

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

ALINORM 03/23

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS

26° período de sesiones
Roma, Italia, 30 de junio – 5 de julio de 2003

INFORME DE LA 24ª REUNIÓN DEL COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Budapest, Hungría
18 - 22 de noviembre de 2002

Nota: En este documento se incluye la circular del Codex CL 2002/53-MAS

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

CX 4/50.2

CL 2002/53-MAS
Noviembre de 2002

A: - Puntos de contacto del Codex
- Organizaciones internacionales interesadas

DE: - Secretario de la Comisión del Codex Alimentarius, Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias, FAO, 00100 Roma, Italia

ASUNTO: **Distribución del informe de la 24ª reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (ALINORM 03/23)**

A. **CUESTIONES QUE SE SOMETEN A LA APROBACIÓN DE LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS EN SU 26º PERÍODO DE SESIONES**

Enmiendas propuestas al Manual de Procedimiento

1. Enmiendas a los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis mediante la aplicación del enfoque por criterios* y nueva sección sobre *Instrucciones prácticas para la aplicación del enfoque por criterios en el Codex* (párr. 42, Apéndice II).

Directrices para su aprobación por referencia a los fines del Codex

2. *Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación de Métodos de Análisis en un solo Laboratorio* (párr. 95, Apéndice III).

Métodos de análisis y muestreo

3. Métodos generales de análisis para aditivos, contaminantes y alimentos irradiados (párrs. 61-66, Apéndice VI – Secciones G. y H.)
4. Métodos de análisis en normas para productos en diferentes trámites (párrs. 57-60 y 67-70, Apéndice VI – Secciones A. a F.)

Los gobiernos que deseen proponer enmiendas o formular observaciones sobre los documentos arriba reseñados deberán hacerlo por escrito de conformidad con la Guía para el Examen de las Normas en el Trámite 8 (véase el Manual de Procedimiento de la Comisión del Codex Alimentarius), y enviarlas al Secretario (Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias), FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Roma, Italia, **para el 15 de marzo de 2003.**

Anteproyectos de directrices en el trámite 5

5. Anteproyecto de Directrices Generales sobre Muestreo (párr. 19, Apéndice IV)
6. Anteproyecto de Directrices sobre la Incertidumbre en la Medición (párr. 52, Apéndice V)

Los gobiernos que deseen presentar observaciones sobre las consecuencias que el Anteproyecto de Enmienda pueda tener para sus intereses económicos deberán hacerlo por escrito de conformidad con el Procedimiento para la Elaboración de Normas Mundiales en el Trámite 5, y enviarlas al Secretario de la Comisión del Codex Alimentarius, Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias, FAO, Via delle Terme di Caracalla, 00100 Roma, Italia **para el 15 de marzo de 2003.**

B. PETICIÓN DE OBSERVACIONES E INFORMACIÓN

7. Anteproyecto de Directrices para la Evaluación de Métodos de Análisis Aceptables (párr. 26, Apéndice VII)

Los gobiernos y organizaciones internacionales que deseen formular observaciones en el Trámite 3 deberán hacerlo por escrito al Secretario del Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Roma, Italia, con copia a: Dr. Mária Váradi, Central Food Research Institute (KÉKI), H-1022 Budapest, Herman Ottó út 15 (Fax No., +361.212.9853 & 361.355.8928; e-mail, m.varadi@mail.cfri.hu **para el 30 de mayo de 2003.**

RESUMEN Y CONCLUSIONES

El resumen y las conclusiones de la 24ª reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras son los siguientes:

Cuestiones que se someten al examen de la Comisión:

El Comité:

- acordó proponer la inclusión de una nueva sección sobre *Instrucciones prácticas para la aplicación del enfoque por criterios en el Codex* en el Manual de Procedimiento y una enmienda consecuente a los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis mediante la aplicación del enfoque por criterios* (párr. 42, Apéndice II);
- propuso que la Comisión aprobara por referencia a los fines del Codex las *Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación de Métodos de Análisis en un solo Laboratorio* (párr. 95, Apéndice III);
- ratificó varios métodos de análisis en normas para productos en diferentes trámites del Procedimiento; y propuso otros varios para aditivos, contaminantes y la detección de alimentos irradiados para su aprobación como métodos generales del Codex (párr. 57-70, Apéndice VI);
- adelantó al Trámite 5 el Anteproyecto de Directrices Generales sobre Muestreo (párr. 19, Apéndice IV);
- adelantó al Trámite 5 el Anteproyecto de Directrices sobre la Incertidumbre en la Medición (párr. 52, Apéndice V);
- acordó iniciar un nuevo trabajo sobre un Anteproyecto de Directrices para la Solución de Controversias sobre Resultados Analíticos (ensayos) (párr. 32) y sobre el examen de la actual *Terminología analítica para uso del Codex* en el Manual de Procedimiento (párr. 95).

Otros asuntos de interés para la Comisión

El Comité:

- acordó devolver al Trámite 3 el Anteproyecto de Directrices para la Evaluación de Métodos de Análisis Aceptables (párr. 26, Apéndice VII);
- acordó examinar en su siguiente reunión los Criterios sobre métodos de análisis para alimentos obtenidos por medios biotecnológicos (párr. 81).

INDICE

Párrafo

Apertura de la Reunión	1-2
Aprobación del Programa	3
Cuestiones remitidas al Comité por la Comisión del Codex Alimentarius y Otros Comités del Codex.....	4-6
Anteproyecto de Directrices Generales sobre Muestreo	7-19
Criterios para la Evaluación de Métodos de Análisis Aceptables para los Fines del Codex	
A) Anteproyecto de Directrices para la Evaluación de Métodos de Análisis Aceptables para los Fines del Codex	20-32
B) Anteproyecto de Enmiendas a los Principios para el Establecimiento de Métodos de Análisis del Codex	33-42
Anteproyecto de Directrices sobre la Incertidumbre en la Medición	43-52
Ratificación de las Disposiciones sobre Métodos de Análisis en las Normas del Codex	53-70
Examen de Métodos para la Detección e Identificación de Alimentos Obtenidos por Medios Biotecnológicos: Enfoque general y criterios para los métodos	71-81
Examen de Métodos para la Detección e Identificación de Alimentos Obtenidos por Medios Biotecnológicos: Métodos presentados por el Grupo de Acción Intergubernamental Especial sobre Alimentos Obtenidos por Medios Biotecnológicos	82-86
Validación de Métodos en un Solo Laboratorio: Examen de las Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación Interna de Métodos de Análisis	87-95
Requisitos para la Validación en un Solo Laboratorio para los Fines del Codex	96-104
Validación de Métodos en un solo Laboratorio: Validación de Métodos mediante la Utilización de Resultados de Planes de Pruebas de Aptitud	105-108
Utilización de Resultados Analíticos: Muestreo, Relación entre los Resultados Analíticos, la Incertidumbre en la Medición, los Factores de Recuperación y las Especificaciones en las Normas del Codex	109-117
Informe de la Reunión entre Organismos sobre Métodos de Análisis	118-123
Otros Asuntos y Trabajos Futuros	124
Fecha y Lugar de la Siguiete Reunión	125

LISTA DE APÉNDICES

		<u>Páginas</u>
APÉNDICE I	Lista de participantes	17
APÉNDICE II	Enmiendas propuestas al Manual de Procedimiento	29
APÉNDICE III	Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación Interna de Métodos de Análisis	32
APÉNDICE IV	Anteproyecto de Directrices Generales sobre Muestreo	33
APÉNDICE V	Anteproyecto de Directrices sobre la Incertidumbre en la Medición	105
APÉNDICE VI	Estado de ratificación de los métodos de análisis y muestreo	107
APÉNDICE VII	Anteproyecto de Directrices para la Evaluación de Métodos de Análisis Aceptables	121

INTRODUCCIÓN

1. El Comité del Codex sobre Método de Análisis y Toma de Muestras celebró su 24ª reunión en Budapest, Hungría, del 18 al 22 de noviembre de 2002, por amable invitación del Gobierno de Hungría. La reunión estuvo presidida por el Profesor Peter Biacs, Secretario Adjunto de Estado del Ministerio de Agricultura y Desarrollo Regional, y por el Vicepresidente, Prof. Pal Molnar, Jefe del Departamento de Calidad de los Alimentos del Instituto Central de Investigaciones Alimentarias (KEKI). A la reunión asistieron 135 delegados y observadores, representantes de 46 Estados Miembros y 12 organizaciones internacionales. En el Apéndice I del presente informe figura una lista completa de los participantes.

APERTURA DE LA REUNIÓN

2. Dio la bienvenida a los asistentes a la reunión el Dr Tibor Szanyi, Secretario Parlamentario de Estado del Ministerio de Agricultura y Desarrollo Regional. El Dr Szanyi subrayó la función que cumplen las normas del Codex Alimentarius para asegurar la inocuidad de los alimentos y la importancia que tienen para la armonización del comercio internacional de alimentos. Señaló que para Hungría le ha servido de gran satisfacción haber acogido este Comité a lo largo de treinta años e informó a los participantes de las iniciativas del Gobierno para asegurar la inocuidad de los alimentos y en particular la decisión del Gobierno húngaro de establecer una Oficina de Inocuidad Alimentaria. El orador subrayó la importancia del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras para asegurar el cumplimiento de las disposiciones de las normas del Codex y deseó a los delegados mucho éxito en su trabajo.

APROBACIÓN DEL PROGRAMA (Tema 1 del programa)

3. El Comité decidió aplazar el examen del tema 3 del programa para más adelante con el fin de dar así a los participantes más tiempo para estudiar las enmiendas formuladas por el Grupo Especial de Trabajo que se celebró antes de la reunión, según lo sugerido por la delegación de Francia. Acordó asimismo examinar los temas 4 b) y 7 b) antes de los temas 4 a) y 7 a), ya que en ellos figuran asuntos más generales sobre los cuales el Comité tenía que ponerse de acuerdo antes de pasar a debatirlos expresamente. Con estas enmiendas, el Comité aprobó el programa provisional tal como se había presentado en el documento CX/MAS 02/1.

CUESTIONES REMITIDAS AL COMITÉ POR LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS Y OTROS COMITÉS DEL CODEX (Tema 2 del programa)¹

4. El Comité observó que varios asuntos remitidos por la Comisión del Codex Alimentarius (CCA) en su 24º período de sesiones, así como por el Comité Ejecutivo y otros Comités del Codex, eran para información o se examinarían con más detalle al tratarse los temas pertinentes del programa. Además, el Comité tomó nota de las cuestiones remitidas según sigue:

Métodos sobre dioxinas y BPC

5. La delegación de Alemania informó al Comité de que no se había preparado el documento sobre la determinación de dioxinas y bifenilos policlorados (BPC) por no haberse recibido propuestas de los gobiernos de los Estados Miembros con anterioridad a esta reunión. El Comité acordó que en una circular se solicitase de los gobiernos de los Estados Miembros y organizaciones internacionales interesadas que presentasen sus propuestas sobre determinación de dioxinas y BPC a Alemania, la cual prepararía un documento para su examen en la siguiente reunión del Comité.

