 5 (combinaciones de) métodos, mientras que no se obtuvo consenso para AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1a-13 (las opiniones de los revisores están disponibles [aquí](#)). Sin embargo, de los comentarios del GTe se entendió que AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1a-13 no son métodos sino más bien una guía sin datos de validación y deberían eliminarse de CXS 234 (como lo sugirieron dos revisores).

<b>Tabla 2: Método de clasificación del método GTe de grasas y aceites</b>	<b>Tipo</b>
AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1a-13	No hay consenso (III / IV / Eliminación)
AOCS Ce 1b 89	III
AOCS Ce 2b-11 y AOCS Ce 1i-07	III
AOCS Ce 2b-11 y AOCS Ce 1j-07	III
SO 12966-2 e ISO 12966-4	III
AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1i-07	II