

comisión del codex alimentarius



ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES
UNIDAS PARA LA AGRICULTURA
Y LA ALIMENTACIÓN

ORGANIZACIÓN
MUNDIAL
DE LA SALUD



OFICINA CONJUNTA: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROMA Tel: 39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Tema 2 del programa

CX/GP 01/2

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITE DEL CODEX SOBRE PRINCIPIOS GENERALES

16ª reunión, París, Francia, 23 – 27 de abril de 2001

CUESTIONES REMITIDAS POR LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS Y OTROS COMITÉS DEL CODEX

COMITE SOBRE HIGIENE DE LOS ALIMENTOS (33ª reunión, octubre de 2000)

El Comité decidió proponer una enmienda de su mandato para destacar su trabajo en la área de evaluación de riesgos y gestión de riesgos, y en pedir al CCGP que examinara la enmienda siguiente del mandato

Sección III del Manual de Procedimiento. Órganos auxiliares establecidos en virtud del Artículo IX.1 (B) (I)

Añadir al mandato del Comité del Codex sobre Higiene de los Alimentos las disposiciones siguientes:

- Indicar las zonas en las que es necesaria una evaluación de riesgos a nivel internacional, y establecer el orden de prioridades entre ellas, y plantear las preguntas a las que han de responder los evaluadores de riesgos;
- Examinar cuestiones de gestión de riesgos relacionadas con la higiene de los alimentos y con las actividades de evaluación de riesgos de la FAO y la OMS.¹

COMITE SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRAS (23ª reunión, marzo de 2001)

Antecedentes

El CCGP, en su 11ª reunión, pidió a los Comités encargados de elaborar *Directrices sobre la inclusión de disposiciones específicas en las normas y textos afines del Codex* que los examinaran y los redactaran de nuevo de un modo que los haga generalmente aplicables (ALINORM 95/33, párr. 50). En la sección de las *Directrices* sobre los métodos de análisis y de muestreo no se introdujo modificación alguna, porque el CCMAS todavía estaba examinando la cuestión de los criterios para la selección de los métodos y no se había concluido esta discusión.

La 14ª reunión del Comité tomó nota de que el Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (CCMAS) había emprendido el trabajo de revisión de los *Principios para el Establecimiento o la Selección de Directrices del Codex para el Muestreo*, así como de la subsección dedicada a los métodos de análisis y muestreo que figura en la sección del Manual de Procedimiento relativa a *las Relaciones entre los Comités del Codex sobre Productos y los Comités de Asuntos generales*. Se observó que este trabajo se había emprendido como consecuencia de las recomendaciones formuladas por el CCGP, en su 11ª reunión, a los Comités del Codex interesados. El Comité convino en que esas revisiones tenían por objeto asegurarse de

¹ ALINORM 01/13A, párr. 28-30, Apéndice III

que en el Manual de Procedimiento sólo figurasen cuestiones relacionadas con los procedimientos de la Comisión. Las directrices u otras recomendaciones destinadas más bien a los Gobiernos Miembros deberían retirarse del Manual de Procedimiento, una vez revisado convenientemente, para ser incorporadas al Codex Alimentarius después de su adopción por la Comisión.

CCMAS (23ª reunión, marzo de 2001)

El Comité sobre métodos de análisis y toma de muestras ha seguido examinando la aplicación de los criterios para evaluar métodos de análisis aceptables en varias reuniones. La 23ª reunión acordó aplicar el enfoque por criterios a los métodos del Tipo III y mantener los métodos del Tipo II para las situaciones de conflicto. El Comité propuso las siguientes enmiendas al Manual de Procedimiento para aclarar este enfoque:

- Criterios Generales para la Selección de Métodos de Análisis Mediante el Enfoque por Criterios
- Relaciones entre los Comités del Codex sobre Productos y los Comités de Asuntos Generales – Métodos de Análisis y Muestro

El Comité examinó también las Directrices para aclarar la aplicación del enfoque por criterios. Como se reconoció que las Directrices se deberían utilizar en el ámbito del Codex, el Comité acordó que se deberían incluir en el Manual de Procedimiento al final de la sección actual sobre “Principios para el Establecimiento de Métodos de Análisis del Codex” con el título siguiente:

- Directrices y Instrucciones de trabajo para facilitar la aplicación del enfoque por criterios en la selección de los métodos de análisis

En seguida a las recomendaciones del CCGP y del Comité Ejecutivo con respecto a la elaboración de textos destinados a los gobiernos y para inclusión en el Volumen 13 del Codex Alimentarius, el CCMAS también acordó preparar una nueva redacción de las Directrices actuales con fines de aplicación general por los gobiernos, para distribución en el Trámite 3 y examen en la siguiente reunión (ALINORM 01/23, párr. 33-34 y 41, Apéndice II).