Cloranfenicol en los camarones

6. El Comité señaló la indicación por parte del Comité Regional Coordinador FAO/OMS para Asia (ALINORM 03/15, párrs. 151-155) en su 13ª reunión de que había que prestar atención a la solución del problema de variaciones bruscas en las técnicas analíticas, y a cambios en los límites de detección en la fase de determinación, y se le informó de que se tendrían en cuenta desde un punto de vista general las

¹ CX/MAS 02/2; CX/MAS 02/2-Add.1.

observaciones de la India que aparecen en el documento CRD 6 sobre los temas pertinentes del programa de este Comité.

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES GENERALES SOBRE MUESTREO (Tema 3 del programa)²

7. El Comité recordó que, en su 23ª reunión, había acordado que la delegación de Francia prosiguiera su labor con la ayuda de un grupo de redacción que trabajase por correo electrónico, con objeto de completar la revisión del texto para su distribución en el Trámite 3 y que se reuniera un grupo de trabajo antes de la 24ª reunión, con el fin de incorporar las observaciones recibidas y facilitar el debate en el Pleno.

8. La delegación de Francia presentó el informe sobre la marcha de los trabajos del Anteproyecto de Directrices entre la 23ª reunión y la actual y presentó el documento CRD 16 preparado por el Grupo Especial de Trabajo. La delegación hizo notar que, a raíz de las decisiones de la última reunión del Comité, el Grupo de Redacción había preparado un documento simplificado y muy claro en que se aplicaba el enfoque estadístico científico y se incorporaban informaciones por escrito que no se habían tenido en cuenta en la última reunión del Comité. La delegación informó a los participantes de que el Grupo de Trabajo, que se había celebrado antes de la presente reunión, había revisado el documento a la luz de las observaciones recibidas y había preparado el antedicho documento CRD para su examen por el Pleno. La delegación indicó que todos los cambios adicionales figuraban destacados en el documento CRD 16 para su más cómoda referencia y que se hicieron las nuevas enmiendas importantes que siguen:

- ❖ se dividió el Preámbulo en dos partes, en lugar del prólogo;
- ❖ el Ámbito de aplicación y el Cuadro 1 se enmendaron para mayor claridad;
- ❖ se introdujeron las nuevas secciones 3.3 y 4.4 sobre muestreo especial para controles de promedios;
- ❖ se introdujeron tres cuadros del Procedimiento NMKL 12, en que se describen los diferentes muestreos que habrán de realizarse a diferentes niveles de inspección para facilitar la aplicación del Anteproyecto de Directrices.

9. El Comité examinó el Anteproyecto de Directrices presentado en el documento CRD 16, sección por sección, e introdujo las siguientes enmiendas junto con varios cambios de redacción a lo largo del texto.

10. El Comité insertó las palabras “por ejemplo” en la nota 2 a pie de página con objeto de aclarar el empleo de un enfoque pragmático en el Comité sobre Residuos de Plaguicidas (CCPR) y el Comité sobre Residuos de Medicamentos Veterinarios en los Alimentos (CCRVDF).

11. En la sección 1.4 Ámbito de aplicación de las Directrices, el Comité sustituyó “incertidumbre” en la medición por “error” en la medición y agregó la expresión “error en el muestreo” en el entendimiento de que estos términos se modificaran en consecuencia y se aclararan ulteriormente en la sección 2.4 sobre Errores de estimación.

12. El Comité aclaró en el Ámbito de aplicación que estas Directrices son aplicables principalmente al control en la fase de recepción y no pueden ser aplicables para el control de los productos finales y el control de los procedimientos durante la producción.

13. En la sección 1.5, el Comité aceptó las propuestas de la ISO y corrigió las referencias a varias de sus normas.

14. En la sección 2.4, se acordó incluir tanto un primer “caso específico” con error en la medición del mismo orden de magnitud que el error en el muestreo, y un “segundo caso específico”, en el que el error en la medición es mayor que el error en el muestreo y no hace falta recurrir a planes de muestreo estadístico. Se acordó asimismo que en las Directrices no se consideraba en qué forma se debía tener en cuenta el error en la medición.

² CX/MAS 02/3; CX/MAS 02/3-Add.1 (observaciones de Canadá, Estados Unidos de América, Hungría, República Checa y Sudáfrica); CX/MAS 02/3-Add.2 (observaciones de Nueva Zelandia); CX/MAS 02/3-Add.3 (observaciones de Francia); CRD 3 (texto preparado para su examen por el Grupo Especial de Trabajo); CRD 7 (observaciones de Brasil e India); CRD 13 (observaciones de Filipinas); CRD 14 (observaciones de Australia), CRD 16 (texto preparado por el Grupo Especial de Trabajo para su examen por el Pleno).

15. El Comité aceptó la propuesta de la delegación de Indonesia y enmendó el penúltimo párrafo de la sección 2.6 para indicar que la elección de planes correspondientes a valores de nivel de calidad aceptable (NCA) bajos dependía del producto.

16. El Comité suprimió el final de la última frase sobre la complejidad de los planes de muestreo que figuran en la sección 2.6 e hizo una referencia a las normas pertinentes de la ISO.

17. El Comité insertó la palabra “Procedimiento” y suprimió el texto entre corchetes de la primera columna debajo de Tamaño del lote de los cuadros 10, 14 y 17 para mayor claridad.

18. El Comité expresó su caluroso aprecio a la delegación de Francia y a los miembros del Grupo de Trabajo por la excelente labor realizada en esta reunión y durante los últimos años, lo que había permitido al Comité realizar considerables progresos en cuestiones tan complejas y que se venían arrastrando desde hacía largo tiempo. El Comité reconoció que la formulación de las Directrices ofrecería una importante orientación a los gobiernos y para otros usos de los planes de muestreo. El Comité acordó convocar de nuevo el Grupo de Trabajo antes de la siguiente reunión para analizar las observaciones y facilitar los debates sobre la finalización del documento.

Estado de tramitación del Anteproyecto de Directrices Generales sobre Muestreo

19. El Comité acordó adelantar al Trámite 5 del procedimiento el Anteproyecto de Directrices generales sobre muestreo, según quedó enmendado durante esta reunión, para su aprobación por la Comisión en su 26º período de sesiones (véase Apéndice IV).

CRITERIOS PARA LA EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS ACEPTABLES PARA LOS FINES DEL CODEX (Tema 4 del programa)

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES PARA LA EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS ACEPTABLES PARA LOS FINES DEL CODEX (Tema 4a del programa)³

20. En la última reunión, el Comité había acordado elaborar directrices para evaluar los métodos de análisis destinados a los gobiernos, además de los criterios para su inclusión en el Manual de Procedimiento. El Comité Ejecutivo había aprobado luego esta propuesta de un nuevo trabajo pero, debido a la falta de tiempo, no se había distribuido el Anteproyecto de Directrices para recabar observaciones.

21. La delegación del Reino Unido destacó los posibles criterios que podrían aplicarse a la cuestión compleja de la evaluación de los métodos de análisis: identificar parámetros específicos de resultados y asignarles valores numéricos con arreglo al criterio tradicional (Apéndice II del documento); o identificar un criterio de “idoneidad”, teniendo en cuenta todos los valores mediante la definición de un único parámetro o función de adecuación (Apéndice I). Las funciones de adecuación podrían describir la conducta real de un método específico (“función característica”) y la incertidumbre que conviene a un fin para un campo específico de aplicación. La delegación señaló que el desarrollo de este concepto relativamente nuevo exigiría una gran labor pero que sería especialmente pertinente, a la vista del criterio basado en los resultados, para la selección de métodos.

22. La delegación de Filipinas apoyó este criterio pues daría así a los países en desarrollo la posibilidad de escoger métodos sobre la base de su adecuación a los fines deseados y permitiría seleccionarlos con una comparación gráfica de la función característica con la función de adecuación.

23. Varias delegaciones expresaron la opinión de que el enfoque de “idoneidad para lo fines previstos” era interesante y debía examinarse más minuciosamente en el futuro. No obstante, podría tratarse de un proceso a largo plazo y, llegado a estas alturas, el Comité debía dar orientaciones a los gobiernos con arreglo al criterio tradicional.

24. Algunas delegaciones propusieron que se incluyeran ejemplos en las Directrices con objeto de facilitar esta aplicación práctica. Se señaló que esos ejemplos podían aparecer en el texto final de las Directrices, que incluiría recomendaciones generales. No obstante, podrían utilizarse en el proceso de elaboración y valdrían en los documentos de trabajo como referencia para los Estados Miembros.

³ CX/MAS 02/4, CX/MAS 02/4-Add.2 (documento sobre situaciones de controversia preparado por Francia), CRD 8 (observaciones de la India), CRD 13 (observaciones de Filipinas), CRD 17 (propuesta de nuevos trabajos sobre situaciones de controversia).

25. El Comité acordó que, con el fin de facilitar los avances, el Anteproyecto de Directrices que refleja el "criterio tradicional" (Apéndice 2 del documento) debía distribuirse para recabar observaciones en el Trámite 3, mientras que la sección sobre "idoneidad para los fines previstos" habría de volverse a redactar para su nuevo examen en la siguiente reunión. El Comité manifestó su reconocimiento a la delegación del Reino Unido por su exhaustiva labor sobre estas cuestiones tan complejas.

Estado de tramitación del anteproyecto de directrices para la evaluación de métodos de análisis aceptables

26. El Comité acordó distribuir el Anteproyecto de Directrices para recabar observaciones en el Trámite 3 (véase Apéndice VII). El Comité convino también en que la delegación del Reino Unido, con ayuda de un grupo de redacción⁴, revisara el texto a la vista de las observaciones recibidas y elaborara también el documento sobre el criterio de "idoneidad para los fines previstos" para someterlo a nuevo examen en la siguiente reunión.

SITUACIONES DE CONTROVERSIA

27. El Comité recordó que, en su última reunión, había debatido las situaciones de controversia en el marco del enfoque por criterios y había acordado que la delegación de Francia, en colaboración con otros países, preparara un documento en el que se tratara esta cuestión.

28. La delegación de Francia presentó un documento que se basaba en algunas secciones de la ISO 4259:2000, y donde se proponían procedimientos para resolver las controversias entre laboratorios a falta de disposiciones concretas establecidas en la especificación o mencionadas en el método. El documento presentaba un enfoque paso a paso para identificar las causas de desacuerdo entre laboratorios sobre los resultados analíticos y favorecer su solución. Sobre esta base, la delegación propuso que se iniciaran nuevos trabajos sobre directrices para la solución de controversias.

