

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 4b) del programa

CX/MAS 02/5

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS
COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS
24ª reunión
Budapest (Hungría), 18 - 22 de noviembre de 2002

CRITERIOS PARA LA EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS ACEPTABLES A LOS EFECTOS DEL CODEX

PROYECTO DE ENMIENDA A LOS PRINCIPIOS PARA EL ESTABLECIMIENTO DE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO EN EL MANUAL DE PROCEDIMIENTO

Antecedentes

El Comité del Codex 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 desde 1992. En las últimas reuniones del Comité se examinaron documentos en que se presentaban argumentos para enmendar el actual procedimiento del Codex por el que los valores numéricos especificados en las normas del Codex se determinan aplicando métodos de muestreo y análisis prescritos. Los métodos de muestreo y análisis se elaboran y acuerdan mediante procedimientos del Codex definidos. Se declaró que había varias críticas que hacer a este procedimiento del Codex, en particular:

1. se niega al analista la libertad de elección, por lo que se le exige tal vez un método no apropiado en algunos casos;
2. el procedimiento impide el uso de la automatización;
3. resulta administrativamente difícil cambiar un método que se considera insatisfactorio o inferior por otro actualmente disponible.

En su 23ª reunión (2001), el Comité ha aceptado en principio un enfoque alternativo por el que se adopten una serie de criterios definidos a los que se ajusten los métodos sin refrendar concretamente métodos específicos. Se propusieron algunos procedimientos para la aplicación del enfoque por criterios en el sistema del Codex (véase ALINORM 01/23, párr. 39-41 y Apéndice II- Parte I), como indicado a continuación:

- ♦ *Principios para el establecimiento de métodos de análisis del Codex:* inclusión de una sección para establecer Criterios generales para la selección de métodos de análisis conforme al enfoque por criterios
- ♦ *Relaciones entre los Comités sobre productos y los Comités generales – métodos de análisis y de muestreo:* inclusión de un texto adicional sobre el enfoque por criterios

La 16ª reunión del Comité de Codex sobre principios generales ratificó estas enmiendas (véase también CX/GP 02/2, Anexo 1, Parte 1). La Comisión las adoptó en su 24ª reunión y se incluyeron en la 12ª edición del Manual de Procedimiento.

In adición el CCMAS había propuesto la inclusión de nuevas Directrices y Instrucciones de trabajo para facilitar el enfoque por criterios, en los *Principios para el establecimiento de métodos de análisis del Codex*, a fines de inclusión en el Manual de Procedimiento del Codex (Parte 2 del Apéndice II, ALINORM 01/23).

Estas propuestas se sometieron al Comité sobre principios generales a fines de ratificación (véase CX/GP 02/2, Anexo 1, Parte 2). La delegación de Suecia se remitió a sus observaciones por escrito en las que proponía varias enmiendas de redacción y de presentación con el fin de simplificar el texto, mejorar el formato del documento y procurar que sea apropiado para su inclusión en el Manual de Procedimiento. El

Comité no entró a examinar en detalle el texto debido a las limitaciones de tiempo y recomendó al CCMAS que volviese a examinar el texto en su siguiente reunión (ALINORM 01/33A, párr. 11).

La delegación de Suecia propuso un texto revisado preparado en cooperación con Japón y el Reino Unido a la 24ª reunión de la Comisión (ALINORM 01/10-Add.1 Observaciones de los gobiernos). Algunas delegaciones apoyaron el texto mientras otras delegaciones indicaron que considerando el carácter sumamente técnico del documento se necesitaba más tiempo para examinar las enmiendas propuestas, y que el Comité especializado debía examinarlas más a fondo. La Comisión estuvo de acuerdo en que el texto revisado debía devolverse al Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras para un examen posterior (ALINORM 01/41, párr. 90).

Las Instrucciones de Trabajo revisadas para la aplicación del enfoque por criterios en el Codex se distribuye por la presente para observaciones y examen en el Comité. Los gobiernos y los organismos internacionales interesados que deseen formular observaciones sobre el texto que ha de incluirse en el Manual de Procedimiento deberán hacerlo por escrito preferiblemente por correo electrónico al Secretario, Comisión del Codex Alimentarius, Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italy, con copia a Dr. Mária Váradi, Central Food Research Institute (KÉKI), Herman Ottó út 15, H-1022 Budapest, Fax : +361 212 9853 o 361 355 8928, Email : m.varadi@mail.cfri.hu **antes del 18 de octubre de 2002.**

Proyecto de texto

INSTRUCCIONES DE TRABAJO PARA LA APLICACIÓN DEL ENFOQUE POR CRITERIOS EN EL CODEX

Cualquier Comité del Codex sobre los productos puede 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. In algunos casos el Comité del Codex sobre productos considerará más conveniente recomendar un método específico y pedir al CCMAS que “convierta” dicho método en criterios apropiados. El CCMAS luego examinará a fines de ratificación dichos criterios, que después de la ratificación, 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 CCMAS, dicho Comité deberá seguir las instrucciones establecidas para la elaboración de criterios específicos, que se describen más adelante. Estos criterios deberán ser aprobados 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.

Las características analíticas mínimas del Codex “aprobadas” incluirán los siguientes criterios numéricos, así como los criterios generales para los métodos establecidos en la Terminología Analítica para uso del Codex (véase página 76):

- 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 criterios.

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

Cuando un Comité sobre productos remite un método del Tipo III al CCMAS para su ratificación, debería también proporcionar información sobre los criterios listados a continuación para permitir al CCMAS convertir el método en idóneas características generalizadas:

- 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 la Terminología analítica para uso del Codex (véase página 76).

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, será a la vez activo y reactivo.

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 (M. Thompson, *Analyst*, 2000, **125**, 385-386).

MEDIDAS RETROSPECTIVAS

Existe un gran número de métodos ya aprobados por el Codex. En el caso de que se adopte el enfoque por de criterios, tales métodos se dejarán 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.

Adiciones a la TERMINOLOGÍA ANALÍTICA PARA USO DEL CODEX

Términos que han de utilizarse en el enfoque por 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%).