Se invita al CCGP a examinar las enmiendas propuestas incluidas en el **Anexo 1**.

COMITE SOBRE SISTEMAS DE INSPECCION Y CERTIFICACION DE IMPORTACIONES Y EXPORTACIONES DE ALIMENTOS (9ª reunión, diciembre de 2000)

El Comité discutió la cuestión de la rastreabilidad y acordó informar el Comité sobre Principios Generales de su debate, como se indica a continuación (ALINORM 01/30A, párr. 110-114)

Rastreabilidad

110. La Delegación del Japón presentó un breve documento sobre la rastreabilidad¹ donde se observaba que este tema se había derivado a varios comités del Codex, o estaba siendo debatido por los mismos, incluido el CCFICS, el Comité sobre Pescado y Productos Pesqueros, el Grupo Especial sobre Alimentación Animal y el Grupo Especial sobre Alimentos Obtenidos por Medios Biotecnológicos. La Delegación afirmó que el concepto de rastreabilidad abarcaba una amplia gama de temas alimentarios. Señaló además que, al momento no había habido un foro en el Comisión del Codex Alimentarius donde hubiera existido un amplio debate y que el Codex todavía no había definido el propósito y la estructura de este concepto. La Delegación opinó que debido a la importancia de este concepto en relación a los sistemas de control para la importación y la exportación de los alimentos sería un tema apropiado para que lo debatiera el Comité. El Comité expresó su agradecimiento a la Delegación del Japón por haber planteado el tema y acordó que los puntos presentados deberán tratarse en la estructura del Codex.

111. A pedido del Presidente, la Secretaría señaló que los diversos Comités y Grupos Especiales del Codex habían llevado a cabo labores previas o actuales con respecto a la rastreabilidad, incluidos los Comités sobre la Higiene de los Alimentos, Etiquetado de los Alimentos y Aditivos Alimentarios y Contaminantes de los Alimentos, al margen de los órganos auxiliares mencionados por el Japón. La Secretaría señaló que las

¹ CRD 12

modalidades requeridas para los sistemas de rastreabilidad parecían estar incluidas en el mandato del CCFICS, mientras que la consideración de una definición del concepto para todo el Codex estaría lógicamente comprendida dentro de la labor del Comité sobre Principios Generales.

112. El Representante de la Comunidad Europea expresó que la rastreabilidad era un instrumento de la gestión de riesgos y como tal debía ser considerado por el Comité sobre Principios Generales. Asimismo, el Representante expresó que el tema no estaba relacionado exclusivamente con la inocuidad de los alimentos. Por ejemplo, con respecto al área de los alimentos orgánicos o alimentos de los que se afirmaba estar “libres de Organismos de Genética Modificada”, era asunto de garantizar la integridad del producto con relación a la confianza del consumidor. Debido a que era un concepto tan general, el Representante recomendó que el Comité sobre Principios Generales estableciera una definición y una orientación general.

113. La Delegación del Canadá, respaldada por varias delegaciones, señaló que hacía falta un documento de trabajo general sobre la situación y uso del concepto donde se recalcaran los problemas, los desafíos y las oportunidades para el Codex. La Delegación de la República de Corea expresó que era un tema importante para los sistemas relacionados con la inocuidad de los alimentos en el comercio internacional. El Representante de la Asociación Internacional de Organizaciones para Alimentos de Consumo propuso que se considerara un método “de abajo hacia arriba”, que permitiera que los comités individuales derivaran, como parte de sus mandatos, una definición más general de la aplicación práctica del concepto. La Delegación de los Estados Unidos opinó que, más que la definición, se recalcará el propósito y la aplicación del concepto. La Delegación de Nueva Zelandia opinó que debía reverse la experiencia contemporánea con respecto al uso del concepto a nivel nacional con ejemplos incluidos en cualquier documento de discusión.