29. Algunas delegaciones manifestaron que, si bien en el documento se seguía un enfoque científico, éste era demasiado complejo para los fines del Codex, por lo que debería seguirse un criterio más sencillo y más práctico, como el propuesto en las observaciones por escrito de Tailandia. Se hizo también referencia a las recomendaciones previas del Comité sobre Sistemas de Inspección y Certificación de Importaciones y Exportaciones de Alimentos a efectos de que las recomendaciones en este sector no fueran tan prescriptivas⁵.

30. Después de un debate, se acordó que la delegación de Francia, en cooperación con las delegaciones de Australia, Canadá, Estados Unidos de América, Finlandia, Nueva Zelandia, Países Bajos, Reino Unido y Suecia, trabajaran durante la reunión para proponer un esquema revisado. El resultado de estos debates se presentó al Comité en el documento CRD 17 "Propuesta de un nuevo trabajo sobre situaciones de controversia".

31. El Comité se felicitó de esta propuesta y reconoció que las controversias podrían surgir de diferencias debidas al muestreo; diferencias en los procedimientos analíticos y diferencias en la interpretación de los resultados de los ensayos. Algunas delegaciones se inclinaron por considerar todos los tipos de controversias, incluidas las diferencias relativas a planes de muestreo. Sin embargo, el Comité acordó centrar su atención en la solución de diferencias sobre procedimientos analíticos en esta etapa, y elaborar directrices que se ocuparan de dos situaciones: 1) cuando el mismo método validado es empleado por ambos laboratorios; 2) cuando cada laboratorio emplea dos métodos validados diferentes. En las directrices se especificaría cómo podría resolverse paso a paso este desacuerdo aparente.

32. El Comité acordó poner en marcha un nuevo trabajo sobre un Anteproyecto de Directrices para la solución de controversias sobre los resultados (de ensayo) analíticos, que elaboraría la delegación de Francia en cooperación con un grupo de redacción⁶ para su posterior examen en la siguiente reunión, a reserva de la aprobación de la Comisión.

⁴ Austria, Estados Unidos de América, Finlandia, Francia, Japón, Países Bajos y Suiza.

⁵ ALINORM 01/30, párr. 101

⁶ Australia, Canadá, Estados Unidos de América, Filipinas, Finlandia, Nueva Zelandia, Países Bajos, Reino Unido, Suecia y Suiza.

ANTEPROYECTO DE ENMIENDAS A LOS PRINCIPIOS PARA EL ESTABLECIMIENTO DE MÉTODOS DE ANÁLISIS DEL CODEX (Tema 4b del programa)⁷

33. El Comité recordó que en su última reunión había aprobado en principio el enfoque por criterios y propuso enmiendas a los *Principios para el establecimiento de métodos de análisis del Codex* y a las *Relaciones entre los Comités sobre productos y los Comités generales*, enmiendas que fueron luego aprobadas por la Comisión e incorporadas al Manual de Procedimiento. Además, el CCMAS había propuesto unas instrucciones prácticas para la aplicación del enfoque por criterios. La Comisión había convenido en que el texto simplificado que había preparado la delegación de Suecia, en cooperación con Japón y el Reino Unido, debería remitirse al Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras para su ulterior examen.

34. La delegación del Reino Unido recordó los progresos realizados con la aprobación del enfoque por criterios y subrayó la importancia de dar instrucciones prácticas a los Comités del Codex para facilitar su aplicación. Este punto de vista recibió el apoyo de varias delegaciones.

35. La delegación del Japón apoyó la aprobación del texto, salvo la acción retroactiva y expresó algunas reservas sobre la inclusión de definiciones, puesto que la tecnología propuesta se estaba todavía debatiendo en los Estados Miembros y a nivel internacional.

36. Otras delegaciones señalaron que hacían falta definiciones en el marco del enfoque por criterios, en el entendimiento de que éstos estaban sujetos a un ulterior examen y solicitaron aclaraciones al respecto. La Secretaría indicó que las definiciones que figuran en el Manual de Procedimiento podrían revisarse con regularidad y que cabría incluir una nota para especificar que se adoptaron con carácter provisional y sujetas a revisión, como en el caso de las definiciones dadas para el análisis de riesgos. El Comité acordó incluir una nota a dicho efecto en la Terminología Analítica y revisarla periódicamente según fuera necesario.

37. El Comité acordó proceder según sigue por lo que respecta a la acción retroactiva. Los métodos ya aprobados por el Codex deberían quedar en su estado actual y habría de aplicarse el enfoque por criterios sólo a los métodos que quedan todavía por elaborar en las normas del Codex o por ratificar por el CCMAS, salvo en casos en que se examine una multiplicidad de métodos para su ratificación como métodos del Tipo III. No obstante, para ello no hacía falta incluir una sección en las *Instrucciones*.

38. La delegación de Dinamarca, interviniendo en nombre de los Estados Miembros de la Unión Europea, propuso que se aplicara el enfoque por criterios a los métodos del Tipo II, además de los del Tipo III. La delegación de los Estados Unidos, aunque apoyaba el enfoque por criterios en principio para ambos Tipos, expresó la opinión de que los métodos del Tipo II no debían suprimirse antes de que se hubiesen abordado las situaciones de controversia, y propuso también incluir ejemplos para aclarar su aplicación.

39. Varias delegaciones señalaron que, desde el punto de vista científico, no había diferencia entre la consideración de los métodos del Tipo II y del Tipo III y que deberían aplicarse los mismos criterios a ambos tipos. También se señaló que los métodos del Tipo II se seleccionaban de entre los métodos del Tipo III.

40. El Comité recordó que el texto propuesto no era vinculante y dejaba la posibilidad a los Comités del Codex o al propio CCMAS de seleccionar o un método específico o bien criterios. Esto valdría para ambos tipos e incumbiría al Comité hacer suyos el método o los criterios con arreglo a la disposición y análisis correspondientes, caso por caso. Tras un intercambio de puntos de vista, el Comité acordó que se aplicase el enfoque por criterios a los métodos del Tipo II y Tipo III. Por lo tanto, el Comité se manifestó de acuerdo en enmendar los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis utilizando el enfoque por criterios* (adoptado en 2001) para reflejar que se aplicaban también a los métodos del Tipo II.

41. Por lo que respecta a los requisitos generales aplicables a los métodos, el Comité debatió si debían ensayarse en colaboración los métodos del Tipo III. Algunas delegaciones indicaron que eso no siempre era posible, especialmente para los oligoelementos. Se señaló que este particular se analizaría más expresamente en el Tema 8 del programa pero que en principio para los métodos del Tipo III deberían exigirse estudios en colaboración.

⁷ CX/MAS 02/5, CX/MAS 02/5-Add. 1 (observaciones de Francia, CE), CX/MAS 02/5-Add.2 (observaciones de Estados Unidos de América), CRD 8 (observaciones de la India).

Estado de tramitación del proyecto de Enmiendas a los Principios para el Establecimiento de Métodos de Análisis del Codex (Instrucciones prácticas para la aplicación del enfoque por criterios)

42. El Comité acordó que el proyecto de *Instrucciones prácticas para la aplicación del enfoque por criterios* y las enmiendas consecuentes a los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis mediante la aplicación del enfoque por criterios* se remitieran al Comité sobre Principios Generales para su ratificación y a la Comisión para su aprobación e inclusión en el Manual de Procedimiento (véase Apéndice II).

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN (Tema 5 del programa)⁸

43. El Comité recordó que en su última reunión había acordado distribuir el *Anteproyecto de Directrices sobre la Incertidumbre en la Medición* para recabar observaciones en el Trámite 3 (Apéndice V, ALINORM 01/23 por CL 2001/5-MAS), a reserva de su aprobación como nuevo trabajo. La propuesta de elaboración del *Anteproyecto de Directrices* había sido aprobada como nuevo trabajo por la 49ª reunión (Extraordinaria) del Comité Ejecutivo (ALINORM 03/3, párr. 21, Apéndice III):

Aspectos generales

44. La delegación de Malasia, apoyada por otras delegaciones, manifestó la opinión de que la expresión “incertidumbre en la medición” se empleaba ampliamente mientras que todavía no se había definido la de “fiabilidad de la medición”. El Comité acordó suprimir la expresión “fiabilidad de la medición”, así como todos los corchetes en relación con esta terminología a lo largo de todo el texto.

Introducción

45. El Comité reconoció que las recomendaciones relativas a la incertidumbre que figuraban en la primera frase eran un requisito estipulado en la norma ISO/IEC 17025:1999 y modificó el texto en consecuencia.

46. La delegación de Nueva Zelanda, apoyada por la de Australia, propuso que se especificara que “todo resultado de un ensayo analítico individual se refiere sólo a la muestra individual y que debe utilizarse un plan de muestreo estadísticamente válido” con objeto de evitar posibles usos erróneos de las Directrices. Sin embargo, algunas delegaciones subrayaron que con las Directrices se pretendía abarcar sólo la incertidumbre en la medición, no la incertidumbre en el muestreo, por lo que se retuvo el texto actual. El Comité observó también que las cuestiones relativas al muestreo y a la incertidumbre en la medición se debatirían desde una perspectiva mucho más amplia en relación con el tema 9 del programa.

47. El Comité se mostró de acuerdo con la propuesta de la delegación de Nueva Zelanda en el sentido de agregar una nota a pie de página en que se respondiese a la necesidad de encontrar un sucedáneo satisfactorio para la reproductibilidad cuando no fueran posibles los estudios entre distintos laboratorios.

48. El Comité acordó aclarar el requisito de que los laboratorios debieran estar “sujetos a control”, según se propone en las observaciones escritas del Brasil. Con este fin se incluyó una nota a pie de página en que se hace referencia a las *Directrices para Evaluar la Competencia de los Laboratorios de Ensayo que Participan en el Control de las Exportaciones e Importaciones de Alimentos* (GL 27-1997), según lo propuesto por la delegación del Reino Unido. El Comité tomó nota de que la referencia a la Guía 25 de ISO/IEC había sido sustituida por la norma ISO/IEC 17025: 1999 y acordó que se actualizase en consecuencia la referencia en las Directrices (GL 27-1997).

Recomendaciones

49. En la Recomendación 2, la delegación de Nueva Zelanda propuso que, cuando se pusiese a disposición una estimación de la incertidumbre, debería incluirse la base de la que se había derivado. Sin embargo, no se aceptó esto, pues algunas delegaciones señalaron que tal información debería facilitarse sólo cuando el cliente lo exigiera, según la práctica vigente.

⁸ ALINORM 01/23, Apéndice V, CL 2001/5-MAS , CX/MAS 02/6, CX/MAS 02/6-Add.1 (observaciones de España, Nueva Zelanda y Tailandia); CX/MAS 02/6-Add.2 (observaciones de los Estados Unidos de América), CRD 9 (observaciones de Brasil y Comisión Europea) y CRD 13 (observaciones de Filipinas).