114. El Comité acordó que, con arreglo a su mandato, tenía la responsabilidad de considerar la labor en esta área y que se necesitaba un debate de importancia sobre el tema en su próxima reunión. En vista del interés suscitado con respecto al tema y la participación en el mismo en todo el sistema, el Comité recomendó que la Secretaría preparara un documento corto para que fuera considerado por la Comisión del Codex Alimentarius en su próxima reunión con el fin de obtener la orientación de la Comisión sobre este tema. Mientras tanto, se informará sobre esta recomendación a los otros Comités y Grupos Especiales pertinentes incluido el Comité sobre Principios Generales.

COMITE SOBRE METODOS DE ANALISIS Y TOMA DE MUESTRA
PROPUESTAS DE ENMIENDAS AL MANUAL DE PROCEDIMIENTO

1ª PARTE . ENMIENDAS A LAS SECCIONES ACTUALES

1. PRINCIPIOS PARA EL ESTABLECIMIENTO DE MÉTODOS DE ANÁLISIS DEL CODEX¹

Añadir la nueva subsección siguiente al final de los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis*:

Criterios generales para la selección de métodos de análisis conforme al enfoque por criterios

En el caso de los métodos del Codex del Tipo III, podrán identificarse criterios sobre métodos y cuantificarse valores para incorporarlos en la correspondiente norma del Codex para el producto en cuestión. Los criterios sobre métodos que se elaboren incluirán los criterios que figuran en la Sección Métodos de análisis, párrafo (c) *supra*, junto con otros criterios aprobados, por ej. factores de recuperación.”

2. RELACIONES ENTRE LOS COMITÉS SOBRE PRODUCTOS Y LOS COMITÉS GENERALES – MÉTODOS DE ANÁLISIS Y DE MUESTREO²

Añadir los nuevos párrafos siguientes al final de la sección “*Procedimiento normal*”:

“El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras evaluará el funcionamiento analítico efectivo del método, según se ha determinado durante su validación. Se tendrán en cuenta a tal efecto las características de precisión apropiadas, obtenidas en ensayos en colaboración que hayan podido realizarse sobre el método, junto con los resultados a que se ha llegado en otros trabajos de elaboración realizados durante la elaboración del método. El conjunto de criterios que se elaboren formará parte del informe de ratificación por el Comité del Codex sobre Método de Análisis y Toma de Muestras y se incluirá en la correspondiente norma del Codex para el producto en cuestión.

Además, el Comité del Codex sobre Método de Análisis y Toma de Muestras identificará los valores numéricos aplicables a los criterios a los que desearía que tales métodos se ajustaran”.

2ª PARTE – NUEVA SECCIÓN POR AÑADIR EN LOS PRINCIPIOS PARA EL ESTABLECIMIENTO DE MÉTODOS DE ANÁLISIS DEL CODEX

PROYECTO DE DIRECTRICES Y INSTRUCCIONES TRABAJO PARA FACILITAR EL ENFOQUE POR CRITERIOS PARA LA SELECCION DE METODOS DE ANALISIS PARA LOS FINES DEL CODEX

(Por añadir al final de los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis*):

INTRODUCCIÓN Y ANTECEDENTES

La Comisión del Codex Alimentarius (CAC) ha ratificado en el pasado métodos de análisis específicos para los fines del Codex. Estos métodos de análisis tienen que cumplir con los criterios de calidad establecidos en el Manual de Procedimiento del Codex. Sin embargo, la Comisión recién adoptó el “enfoque por criterios” (enfoque basado en el funcionamiento de los métodos) para la selección de los métodos de análisis en algunas situaciones. Este enfoque permite ratificar más bien los criterios para los métodos que los métodos específicos en la Comisión.

¹ Manual de Procedimiento, 11ª edición, p. 74-75

² Manual de Procedimiento, 11ª edición, p. 98-99 4

Estas Directrices destacan instrucciones de trabajo indicando como y cuando este nuevo enfoque debería ser utilizado en los Comités sobre productos al recomendar métodos de análisis al fin de ratificación por el Comité del Codex sobre métodos de análisis y toma de muestras, y su aceptación final por la Comisión.

SISTEMA ACTUAL

El actual procedimiento para la adopción de métodos de análisis en el marco del Sistema del Codex estipula que el CCMAS examine y ratifique los métodos de análisis propuestos por los Comités sobre Productos al elaborar sus normas del Codex. Además, el CCMAS puede proponer métodos de análisis de aplicación general (por ej. elementos traza). Los métodos de análisis propuestos por los Comités sobre Productos o por el CCMAS pueden ser métodos del Codex del Tipo I, II, III o IV; estos tipos se definen en las Directrices sobre Métodos de Análisis y Muestreo del Codex que figuran en el Manual de Procedimiento del Codex. En las Directrices se reconoce que fundamentalmente existen dos clases de métodos de análisis, es decir:

- ◆ definición de procedimientos empíricos, en que el resultado del análisis depende del método (por ej. la determinación del contenido de “grasa” de un alimento),
- ◆ la determinación de una entidad química discreta en que los resultados del análisis no dependen en principio de los métodos (conocidos a veces como métodos racionales).

Además, para los métodos de análisis específicos debería darse preferencia a los métodos de análisis cuya fiabilidad ha sido establecida respecto de los criterios siguientes, seleccionados según proceda:

- ◆ especificidad
- ◆ exactitud
- ◆ precisión; repetibilidad intralaboratorio (en el mismo laboratorio), reproducibilidad interlaboratorios (en el mismo laboratorio y en otros laboratorios)
- ◆ límite de detección
- ◆ sensibilidad
- ◆ practicabilidad y aplicabilidad en condiciones normales de laboratorio
- ◆ otros criterios que puedan seleccionarse según proceda.

y, además,

- ◆ el método seleccionado debería elegirse sobre la base de su practicabilidad y debería darse preferencia a los métodos que puedan aplicarse para uso sistemático,
- ◆ todos los métodos de análisis propuestos deberían concernir directamente a la norma del Codex a la que se destina,
- ◆ debería darse preferencia a los métodos de análisis que puedan aplicarse uniformemente a varios grupos de productos respecto de los métodos que sólo son válidos para determinados productos,
- ◆ debería darse preferencia a los métodos de análisis oficiales elaborados por organizaciones internacionales que se ocupan de alimentos o grupos de alimentos.

NUEVO PLANTEAMIENTO

El nuevo planteamiento se aplicará solamente para determinar analitos químicos específicos (es decir, métodos del Tipo III). No se aplicará a los métodos de análisis de definición del Tipo I: no obstante, se ha de señalar que la mayor parte de los métodos empíricos (es decir, los métodos del Tipo I) exigidos por la Comisión del Codex Alimentarius han sido ya adoptados por la Comisión. Los métodos empíricos específicos ya adoptados por la Comisión quedan vinculados a la norma correspondiente. No es necesario revisarlos, a no ser que se revise la norma en cuestión. En tal caso el Comité del Codex sobre el producto en cuestión deberá recomendar todavía un único método del Tipo I, que será evaluado por el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestra por su propio valor.

Cuando el Comité del Codex sobre el producto en cuestión elabora una norma y el método de análisis correspondiente, el Comité decidirá si el método que ha de elaborarse es un procedimiento empírico del Tipo I, un método del Tipo II, un procedimiento racional del Tipo III o un procedimiento del Tipo IV. El Comité del Codex sobre el producto en cuestión procederá luego conforme a las pautas siguientes:

Métodos del Tipo I

En el sistema actual es un método que determina un valor al que sólo puede llegarse en términos del método propiamente dicho y sirve por definición como único método para establecer el valor aceptado de la determinación del elemento en cuestión.

El procedimiento para los métodos del Tipo I sigue siendo como hasta ahora, es decir, se aplican métodos específicos a la norma para el producto en cuestión y se examinan luego para su ratificación por el CCMAS. Como los métodos del Tipo I son empíricos, es decir, el resultado analítico está íntimamente ligado al método aplicado para obtener dicho resultado, no es oportuno separar la especificación y el método para determinar dicha especificación.

El Comité sobre el producto en cuestión seleccionará como hasta ahora el método del Tipo I apropiado. Se le exigirá que satisfaga los criterios indicados anteriormente. El método se enviará al CCMAS para su examen y ratificación. No habrá ningún cambio respecto al sistema actual.