50. La delegación de Nueva Zelanda, apoyada por Australia, propuso que se agregara una nueva recomendación con objeto de exigir la anotación de los resultados, corregidos o no, y la estimación del factor de recuperación aplicado. No obstante, el Comité observó que los factores de recuperación estaban ya abarcados por las recomendaciones del Codex⁹ y acordó que en las Directrices debería proporcionarse una orientación clara y específica sobre la incertidumbre en la medición.

51. La delegación de Irlanda, aunque apoyaba los objetivos vigentes de las Directrices, señaló que la incertidumbre en la medición, los factores de recuperación y otras cuestiones afines que habían sido debatidas separadamente debían ser consideradas en un marco global pues todas afectaban a la utilización de los resultados analíticos.

Estado de tramitación del Anteproyecto de Directrices sobre la Incertidumbre en la Medición

52. El Comité acordó remitir el Anteproyecto de Directrices a la Comisión para su aprobación en el Trámite 5 del Procedimiento (véase Apéndice V).

RATIFICACIÓN DE LAS DISPOSICIONES SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS EN LAS NORMAS DEL CODEX (Tema 6 del programa 6)¹⁰

53. El informe del Grupo Especial de Trabajo sobre Ratificación de los Métodos de Análisis (CRD 1), que se había celebrado antes de la reunión del Comité, fue presentado por su Presidente, Dr. Pal Molnar (Hungría).

Cuestiones generales

54. El Comité confirmó que los métodos propuestos por los Comités del Codex sobre asuntos generales y sobre productos para su ratificación debían corresponderse con las disposiciones de las normas del Codex o las normas en elaboración. El Comité se mostró de acuerdo con que, en la aplicación del procedimiento, los métodos que no correspondiesen a una disposición específica, no podrían ser objeto de examen para su ratificación. En particular, el Comité no trató de los métodos remitidos por el Grupo de Acción Intergubernamental Especial sobre Zumos (Jugos) de Frutas y Hortalizas y pidió a dicho Grupo que identificara los métodos correspondientes sólo a disposiciones específicas en los anteproyectos de normas en elaboración.

55. El Comité recordó que, cuando hubiera métodos equivalentes, debían enumerarse todos ellos, y se invitó a las organizaciones interesadas a que aportaran las referencias pertinentes para su incorporación en la lista de métodos.

56. El Comité reconoció que debía disponerse de toda la información sobre la validación de métodos y que éstos deberían ser plenamente rastreables, ya que era importante verificar que existía esa información y que estaba a disposición de los usuarios cuando se decidiera la ratificación de los métodos.

Grasas y aceites

57. Por lo que respecta a los métodos para grasas y mezclas de grasas para untar, se retuvo el método AOAC 986.15 como el único método para la determinación del arsénico, puesto que no se disponía ya de los otros métodos, y se señaló que la ratificación estaría sujeta a la finalización de un límite máximo para el arsénico. Se pidió asimismo al Comité sobre Grasas y Aceites aclaraciones sobre el cálculo para determinar “la grasa de leche”, pues el método propuesto se aplicaba al ácido butírico.

Chocolate y productos de chocolate

58. El Comité ratificó el método propuesto para la determinación de la grasa vegetal en el chocolate y los productos de chocolate, actualizando la referencia al método AOCS para la detección de productos de la descomposición de esteroides en las grasas vegetales refinadas.

⁹ Directrices de la UIQPA para el Uso de la Información de Recuperación en la Medición Analítica (CAC/GL-37-2001).

¹⁰ CX/MAS 02/7, CX/MAS 02/7-Add.1, CX/MAS 02/7-Add.2, CRD 1 (informe del Grupo de Trabajo), CRD 8 (observaciones de la India), CRD 10 (observaciones de Argentina).

Leche y productos lácteos

59. El Comité tomó nota de que no había respuesta por parte del Comité sobre la Leche y los Productos Lácteos a algunas cuestiones anteriores y no ratificó los métodos respectivos, en espera de ulteriores aclaraciones por parte de dicho Comité. Se ratificó provisionalmente el método AOAC 947.05 hasta tanto no se aclarara el tipo de método necesario. Se ratificaron los demás métodos y se agregaron más referencias a los métodos equivalentes en los casos necesarios. El Comité ratificó los métodos equivalentes propuestos como del Tipo I para la grasa de la leche en el extracto seco para el queso cottage solamente, señalando que los otros métodos habían sido ratificados como del Tipo I para distintos quesos.

Pescado y productos pesqueros

60. El Comité tomó nota de que el método para la actividad acuosa se aplicaba a las hortalizas en conserva y solicitó aclaraciones sobre su empleo para las anchoas saladas deshidratadas y cocidas. La delegación de Finlandia indicó que había un método NMKL para la determinación de la actividad acuosa (NMKL 168(2001)). El método para la determinación de la ceniza insoluble en ácido se reenvió al Comité sobre Pescado y Productos Pesqueros para su ulterior información sobre la validación del mismo.

Alimentos irradiados

61. El Comité recordó los debates sostenidos en la Comisión acerca de la disponibilidad de métodos y la posibilidad de emplearlos en los países en desarrollo. El Observador de la CE informó al Comité de que tres de los nuevos métodos eran de fácil uso y no requerían un equipo costoso; también recordó que todos los métodos se habían validado plenamente.

62. La delegación de Australia, refiriéndose a las observaciones por escrito de Argentina, manifestó que los resultados no eran representativos del porcentaje efectivo de falsos positivos y negativos para los alimentos irradiados y sin irradiar (método EN 13784:2001). El observador de la CE explicó los resultados de los estudios entre laboratorios, sobre todo por lo que respecta a que se den falsos positivos y falsos negativos.

63. El Comité ratificó los cuatro métodos nuevos propuestos y sustituyó el método general EN 1788:1996 con su texto actualizado EN 1788:2001. Se agregó también en el método EN 13783:2001 la referencia al método NMKL 137 (2002), que había sido validado para la carne picada cruda.

Aditivos y contaminantes

64. El Comité ratificó los métodos para los aditivos y contaminantes correspondientes a las disposiciones específicas objeto de examen o incluidas en las normas aprobadas. Se ratificó el método EN 12955:1999-07, puesto que se aplica al contenido total de aflatoxinas en el maní (cacahuete), para el cual se ha establecido un nivel máximo¹¹. El Comité recordó que anteriormente se habían ratificado varios métodos para las aflatoxinas y que se habían incluido en el Cuadro para referencia. Tras un debate sobre la necesidad de enmendar los tipos de los métodos actuales, se acordó mantener el método AOAC 991.31 para el contenido total de aflatoxinas en el maní (cacahuete) sin elaborar como del Tipo II y ratificar el EN 12955:1999-07 como del Tipo III.

65. El Comité acordó suprimir el método para la aflatoxina en el maíz que había sido ratificado anteriormente, ya que no existía un nivel máximo para la aflatoxina en ese producto.

66. El Comité, recordando que los métodos para el ciclamato y la sacarina habían sido ya ratificados anteriormente¹², examinó si se necesitaban cambios para pasar a la fase de ratificación. Se acordó retener el NMKL 122(1997) para la sacarina en bebidas y dulces como del Tipo II y ratificar el EN 12856: 1999-04 para la sacarina en todos los alimentos como del Tipo III. Por lo que respecta a los ciclamatos, el Comité aprobó el EN 12857: 1999-04 como del Tipo II y retuvo el método actual NMKL 123(1998) como del Tipo III. Se ratificaron provisionalmente los métodos propuestos para los nitratos/nitritos en los productos cárnicos hasta tanto no se publicaran definitivamente los resultados de la validación.

¹¹ CODEX STAN 209-1999: 15 µg/kg para las aflatoxinas totales en el maní (cacahuete) destinado a su ulterior elaboración

¹² ALINORM 97/23A, Apéndice V.

Frutas y hortalizas elaboradas

67. El Comité pidió aclaraciones al Comité sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas respecto de la disposición y/o producto afectado por la determinación del pH y sulfatos. Se señaló que se había ratificado un método general para los sulfatos y que se aplicaba a las frutas y hortalizas elaboradas. El Comité recomendó asimismo que el Comité encargado de estos productos examinara la norma ISO 1842:1991 por ser específica para el pH en frutas y hortalizas elaboradas, en caso de que la determinación del pH se exigiera en una norma objeto de examen.

68. El Comité pidió aclaraciones sobre la enmienda propuesta al AOAC 968.30 para la determinación del peso escurrido, y sobre cómo debían enmendarse las secciones 2.1 y 2.2.

69. El Comité no ratificó los métodos para la humedad, sólidos no grasos, contenido total de grasas y contenido total de sólidos para los productos acuosos del coco como métodos aplicados a la leche.

70. El Comité suprimió los métodos para la acidez, sal y peso escurrido en los pepinillos, pues no existían disposiciones pertinentes en el proyecto de norma. Recordó que el método propuesto como del Tipo IV para el plomo se había ratificado provisionalmente desde 1998 y pidió al Comité encargado de estos Productos si dicho método era necesario, puesto que ya existía un método general del Codex como del Tipo II. Por lo que respecta a la determinación del ácido benzoico y los sorbatos, se recomendó que el Comité estudiara métodos más modernos (cromatografía de líquidos) como el NMKL 124 (1997).

EXAMEN DE MÉTODOS PARA LA DETECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE ALIMENTOS OBTENIDOS POR MEDIOS BIOTECNOLÓGICOS: ENFOQUE GENERAL Y CRITERIOS PARA LOS MÉTODOS (Tema 7b del programa)¹³

71. La delegación de Alemania presentó el documento y señaló que, a raíz de la solicitud del Comité sobre Etiquetado de los Alimentos y del Grupo de Acción sobre Alimentos Obtenidos por Medios Biotecnológicos de estudiar los métodos de análisis para los alimentos así obtenidos, Alemania y el Reino Unido habían preparado el documento en que se describe el estado actual de la metodología y los problemas que hay que afrontar. La delegación informó al Comité de que la presencia de un organismo modificado genéticamente o sus derivados podía comprobarse por la detección de las secuencias de ADN presentes como resultado de la recombinación o la proteína codificada por el gen insertado.

72. La delegación señaló que los métodos basados en la proteína eran poco costosos, ofrecían una alta selectividad y sensibilidad pero que, como las proteínas se desnaturalizaban durante el proceso, estas técnicas eran sobre todo idóneas para análisis de material en bruto y no eran aplicables a alimentos muy elaborados. También se señaló que estos métodos no podían utilizarse cuando no había proteínas expresadas en los alimentos. Los métodos utilizados para la detección de los marcadores de ADN en la reacción en cadena de la polimerasa (RCP) se habían utilizado en varios análisis de alimentos y que se empleaban generalmente para la detección de derivados de MG en alimentos desde hacía muchos años, y que también se empleaban comúnmente las modificaciones del método RCP. Un método característico comprendía varias fases como la extracción y purificación, la amplificación por RCP y la detección/cuantificación. A este respecto, la delegación señaló a la atención del Comité determinadas cuestiones que surgían en materia de ensayos de competencia, empleo de aplicación de criterios de rendimiento y necesidad de cuantificación del umbral, ya que los resultados de las investigaciones mostraban las dificultades de medir niveles bajos de material de MG en alimentos elaborados. La delegación señaló que los métodos descritos en el documento podían emplearse si se disponía de toda la información relativa a la secuencia y materiales de referencia.