El número de métodos del Tipo I que habrá de ratificar el CCMAS disminuirá en el futuro, ya que disminuye el número de especificaciones vinculadas al producto específico en cuestión sin métodos vinculados. En el ámbito internacional, existe la tendencia a considerar que los aspectos de inocuidad del alimento tenga mayor importancia que los aspectos de composición/producto. El Codex está siguiendo esta tendencia y, en consecuencia, la mayoría de los métodos remitidos por Comités del Codex “activos” se referirán a sustancias químicas discretas identificables (es decir, serán métodos del Tipo II o III). Además, existe la tendencia a que haya “pocos” métodos diferentes para cualquier procedimiento empírico específico y, por consiguiente, la posición analítica es relativamente “estable” a lo largo de tiempo.

Métodos del Tipo II y III

Tipo II: Método de referencia: Se mantienen los métodos del Tipo II.

Tipo III: Método alternativo aprobado: En el sistema actual es un método que satisface los criterios exigidos por el Comité del Codex sobre el Método de Análisis y Toma de Muestras para los métodos que pueden utilizarse para fines de control, inspección o reglamentación.

El Comité del Codex sobre el producto en cuestión podrá continuar proponiendo un método de análisis apropiado para la entidad química que ha de determinarse, o elaborar un conjunto de criterios a los que deberá ajustarse el método aplicado para la determinación en cuestión. Se espera que el Comité del Codex sobre el producto en cuestión considerará más conveniente recomendar un método específico y pedir al CCMAS que “convierta” dicho método en criterios apropiados. El CCMAS ratificará luego dichos criterios, que formarán parte de la normas del Codex para el producto en cuestión sustituyendo al método de análisis recomendado. Si es el Comité del Codex sobre el producto en cuestión quien elabore los criterios en vez de asignar esta tarea al Grupo de Trabajo de Ratificación del CCMAS, dicho Comité deberá seguir las instrucciones establecidas para la elaboración de criterios específicos, que se describen más adelante. Estos criterios deberán ser aprobados/recomendados para la determinación en cuestión.

Sin embargo, los Comités sobre los productos son principalmente responsables de la selección de los métodos de análisis y de los criterios. Si un Comité sobre los productos no puede establecer un método de análisis o los criterios a pesar de varias solicitudes, el CCMAS puede proponer un método adecuado y “convertir” este método en unos criterios adecuados.

Cuando el CCMAS ratifica, o recomienda, un método del Tipo II o III, examina la aplicabilidad del método en una determinada situación. En ocasiones, el CCMAS examina para ratificación varios métodos aplicados para el mismo tipo de determinación: uno de ellos será seleccionado, a menudo sobre bases arbitrarias, como el método del Tipo II, clasificando los métodos restantes como métodos del Tipo III.

En el futuro, cualquier método, sobre el cual pueda demostrarse que satisface las características analíticas establecidas, será “aprobado” para su uso para los fines del Codex como método del Tipo III.

Las características analíticas mínimas del Codex “aprobadas” incluirán los siguientes criterios numéricos, así como los criterios generales para los métodos establecidos en el Manual de Procedimiento del Codex:

- precisión (dentro del mismo laboratorio y entre laboratorios, pero obtenidos a partir de datos de ensayo en colaboración más que a partir de consideraciones de incertidumbre de determinación)
- recuperación
- especificidad (efectos de interferencia, etc.)

- aplicabilidad (matriz, grado de concentración y preferencia atribuida a los métodos “generales”)
- límites de detección/determinación, si procede, para la determinación
- linealidad

El CCMAS obtendrá los datos correspondientes a los citados. El CCMAS ha definido los términos que han de utilizarse para cada una de las características que han de evaluarse. Estas características figuran en el Anexo I. Los laboratorios tendrán que demostrar que para cualquier método utilizado su aplicación esta de acuerdo con las normas de calidad de los laboratorios adoptadas por la Comisión del Codex Alimentarius.

Muchos datos requisitos por el CCMAS se deberían suministrar por los Comités del Codex sobre los productos, en seguido a la adopción de *la Lista de Comprobación de la Información Necesaria para Evaluar los Métodos de Análisis y Muestreo que Deban Someterse a Ratificación*.

En la práctica, se debe considerar que los Comités sobre productos suministran raramente o casi nunca tal información.

Métodos del Tipo IV

En el sistema actual es un método que se ha utilizado tradicionalmente o bien que se ha introducido recientemente pero respecto del cual no se han determinado todavía los criterios de validación necesarios para la aceptación por el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras.