73. Ante la falta de disposiciones precisas para los OMG y dadas las dificultades en la aplicación práctica de la metodología a este respecto, la delegación propuso elaborar recomendaciones en cuanto a las medidas de control de calidad en laboratorios que ofrecieran análisis de OMG y criterios específicos para los métodos de análisis.

¹³ CX/MAS 02/9; CRD 5 y CRD 15 (observaciones de Francia); Documento informativo presentado por el Japón, que contiene dos métodos analíticos sobre OMG, „Novel Reference Molecules for Quantitation of Genetically Modified Maize and Soybean”, Journal of AOAC International, Vol. 85, No 5, 2002 y „Validation of Real-Time PCR Analyses for Line-Specific Quantitation of Genetically Modified Maize and Soybean Using New Reference Molecules”, Journal AOAC International, Vol. 85, No 5, 2002.

74. La delegación de Francia señaló a la atención del Comité los problemas básicos que subsistían en relación con la doble fuente de incertidumbre, una derivada de la medición y la otra de la curva de calibración empleada. Dicha delegación señaló también a la atención del Comité los documentos CRD 5 y 15, en que se proponen criterios que podrían emplearse para el control de OMG en alimentos elaborados.

75. La delegación del Reino Unido opinó que el documento presentado constituía un buen comienzo pues en él se describían las metodologías empleadas a la fecha para la detección de la MG y señaló que en vista de los progresos metodológicos fructíferos como el empleo de la espectrometría de masa, era necesario trabajar sin tregua en este sector. La delegación señaló que el análisis de la MG era muy difícil dada la escasísima cantidad de analitos medidos, especialmente en algunos alimentos como las galletas y, dados los problemas metodológicos fundamentales en cuanto a la distribución de resultados y ensayos en colaboración, debería resolverse la disponibilidad de materiales de referencia antes de seguir adelante. La delegación subrayó que el enfoque por criterios podría ser muy adecuado en este sector de análisis.

76. La delegación de Irlanda señaló a la atención del Comité la existencia de la red de laboratorios que investigan sobre los OMG y recalcó la necesidad de una mejor asociación entre los organismos reglamentarios y la industria en esta esfera específica.

77. Varias delegaciones recalcaron las dificultades relativas a la disponibilidad de materiales de referencia y el Comité observó que el acceso a materiales de referencia de la MG era de importancia primordial para los laboratorios que analizan estos organismos de MG.

78. El observador de la ISO informó al Comité de que 37 expertos en representación de 25 Estados Miembros colaboraban en el Grupo de Trabajo N° 7 (ISO/TC 34/WG 7 “Organismos modificados genéticamente y productos derivados”) en estrecha cooperación con el Grupo de Trabajo 11 de CEN/TC 275 sobre siete aspectos diferentes del análisis de OMG e indicó que existía una buena colaboración entre los países participantes a nivel mundial.

79. Muchas delegaciones y observadores señalaron la complejidad de las cuestiones involucradas en el análisis de la MG y apoyaron la propuesta de seguir trabajando sobre estas cuestiones.

80. El Comité concluyó que el enfoque por criterios debía aplicarse a la selección de análisis para alimentos que contienen material modificado genéticamente.

81. El Comité acordó que un Grupo de Trabajo dirigido por Alemania y el Reino Unido actualizara y elaborara ulteriormente el documento preparado para esta reunión y propusiera recomendaciones sobre medidas de control de calidad en laboratorios y criterios para el método de análisis con objeto de someterlo al examen del Comité en su siguiente reunión. Los países y organizaciones internacionales que se enumeran a continuación manifestaron su disposición a participar en esta labor: Argentina, Australia, Brasil, Canadá, Egipto, Estados Unidos de América, Filipinas, Francia, Irán, Irlanda, Italia, Japón, Malasia, Países Bajos, Comisión Europea, AOAC, AOCS, EUROPABIO, ISO.

EXAMEN DE MÉTODOS PARA LA DETECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE ALIMENTOS OBTENIDOS POR MEDIOS BIOTECNOLÓGICOS: MÉTODOS PRESENTADOS POR EL GRUPO DE ACCIÓN INTERGUBERNAMENTAL ESPECIAL SOBRE ALIMENTOS OBTENIDOS POR MEDIOS BIOTECNOLÓGICOS (Tema 7a del programa)¹⁴

82. El Comité recordó que la delegación de Alemania había compilado la lista de métodos preparados en respuesta a la circular 2001/18-FBT y que en su tercera reunión, el Grupo de Acción Intergubernamental Especial sobre Alimentos Obtenidos por Medios Biotecnológicos había remitido al CCMAS la lista acordada para su examen. El Comité expresó su reconocimiento al Grupo de Acción y a la delegación de Alemania por la labor considerable realizada.

83. La delegación de Alemania subrayó la importancia de la Lista como referencia que podría ser útil a los gobiernos de los Estados Miembros. La delegación sugirió que el Grupo de Acción Especial establecido anteriormente examinara la Lista (véase párr. 81 *supra*).

84. La delegación de los Países Bajos, apoyada por Alemania, propuso que dicha Lista podría remitirse al Comité sobre Etiquetado de los Alimentos con el fin de facilitar el establecimiento de disposiciones sobre el etiquetado de OMG.

¹⁴ CX/MAS 02/8

85. La delegación de los Estados Unidos de América opinó que no debían seleccionarse métodos en ausencia de disposiciones específicas y que incumbía al Comité sobre Etiquetado de los Alimentos establecer los requisitos de etiquetado.

86. El Comité tomó nota de que la Lista ofrecía un examen muy bueno de los métodos que actualmente empleaban los gobiernos de los Estados Miembros en el sector del análisis de materiales MG y que estaba disponible en el documento CX/MAS 02/8 como referencia. No obstante, el Comité acordó que no era posible la selección o la ratificación de métodos sin las disposiciones pertinentes. También recordó su decisión anterior de centrar la atención en el enfoque por criterios (véase párr. 81), por lo que acordó informar al Comité sobre Etiquetado de los Alimentos.

VALIDACIÓN DE MÉTODOS EN UN SOLO LABORATORIO: EXAMEN DE LAS DIRECTRICES ARMONIZADAS DE LA UIQPA PARA LA VALIDACIÓN INTERNA DE MÉTODOS DE ANÁLISIS (Tema 8a del programa)¹⁵

87. El Comité recordó que la validación de métodos en un solo laboratorio era objeto de examen para los fines del Codex, especialmente en el sector del análisis de residuos y que había acordado en su última reunión examinar el texto publicado de las *Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación Interna de Métodos de Análisis* con objeto de adoptarlos por referencia. También recordó que el texto definitivo de dichas Directrices publicadas recientemente se había distribuido para recabar observaciones.

88. La delegación del Reino Unido señaló a la atención del Comité el hecho de que las *Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación Interna de Métodos de Análisis en un solo Laboratorio* no tenían por objeto ser un protocolo detallado sino más bien un documento general. Incluía referencias a protocolos para la validación de métodos en un solo laboratorio y podía emplearse a los fines del Codex. La delegación indicó que este asunto había sido examinado en la 15ª reunión del IAM, que estaban saliendo varios nuevos avances de la UE, NEMKL, OIEA e UIQPA y que el IAM prepararía un trabajo sobre los documentos disponibles acerca de la validación en un único laboratorio.

89. Muchas delegaciones apoyaron la propuesta de la delegación del Reino Unido de aprobar por referencia las Directrices de la UIQPA para los fines del Codex.

90. La delegación de Irlanda señaló a la atención del Comité la Guía EURACHEM “*Idoneidad de los métodos analíticos para los fines previstos*”, que podría servir de guía útil para los laboratorios de alimentos en relación con la validación en un solo laboratorio.

91. La delegación del Japón, aunque no se oponía a la aprobación por referencia de la antedicha Directriz, señaló a la atención del Comité el hecho de que existían diferencias en las definiciones entre las Directrices y las definiciones actuales del Manual de Procedimiento del Codex, por lo que era necesario asegurar la coherencia y exactitud en todos esos textos y deberían tener precedencia las definiciones presentadas en el Manual de Procedimiento. Algunas delegaciones indicaron que la terminología no estaba totalmente armonizada entre las distintas organizaciones internacionales. Se señaló que las definiciones que figuraban en el Manual podrían requerir una actualización para tener en cuenta los progresos realizados en relación con la terminología analítica a nivel internacional. Algunas delegaciones apoyaron este punto de vista.

92. La delegación de la República Checa indicó que en el pasado había habido casos en que los textos aprobados por referencia contenían definiciones algo diferentes, por lo que propuso revisar y actualizar las definiciones del Manual de Procedimiento.

93. Después de un debate, el Comité acordó incluir una nota a pie de página en el sentido de que las definiciones se aplicaban sólo para los fines de las Directrices y no eran aplicables en general para los fines del Codex.

94. El Comité acordó que el enfoque preferido debería ser siempre el de estudios en colaboración y sólo cuando ello no fuera posible sugirió la validación en un solo laboratorio.

95. El Comité acordó recomendar al 26º período de sesiones de la Comisión que aprobara las *Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación de Métodos de Análisis en un solo Laboratorio* por referencia a los fines del Codex (véase Apéndice III). También acordó iniciar la revisión de las definiciones que figuraban en el Manual de Procedimiento del Codex (Terminología analítica para uso del Codex), sin

¹⁵ CX/MAS 02/10; CX/MAS 02/10-Add.1(observaciones de los Estados Unidos de América); CRD 12 (observaciones de Brasil, República Checa); CRD 13 (observaciones de Filipinas).

perjuicio de la aprobación de la Comisión como nuevo trabajo. Se enviaría con ese fin una circular en que se pedirían observaciones sobre las definiciones actuales.

REQUISITOS PARA LA VALIDACIÓN EN UN SOLO LABORATORIO PARA LOS FINES DEL CODEX (Tema 8b del programa)¹⁶

96. El Comité recordó que, en su última reunión, había examinado la utilización de la validación en un solo laboratorio para los fines del Codex, teniendo en cuenta las actividades de las organizaciones internacionales y la labor que se estaba desarrollando en otros Comités del Codex, y había convenido en que la delegación de los Países Bajos siguiera elaborando los requisitos generales para la validación en un solo laboratorio para los fines del Codex.

97. La delegación de los Países Bajos señaló la importancia de la validación en un solo laboratorio en el campo del análisis de residuos y con el fin de afrontar nuevos riesgos, y propuso incluir en el Manual de Procedimiento criterios para los métodos validados en un solo laboratorio. El Comité examinó los *Criterios generales* propuestos e introdujo las siguientes enmiendas.