Los métodos del Tipo IV se considerarán como hasta ahora, es decir, serán “señalados” por el CCMAS pero no ratificados formalmente. Los métodos del Tipo IV son métodos que pueden aspirar a ser del Tipo I, II y III.

Los métodos del Tipo IV continuarán siendo considerados, en cuanto tales, procedimientos provisorios. No será posible convertirlos en criterios, ya que se desconocerán sus características de precisión: los métodos del Tipo IV no han sido sometidos a ensayos en colaboración.

CONVERSIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS ESPECÍFICOS EN CRITERIOS DE MÉTODOS POR EL CCMAS

El CCMAS ratifica métodos de análisis específicos que le remiten los Comités del Codex sobre productos. Recomienda también la adopción de determinados métodos de análisis generales del Codex que no están vinculados a ninguna norma de calidad específica. El CCMAS tomará la información que debería suministrar el Comité del Codex que solicita la ratificación del método y lo convertirá en idóneas características generalizadas. El CCMAS convertirá en criterios los métodos del Tipo II y III que se le remitan para ratificación.

Se necesitará información sobre los siguientes criterios para poder proceder a la conversión:

- ◆ exactitud
- ◆ aplicabilidad (matriz, grado de concentración y preferencia atribuida a los métodos “generales”)
- ◆ límite de detección
- ◆ límite de determinación
- ◆ precisión; repetibilidad intralaboratorio (dentro del mismo laboratorio), reproducibilidad intralaboratorio e interlaboratorios (dentro del mismo laboratorio y entre laboratorios), pero obtenidos a partir de datos de ensayo en colaboración más que a partir de consideraciones de incertidumbre de la determinación
- ◆ recuperación
- ◆ selectividad
- ◆ sensibilidad
- ◆ linealidad

Estos términos, así como otros términos de importancia, se definen en el Anexo I. En dicho Anexo se incluyen también observaciones sobre cada uno de los términos, si procede, junto con valores numéricos aceptables propuestos.

El CCMAS evaluará el funcionamiento analítico efectivo del método, según se ha determinado en su validación. Se tendrán en cuenta a tal efecto las características de precisión apropiadas, obtenidas en ensayos

en colaboración que hayan podido realizarse sobre el método, junto con los resultados a los que se ha llegado en otros trabajos de elaboración realizados durante la elaboración del método. El conjunto de criterios que se elaboren formará parte del informe del CCMAS y se incluirá en la correspondiente norma del Codex para el producto en cuestión.

Además, el CCMAS identificará los valores numéricos aplicables a los criterios a los que desearía que tal método se ajustara, es decir, serán a la vez criterios activos y reactivos.

Aceptación de los valores aplicados

En el Manual de Procedimiento del Codex figuran las definiciones que se requieren para aplicar las Instrucciones, complementadas con las observaciones que figuran en el Anexo II.

MEDIDAS RETROSPECTIVAS

Existe un gran número de métodos ya aprobados por el Codex. Se sugiere que, en el caso de que se adopte el enfoque por de criterios, tales métodos se dejen invariados en la forma actual, y que sólo se consideren como criterios los métodos que están todavía por elaborar en las normas o refrendar por el CCMAS, con la excepción de los casos donde se examinan múltiples métodos a fines de ratificación como métodos del Tipo III por el CCMAS, por ejemplo los elementos traza.

ANEXO I: TERMINOLOGÍA ANALÍTICA PARA USO DEL CODEX E INFORMACIÓN SOBRE LOS VALORES NUMÉRICOS ACEPTABLES

En el Manual de Procedimiento de la Comisión figura información sobre la Terminología Analítica para uso del Codex. Más adelante se indica la terminología que ha de enmendarse o aplicarse. A continuación se indican los términos que pueden utilizarse en la elaboración de los criterios:

Terminología

En el Manual de Procedimiento se definen los términos siguientes:

- ◆ Exactitud
- ◆ Aplicabilidad
- ◆ Precisión
- ◆ Selectividad
- ◆ Sensibilidad

Otros términos que han de utilizarse en el planteamiento de criterios

Límite de detección

El límite de detección se define convencionalmente como muestra de control + 3σ , en que σ representa la desviación normal de la señal del valor de la muestra de control (Definición de la UIQPA).