98. El Comité tomó nota de que las Directrices de la UIQPA no eran un protocolo, sino que incluían una referencia a protocolos internacionales, por lo que modificó el texto.

99. El Comité acordó que el método de validación en un solo laboratorio debería incorporarse en un “sistema de calidad”, más bien que en un “sistema de garantía de la calidad”. Tras un debate, se acordó también suprimir la referencia a la acreditación y especificar que el sistema debería ajustarse a la ISO/IEC 17025.

100. La delegación de Alemania expresó la opinión de que la referencia interlaboratorios podría proporcionarse por tres métodos: a) calibración empleando materiales de referencia, b) comparación de los resultados conseguidos con otros métodos y c) participación sistemática en las pruebas de aptitud. La delegación de los Países Bajos insistió en la importancia de los planes de pruebas de aptitud, que cabría examinar como cuestión prioritaria para proporcionar una referencia externa. Tras un intercambio de puntos de vista, el Comité acordó suprimir el tercer sangrado de los criterios en que se enumeraban estas tres opciones.

101. Como resultado de estos debates, el Comité acordó que se aceptara el texto siguiente:

Criterios generales para la aceptación de métodos de análisis validados en un solo laboratorio

Especialmente en el caso de métodos multianálisis-multisustratos y nuevos peligros, tal vez los métodos validados interlaboratorios no era posible disponerlos o no eran apropiados. Los criterios empleados para seleccionar un método incluían los Criterios generales para la selección de métodos de análisis, cuando así procediese. Además, los métodos validados en un solo laboratorio debían satisfacer los criterios siguientes:

- i el método se valida con arreglo a un protocolo reconocido internacionalmente (p. ej., los referenciados en las *Directrices Armonizadas de la UIQPA para la Validación de Métodos de Análisis en un solo Laboratorio*);
- ii el método validado en un solo laboratorio se incorpora en un sistema de calidad que se ajuste a la norma ISO/IEC 17025.

102. Sin embargo, el Comité no pudo llegar a un acuerdo sobre las modalidades de su incorporación en el Manual de Procedimiento. Recordó que estos *Criterios generales* se habían propuesto para su inclusión después de los *Criterios generales para la selección de métodos de análisis mediante el enfoque por criterios* y que no se habían asociado con un tipo específico de método en los debates anteriores. Sin embargo, algunas delegaciones expresaron la opinión de que estas recomendaciones no podían incluirse en el Manual como Criterios generales, sino que deberían restringirse a los métodos del Tipo IV, porque los del Tipo II y III deberían ensayarse en colaboración.

103. Otras delegaciones recordaron que la finalidad de la validación en un solo laboratorio era permitir el empleo de métodos de referencia de los que no se dispondría de otro modo y que, en consecuencia, tendrían que modificarse los requisitos vigentes para el tipo de métodos. También se señaló que no era necesario aplicar requisitos adicionales a los métodos del Tipo IV y que no era pertinente la inclusión de criterios para la validación en un solo laboratorio si no eran aplicables en general.

¹⁶

104. El Comité no pudo llegar a una conclusión sobre una enmienda al Manual de Procedimiento y acordó informar al Comité sobre Residuos de Plaguicidas, al Comité sobre Residuos de Medicamentos Veterinarios en los Alimentos y al Comité sobre Aditivos Alimentarios y Contaminantes de los Alimentos acerca del debate precedente, ya que el uso de la validación en un solo laboratorio era especialmente importante para su labor.

VALIDACIÓN DE MÉTODOS EN UN SOLO LABORATORIO: VALIDACIÓN DE MÉTODOS MEDIANTE LA UTILIZACIÓN DE RESULTADOS DE PLANES DE PRUEBAS DE APTITUD (Tema 8c del programa)¹⁷

105. El Comité recordó que en su última reunión había acordado examinar un documento sobre la validación de métodos de análisis mediante la utilización de resultados de planes de pruebas de aptitud. La delegación del Reino Unido presentó el documento y señaló que en algunas situaciones existía la posibilidad de validar métodos si habían suficientes participantes en el plan de pruebas de aptitud que utilizaran el mismo método de análisis definido o si el método estaba prescrito por los coordinadores. La delegación indicó que este enfoque era más aplicable en los sectores de análisis microbiológico y de la MG y que los anexos del documento ofrecían ejemplos prácticos sobre la validación del método para la numeración de *Listeria monocytogenes* en la carne y productos cárnicos y en el análisis estadístico de los resultados de un plan de pruebas de aptitud en curso.

106. La delegación señaló a la atención del Comité el hecho de que el Protocolo internacional armonizado para las pruebas de aptitud de laboratorios analíticos (químicos) sería objeto de revisión en un próximo futuro, por lo que propuso que tal vez fuera conveniente que durante la revisión del Protocolo armonizado abordara la cuestión de la validación de métodos mediante la utilización de resultados de pruebas de aptitud.

107. La delegación de Polonia señaló la utilidad del documento y que el protocolo revisado daría orientaciones en cuanto a la validación de métodos. Muchas delegaciones apoyaron esta opinión, especialmente si ofreciera orientación para el diseño de planes de pruebas de aptitud.

108. El Comité agradeció a la delegación del Reino Unido su valioso documento y apoyó las recomendaciones contenidas en el mismo. Acordó estimular a la UIQPA a trabajar en esta esfera.

UTILIZACIÓN DE RESULTADOS ANALÍTICOS: MUESTREO, RELACIÓN ENTRE LOS RESULTADOS ANALÍTICOS, LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN, LOS FACTORES DE RECUPERACIÓN Y LAS ESPECIFICACIONES EN LAS NORMAS DEL CODEX (Tema 9 del programa)¹⁸

109. El Comité había recordado en su última reunión que había tomado nota de que existían varias decisiones que podrían ser adoptadas por los responsables de la aplicación de las disposiciones analíticas del Codex que afectaban directamente a decisiones sobre si un lote se ajustaba o no los requisitos del Codex, por lo que se propuso que se preparara un documento para el examen de las cuestiones correspondientes.

110. La delegación del Reino Unido presentó el documento e indicó que las decisiones relativas a la aceptabilidad de un lote o muestra deberían basarse en un concepto que tuviera en cuenta el muestreo y los aspectos analíticos. La delegación señaló que en la actualidad no existía un entendimiento e interpretación comunes de los resultados analíticos entre los miembros del Codex por lo que, tras un análisis de la misma muestra podrían adoptarse diferentes decisiones. La delegación indicó que ocurría así porque algunos países tenían en cuenta la incertidumbre para la interpretación de los resultados, mientras que otros no lo hacían y que se utilizaban diferentes regímenes de muestreo. La delegación señaló que en los anexos del documento se exponían los enfoques para resolver estos problemas. La delegación propuso que, cuando los comités sobre productos elaboraran especificaciones, deberían hacerlo con respecto a los factores que repercuten en la interpretación de las especificaciones. Por lo tanto, los comités sobre productos deberían dar una clara orientación al Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras sobre en qué forma deseaban que se aplicaran las especificaciones del Codex.

111. Muchas delegaciones subrayaron la importancia de esta cuestión con objeto de asegurar la coherencia en todo el Codex, por lo que apoyaron los esfuerzos que se desplegaran en este ámbito.

112. El observador de la CE señaló que esta cuestión era de gran importancia pues los temas relativos a la corrección de la incertidumbre en la recuperación y muestreo tenían consecuencias que no podían ignorarse.

¹⁷ CX/MAS 02/12; CRD 13 (observaciones de Filipinas).

¹⁸ CX/MAS 02/13

El observador informó al Comité sobre el trabajo que se estaba realizando en la CE e indicó que se disponía para información de un borrador de un documento sobre esta materia.

113. La delegación de Alemania indicó que desde el punto de vista científico era necesario tener en cuenta la incertidumbre y que ello concordaba con el requisito de demostrar “fuera de toda duda razonable” que se había superado un límite. La delegación señaló que debería haber un mecanismo para asegurar que los productos se trataban de forma coherente, por lo que propuso que se trabajara sobre las recomendaciones generales destinadas a los Comités sobre productos.

114. La delegación de los Países Bajos señaló a la atención del Comité el hecho de que, en materia de residuos de plaguicidas, no existía corrección para la recuperación, mientras que en otros sectores se aplicaba la corrección y no estaba lo suficientemente claro a quiénes podrían dirigirse las recomendaciones. La delegación sugirió, por lo tanto, efectuar los cambios pertinentes en el Manual de Procedimiento, con objeto de asegurar que los Comités sobre productos aplicaran un enfoque coherente sobre esta cuestión.

115. La delegación de Irlanda indicó que esta cuestión se había vinculado a las situaciones de conflicto en relación con los errores analíticos y de muestreo y sugirió proceder de forma gradual elaborando directrices muy pragmáticas. La delegación informó al Comité de que el órgano internacional de acreditación de laboratorios había establecido directrices a este respecto a las que se podría acceder en su sitio Web (www.ilac.org).

116. Algunas delegaciones opinaron que, antes de seguir adelante, este problema debería ser afrontado por los Comités sobre productos, ya que debían examinar en qué forma se utilizarían los resultados analíticos cuando elaboraran disposiciones en normas del Codex.

117. El Comité acordó remitir este documento que contiene notas explicativas (CX/MAS 02/12) a los Comités sobre productos para su examen y observaciones. El Comité acordó también remitir este documento al Comité sobre Sistemas de Inspección y Certificación de Importaciones y Exportaciones de Alimentos y pedir su asesoramiento en la medida en que estuviesen involucradas cuestiones de inspección.

INFORME DE LA REUNIÓN ENTRE ORGANISMOS SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS (Tema 10 del programa)¹⁹

118. El Presidente del IAM (Dr. Roger Wood) presentó el proyecto de informe de la 15ª reunión entre organismos e informó al Comité de que se habían debatido varias cuestiones relativas a la labor del Comité, tales como la composición del IAM, el enfoque por criterios, la validación en un solo laboratorio, el compendio electrónico de métodos analíticos (e-CAM), las pruebas de aptitud y la armonización de la terminología analítica, etc.

119. El Dr. Wood tomó nota de que se había presentado un compendio electrónico de métodos analíticos e-CAM como proyecto de la AOAC. Se indicó que el sistema proporcionaría información resumida que sería útil cuando se adoptase en el Codex el enfoque por criterios. También señaló que el CAM volvería a ser redactado por la AOAC y tendrían acceso a él todos los miembros de la IAM.

120. El Dr. Wood indicó también que podría ser posible dar información sobre si cabría validar métodos específicos de análisis a través de los resultados de planes de pruebas de aptitud si fuesen suficientes los participantes que empleasen un método definido. En este sentido, tomó nota de que la UIQPA examinaría la revisión del Protocolo internacional de pruebas de aptitud armonizadas.