Sin embargo, una definición alternativa permite superar las objeciones con respecto al enfoque arriba mencionado (la variabilidad al límite de medición nunca se puede superar): se base en el valor de la desviación normal de reproducibilidad cuando se encuentra fuera de control (con $3\sigma_R = 100\%$, $\sigma_R = 33\%$ aproximados a 50% debido a la variabilidad alta). Tal valor se relaciona directamente al analito y al sistema de medición y no se base en el sistema local de medición.

Límite de determinación

Lo mismo que el límite de detección, salvo que se requiere 6σ o 10σ en vez de 3σ .

Sin embargo, una definición alternativa similar al límite de detección se refiere a $3\sigma_R = 25\%$. Este valor no discrepa mucho del valor para el límite de detección porque el límite superior del límite de detección se combina sin distinción con el límite inferior del límite de determinación.

Recuperación

Proporción de la cantidad de analito presente o añadida al material de ensayo, que se extrae y presenta para medición.

Selectividad

Selectividad se define como la capacidad de un método para determinar analitos específicos en mezclas o matrices sin interferencias de otros componentes.

La selectividad es el término recomendado de química analítica para expresar la capacidad de un método para determinar analitos específicos con interferencias de otros componentes. Se puede establecer una clasificación de la selectividad. La utilización del término especificidad para el mismo concepto se debe evitar porque puede crear confusión.

Linealidad

La capacidad de un método de análisis en el marco de una cierta variación, para dar una solución instrumental o resultados proporcionales a la calidad del analito por analizar en las muestras. Esta proporcionalidad se expresa por una expresión matemática definida a priori. Los límites de la linealidad son los límites de las concentraciones dentro de las cuales un modelo de calibración lineal se puede aplicar con un nivel de confianza conocido (generalmente igual a 1%).

Evaluación de la aceptabilidad de las características de precisión de un método de análisis

Los valores calculados de repetibilidad y reproducibilidad pueden compararse con los correspondientes a los métodos vigentes. Si los resultados son satisfactorios, podrá utilizarse el método como método validado. Si no se dispone de un método con el cual comparar los parámetros de precisión, en tal caso los valores teóricos de repetibilidad y reproducibilidad podrán calcularse aplicando la ecuación de Horwitz.

“Trompeta” y ecuación de Horwitz: $RSD_R = 2C^{-0.1505}$

Los valores son:

Tasa de concentración	RSD _R
1 (100%)	2
10 ⁻¹	2.8
10 ⁻² (1%)	4
10 ⁻³	5.6
10 ⁻⁴	8
10 ⁻⁵	11
10 ⁻⁶ (ppm)	16
10 ⁻⁷	23
10 ⁻⁸	32
10 ⁻⁹ (ppb)	45

Horwitz ha derivado la ecuación después de estudiar los resultados de muchos (~3000) ensayos en colaboración. Si bien representa los valores medios de RSD_R y es una aproximación de la precisión posible que puede lograrse, los puntos de los datos de ensayos en colaboración “aceptables” quedan dentro de una gama de más y de menos dos veces superiores a los valores derivados de la ecuación. Se observa que esta curva idealizada suave es independiente de la naturaleza del analito o de la técnica analítica utilizada para efectuar la medición. En general, los valores tomados de esta curva son indicativos de la precisión alcanzable y aceptable del método analítico por diferentes laboratorios. Su aplicación proporciona un medio satisfactorio sencillo de evaluar la aceptabilidad de la precisión del método.

Se puede demostrar convenientemente para cualquier combinación de método/concentración calculando los valores HORRAT, es decir,

Ho_r El valor HORRAT para la repetibilidad es el RSD_r observado dividido por el valor RSD_r estimado de la ecuación de Horwitz aplicando la hipótesis $r=0,66R$.

Ho_R El valor HORRAT para la reproducibilidad es el valor RSD_R observado dividido por el valor RSD_R calculado mediante la ecuación de Horwitz.

Valores inferiores a 120µg/kg

Se debe notar que se ha calculado de nuevo la ecuación a la luz de recientes ensayos en colaboración. Thompson¹ los ha publicados y recomienda utilizar una desviación estándar constante de 22% para los valores inferiores a 120µg/kg.

REFERENCIA

1. “Recent Trends in Inter-Laboratory Precision at ppb and sub-ppb Concentrations in Relation to Fitness for Purpose Criteria in Proficiency Testing”, M. Thompson, *Analyst*, 2000, **125**, 385-386.