121. La delegación de Francia, apoyada por otras delegaciones y observadores, pidió aclaraciones sobre la composición del IAM a la vista de sus atribuciones. El Comité señaló que el examen de la composición del IAM era cuestión interna de la misma.

122. Por lo que respecta a las cuestiones planteadas en el informe del IAM sobre la actualización de referencias para métodos en las publicaciones del Codex, la Secretaría indicó que sólo las enmiendas propuestas por los Comités del Codex, ratificadas por el Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras y aprobadas por la Comisión podría incluirse en las publicaciones revisadas del Codex tras cada período de sesiones de la Comisión. Toda propuesta para actualizar los métodos tendría que proponerse en el Comité competente del Codex. También se recordó que varios países y organizaciones internacionales tenían

¹⁹ CRD 2 (Informe de la 15ª reunión de las organizaciones internacionales que trabajan en el campo de los métodos de análisis y muestreo (reunión entre organismos).

la oportunidad de ofrecer observaciones sobre la ratificación de métodos de análisis para su examen por la Comisión.

123. El Comité expresó su reconocimiento al IAM por su labor constructiva y su aportación a la labor del Comité y que se colocaría el informe final de la IAM en el sitio Web de la AOAC: <http://www.aoac.org/>

OTROS ASUNTOS Y TRABAJOS FUTUROS (Tema 11 del programa)

124. El Comité tomó nota de que, como resultado de los debates sostenidos en la reunión en curso, en la siguiente se examinarían los temas siguientes:

- ❖ Proyecto de Directrices Generales sobre Muestreo
- ❖ Proyecto de Directrices sobre Incertidumbre en la Medición
- ❖ Anteproyecto de Directrices para la Evaluación de Métodos de Análisis Aceptables
- ❖ Anteproyecto de Directrices para la Solución de Controversias sobre Resultados Analíticos (pruebas)
- ❖ Criterios para los métodos aplicables a alimentos obtenidos por medios biotecnológicos
- ❖ Métodos de análisis para la determinación de dioxinas
- ❖ Ratificación de métodos en las normas del Codex
- ❖ Examen de las definiciones vigentes en el Manual de Procedimiento
- ❖ Examen del empleo de los resultados analíticos

FECHA Y LUGAR DE LA SIGUIENTE REUNIÓN (Tema 12 del programa)

125. Se informó al Comité de que la celebración de la 25ª reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras estaba prevista provisionalmente en Budapest para la primavera de 2004. La fecha y el lugar exactos se fijarían entre el país anfitrión y la Secretaría del Codex. Se informó también al Comité de que sus reuniones se tendrían con frecuencia anual a partir de su 25ª reunión.

RESUMEN DEL ESTADO DE LOS TRABAJOS

Asunto	Trámite	Encomendado a	Documento de referencia en ALINORM 03/23
Enmiendas propuestas al Manual de Procedimiento: – Enmienda a los <i>Criterios generales para la selección de métodos de análisis mediante el enfoque por criterios</i> – nueva sección sobre <i>Instrucciones prácticas para la aplicación del enfoque por criterios en el Codex</i>		CCGP Gobiernos 26° Período de sesiones (p.s.) de la Comisión	párr. 42 Apéndice II
<i>Directrices de la UIQPA para la Validación de Métodos de Análisis en un solo Laboratorio</i> (para su aprobación por referencia)	(*)	Gobiernos 26° p.s. de la Comisión	párr. 55 Apéndice III
Ratificación de métodos de análisis, incluidos los métodos generales		Gobiernos 26° p.s. de la Comisión	párrs. 57-70 Apéndice VI
Anteproyecto de Directrices Generales sobre Muestreo	5	Gobiernos 26° p.s. de la Comisión 25ª reunión del CCMAS	párr. 19 Apéndice IV
Anteproyecto de Directrices sobre la Incertidumbre en la Medición	5	Gobiernos 26° p.s. de la Comisión 25ª reunión del CCMAS	párr. 52 Apéndice V
Anteproyecto de Directrices para la Evaluación de Métodos de Análisis Aceptables	3	Gobiernos 25ª reunión del CCMAS	párr. 34 Apéndice VII
Anteproyecto de Directrices para la Solución de Controversias sobre Resultados Analíticos (Pruebas)	1/2/3	26° p.s. de la Comisión Francia/Gobiernos 25ª reunión del CCMAS	párr. 32
Examen de la terminología analítica para uso del Codex (Manual de Procedimiento)		26° p.s. de la Comisión/Gobiernos 25ª reunión del CCMAS	párr. 95
Criterios para los métodos de análisis aplicables a los alimentos obtenidos por medios biotecnológicos		Alemania/Reino Unido/Gobiernos 25ª reunión del CCMAS	párr. 81
Utilización de resultados analíticos		CCFICS Comités sobre Productos 25ª reunión del CCMAS	párr. 117
Métodos para las dioxinas y los BPC		Alemania/Gobiernos 25ª CCMAS	párr. 5

(*) Equivalente al Trámite 8.

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

Chairperson: Prof. Dr. Peter A. Biacs
Président: Deputy State Secretary
Presidente: Ministry of Agriculture and Regional Development
 Kossuth Lajos tér 11.
 H-1052 Budapest, Hungary

Vice-Chairperson: Prof. Pál Molnár
Vice-Président: Central Food Research Institute
Vicepresidente: Herman Ottó út 15.
 H-1022 Budapest, Hungary

ALGERIA/ALGERIE/ARGELIA

Ms. Nawel Taleb
 Service de Microbiologie alimentaire
 Laboratoire Central Vétérinaire
 Institut National de Médecine
 BP 125 Hassen.Badi El-Harrach, Algeria
 Tel.: + 213 2 53 67 58
 Fax: + 213 2 53 67 58
 e-mail: taleb.nawel448@caramail.com

ARGENTINA/ARGENTINE

Horacio Emilio Solari
 Ambassador, Embassy of Argentina
 H-1023 Budapest, Vérhalom u. 12-16.
 Hungary
 Tel.: + 36 1 326 0492
 Fax: + 36 1 326 0494
 e-mail: embargen@nextra.hu

Rolando Olmos
 Secretary of Embassy
 Embassy of Argentina
 H-1023 Budapest, Vérhalom u. 12-16.
 Hungary
 Tel.: + 36 1 326 0492
 Fax: + 36 1 326 0494
 e-mail: embargen@nextra.hu

AUSTRALIA/AUSTRALIE

Dr. Penny Darnos
 Executive Officer – Scientific and Client Liaison
 Australian Government Analytical Laboratories
 GPO Box 1844 - Canberra ACT 2601, Australia
 Tel.: + 61 2 6213 6546
 Fax: + 61 2 6213 6815
 e-mail: penny.darnos@agal.gov.au

AUSTRIA /AUTRICHE

Dr. Rudolf Kapeller
 Austrian Agency for Health and Food Safety
 Bürgerstrasse 47/I, 4020 Linz, Austria
 Tel.: + 43 732 779071-12
 Fax: + 43 732 779071-15
 e-mail: rudolf.kapeller@lulnz.ages.at

BELGIUM/BELGIQUE/BÉLGICA

Jean-Marie Degroodt
 Chef de section Denrées Alimentaires
 Rue J. Wytsman 14
 B-1050 Bruxelles, Belgique
 Tel.: + 32 2 642 53 53
 Fax: + 32 2 642 56 91
 e-mail: Jean-Marie.Degroodt@iph.fgov.be

BRAZIL/BRÉSIL/BRASIL

Dr. Shirley Abrantes
 Chemist
 INCQS-FIOCRUZ
 Av Brasil 4365 Manguinhos
 Rio de Janeiro
 Brasil
 Tel.: + 55 21 25 73 10 72
 Fax: + 55 21 22 90 09 15
 e-mail: shirley@incqs.fiocruz.br

Francisco Bezerra da Silva
 Medico Veterinario
 Ministerio da Agricultura, Pecuaria e Abastecimento
 Esplanada dos Ministerios – Secretaria de Defesa
 Agropecuaria
 Bloco D-Anexo, Sala 406, Brasilia / DF / Brasil
 Tel.: + 55 61 226 9771/226 6182
 Fax: + 55 61 224 3995/218 2316
 e-mail: fsilva@agricultura.gov.br

CAMEROON/CAMEROUN/CAMERÚN

Daniel Sibetcheu
 Responsable de la Nutrition
 Ministère de la Santé Publique
 P. O Box: 11058, Yaounde
 Cameroon
 Tel.: + 237 223 9348 / 237 778 1321
 Fax: + 237 222 4419
 e-mail: ppen@camnet.cm

CANADA

Barbara Lee
 Director - Laboratories Directorate
 Canadian Food Inspection Agency
 59 Camelot Drive
 Ottawa, Ontario, K1A 0Y9, Canada
 Tel.: + 1 613 225 2342 (4622)
 Fax: + 1 613 228 6656
 e-mail: blee@inspection.gc.ca

CHINA/CHINE

Dr. Lee Wai On
 Senior Chemist - Food and Environmental Hygiene
 Dept. of HKSARG
 43th Floor, Queensway Government Offices, 66
 Queensway, Hong-Kong, China
 Tel.: + 852 286 75 400
 Fax: + 852 289 33 547
 e-mail: wolee@fehd.gov.hk

Dr. Leung Ka Sing
 Senior Chemist
 Food and Environmental Hygiene
 Dept. of HKSARG
 Food Research Laboratory
 4/F Public Health Laboratory Centre
 382, Nam Cheong Street, Hong-Kong, China
 Tel.: + 852 2319 8439
 Fax: + 852 2766 4335
 e-mail: ksleung@fehd.gov.hk

CROATIA/CROATIE/CROACIA

Jasminka Papic, ChE., MsC.
 Chemist
 Head of Flavours and Fragrance Unit Department
 Croatian National Institute of Public Health
 Rockefellerova 7, 10000 Zagreb, Croatia
 Tel.: + 385 1 486 3296
 Fax: + 385 1 468 3007
 e-mail: jpapic@inet.hr

**CZECH REPUBLIC/REPUBLIQUE TCHEQUE
/REPUBLICA CHECA**

Petr Cuhra
 Head of Laboratory - Czech Agricultural and Food
 Inspection Authority
 Za Opravnou 4,
 150 00 Prague 5, Czech Republic
 Tel.: + 420 2 571995 40
 Fax: + 420 2 571995 41
 e-mail: cuhra@czpi.cz

RNDr. Bohumil Pokorny, CSc.
 Head of Hygienic Laboratory
 Regional Institute of Public Health
 Cornova 68, 618 00 Brno, Czech Republic
 Tel.: + 420 5 4821685 1
 Fax: + 420 5 4821685 1
 e-mail: pokorny@khsbrno.cz, pokorn@volny.cz

DENMARK/DANEMARK/DINAMARCA

Inge Meyland
 Senior Scientific Adviser
 Institute of Food Safety and Nutrition
 Danish Veterinary and Food Administration
 Morkhoj Bygade 19
 DK-2860 Soborg, Denmark
 Tel.: + 45 33 95 60 00
 Fax: + 45 33 95 60 01
 e-mail: ime@fdir.dk

Dr. Karina Bergenholtz
 Head of Section
 Danish Agricultural Council
 AXELTORV 3
 DK-1609 Copenhagen V, Denmark
 Tel.: + 45 33 39 40 00
 Fax: + 45 33 39 41 50
 e-mail: Kpb@Agriculture.dk

EGYPT/EGYPTE/EGIPTO

Dr. Mariem Ahmed Moustafa Moussa
 Minister Plenipotentiary for
 Agricultural Affairs &
 Deputy Permanent Representative of Egypt to U.N.
 Agencies in Rome Ministry of Agriculture of Egypt
 Embassy of Egypt, Agriculture Office
 Via Salaria, Rome, Italy
 Tel.: + 39 06 854 8956
 Fax: + 39 06 854 2603
 e-mail: agrioff.egypt@mclink.it

Dr. Ashraf Mahmoud ElMarsafy
 Technical & Quality Control Manager Deputy
 Ministry of Agriculture
 Agriculture Research Center
 Central Lab. of Residue Analyses of Pesticides and
 Heavy Metals in Food
 7-Nadi El-said Dokki, Giza, Egypt
 Tel.: + 202 760 1395
 Fax: + 202 761 1216
 e-mail: qcap@intouch.com

Dr. Magda Ali El-Said Rakha
 Undersecretary for laboratory services
 Central Health Laboratory
 Ministry of Health
 19 El Sheikh Rihan St., Cairo, Egypt
 Tel.: + 20 2 795 8127
 Fax: + 20 2 796 2248
 e-mail: rakha@link.net

Chem. Hayat Farag Abd-El meguied
 General Manager
 Chemistry Administration
 Ministry of Industry and Technology
 12, Ramsis Street Cairo, Egypt
 Tel.: + 20 2 574 3103, 574 3433
 Fax: + 20 2 574 0750

FINLAND/FINLANDE/FINLANDIA

Harriet Wallin
Senior Officer, Food Control
National Food Agency
P.O. Box 28, FIN-00581, Helsinki, Finland
Tel.: + 358 9 393 1557
Fax: + 358 9 393 1593
e-mail: harriet.wallin@elintarvikevirasto.fi

Pekka Pakkala
Director
National Food Agency
P.O.Box 28, FIN-00581 Helsinki, Finland
Tel.: + 358 9 393 1514
Fax: + 358 9 393 1593
e-mail: pekka.pakkala@elintarvikevirasto.fi

FRANCE/FRANCIA

Jean-Bernard Bourguignon
Ministère de l'économie, des finances et de l'industrie
DGCCRF – Direction des Laboratoires, Télédéc 051
59, boulevard Vincent Auriol
75703 Paris, Cedex 13
France
Tel.: + 33 1 44 97 30 70
Fax: + 33 1 44 97 30 43
e-mail: jean-bernard.bourguignon@dgccrf.finances.gouv.fr

Pascal Audebert
Chargé de mission "Codex Alimentarius"
Comité interministériel pour les questions de
coopération économique européenne
Secrétariat général (SGCI) - Secteur AGRAP
Carré Austerlitz - 2, boulevard Diderot
75572 Paris Cedex 12, France
Tel.: + 33 1 44 87 16 03
Fax: + 33 1 44 87 16 04
e-mail: pascal.audebert@sgci.finances.gouv.fr

Alain Duran
Chargé des questions de contrôle statistique de la
qualité
Ministère de l'économie, des finances et de l'industrie
DGCCRF – Bureau C3 – Télédéc 051
59, boulevard Vincent Auriol
75703 Paris, Cedex 13, France
Tel.: + 33 1 44 97 32 31
Fax: + 33 1 44 97 30 37
e-mail: alain.duran@dgccrf.finances.gouv.fr

Bertrand Lombard
AFSSA-LERHQA
41, rue du 11 novembre 1918
94700 Maisons-Alfort, France
Tel.: + 33 01 49 77 11 23
Fax: + 33 01 49 77 11 02
e-mail: b.lombard@afssa.fr

Lilian Puech
Ministère de l'agriculture de l'alimentation, de la pêche
et des affaires rurales - DGAL
Sous direction de la réglementation, de la recherche et
de la coordination des contrôles
Bureau de la recherche et des laboratoires d'analyses
251, rue de Vaugirard, 75732 Paris Cedex 15
Tel: + 33 1 49 55 47 78
Fax: + 33 1 49 55 49 61
e-mail: lilian.puech@agriculture.gouv.fr

Nadine Normand
Responsable Développement Agroalimentaire
Département Développement
Association Française de Normalisation AFNOR
11, avenue Francis de Pressencé
F-93571 Saint-Denis-La-Plaine Cedex, France
Tel.: + 33 1 41 62 85 10
Fax: + 33 1 49 17 90 00
e-mail: nadine.normand@afnor.fr

GERMANY/ ALLEMAGNE/ ALEMANIA

Hermann Broll
Bundesinstitut für Risikobewertung Postfach 33 00 13,
Berlin, D-14191, Germany
Tel: + 49 1 888 412 3639
Fax: + 49 1 888 412 3715
e-mail: h.broll@bfr.bund.de

Dr. Axel Preuss
Chemisches Landes- und Staatliches
Veterinäruntersuchungsamt
Sperlichstrasse 19, D-48007 Münster, Germany
Tel.: + 49 251 9821 215
Fax: + 49 251 9821 250
e-mail: preuss@cvua.nrw.de

Carola Seiler
NAL im DIN e. V.
Deutsches Institut für Normung e. V.
Burggrafenstrasse 6, 10772 Berlin, Germany
Tel: + 49 30 2601 2198
Fax: + 49 30 2601 421 98
e-mail: carola.seiler@din.de

GHANA

Mr. Kwaku Owusu-Baah
Chef Director
Ministry of Food and Agriculture
P. O. Box M37
Accra
Ghana
Tel: +233 21 666 567
Fax: +233 21 668 245
e-mail: cdmofa@mofa.gov.gh

GREECE/GRECE/GRECIA

George Argyrakos
 Dept. of Food Processing and Quality Control
 Ministry of Agriculture
 Acharnon 2 St., Athens 10176
 Greece
 Te.: + 30 1 212 4281
 e-mail: ax2u51@minagric.gr

HUNGARY/ HONGRIE/ HUNGRÍA

Dr. Mária Váradi
 Head of Analytics Unit
 Central Food Research Institute
 H-1022 Budapest, Herman Ottó út 15.
 Hungary
 Tel.: + 36 1 355 8982
 Fax: + 36 1 212 9853
 e-mail: m.varadi@cfri.hu

Dr. Julianna Bányai-Sándor
 Associate professor
 Szent István University
 Faculty of Horticulture and Food Industry
 Villányi út 29-43.
 H-1118 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 275-1295
 e-mail: bjuli@dpg.hu

Kinga Bikfalvy
 Secretary
 Committee of Hungarian Food Book
 Ministry of Agriculture and Regional Development
 Division of Food Industry
 H-1055 Budapest
 Kossuth Lajos tér 11.
 Tel.: + 36 1 301 4000

Ilona Boros
 Head of department
 Research Institute of Hungarian Sugar Industry
 Tolnai L. u. 25
 H-1084 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 323 2814
 Fax: + 36 1 210 4616
 e-mail: cukorkutato@mail.datanet.hu

Dr. Éva Deák
 Division Head - National Institute of Measures
 H-1124 Budapest
 Németvölgyi út 37-39.
 Tel.: + 36 1 458 5836
 Fax: + 36 1 458 5809
 e-mail: E.Deak@omh.hu

Dr. Péter Fodor
 Szent István University
 Faculty of Horticulture and Food Industry
 H-1118 Budapest
 Villányi út 29-43., Hungary
 Tel.: + 36 1 385 0666

Dr. Anna Gergely
 Head of Department
 National Institute of Food Hygiene and Nutrition
 Gyáli út 3/a.
 H-1097 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 215 4130
 Fax: + 36 1 215 1545

Prof. Dr. habil. István F. Kiss
 Member of the Hungarian Codex Committee
 University Professor
 Szent István University
 Faculty of Food Sciences
 Dept. of Refrigeration and Livestock Products
 Technology
 H-1118 Budapest, Ménesi út 43.
 Tel.: + 36 1 372 6303
 Fax: + 36 1 372 6321
 e-mail: kissif@omega.kee.hu

Csilla Kurucz
 Standardization Manager
 Hungarian Standards Institution
 H-1091 Budapest, Üllői út 25.
 Tel.: + 36 1 456 6920
 Fax: + 36 1 456 6823
 e-mail: cs.niklos@mszt.hu

Dr. Vilmos Nagel
 Senior research worker
 National Food Investigation Institute
 H-1095 Budapest, Mester u. 81.
 Tel.: + 36 1 456 3010 ext.117
 Fax: + 36 1 215 6858
 e-mail: nagelv@oai.hu

Dr. Ferenc Örsi
 Professor
 Budapest University of Technology and Economics
 Dept. of Biochemistry and Food Technology
 H-1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3.
 Tel.: + 36 1 463 2283
 Fax: + 36 1 463 3855

Dr. Marianna Tóth-Markus
 Senior research worker
 Central Food Research Institute
 Herman Ottó út. 15 - H-1022 Budapest
 Tel.: + 36 1 355 8244
 Fax: + 36 1 355 8928
 e-mail: m.toth@cfri.hu

INDONESIA/ INDONESIE

Dr. Sunggul Sinaga
 Agricultural Attaché
 The Indonesian Embassy in Rome
 Via Campania 55, Rome, Italy
 Tel.: + 39 06 4200 911 or 4200 9134
 Fax: + 39 06 488 0280
 e-mail: dr-sunggulsinaga@yahoo.com

**IRAN, ISLAMIC REPUBLIC OF/ IRAN,
REPUBLICQUE ISLAMIQUE DE/ IRÁN,
REPUBLICA ISLÁMICA DE**

Dr. Ali Asghar Zinanloo
Head - Horticulture Department
Seed and Plant Improvement Research Institute, Karaj
Ministry of Jihad-e-Agriculture
Iran I. R.
Tel.: + 98 913 217 8524
e-mail: azeinanloo@yahoo.com

IRELAND/ IRLANDE/ IRLANDA

Dr. Máire Walsh
State Chemist
State Laboratory
Abbotstown, Dublin 15
Ireland
Tel.: + 353 1 802 5800
Fax: + 353 1 821 7320
e-mail: mwalsh@statelab.ie

Ita Kinahan
State Laboratory
Abbotstown, Dublin 15
Ireland
Tel.: + 353 1 802 5800
Fax: + 353 1 821 7320
e-mail: ita.kinahan@statelab.ie

Paul Rafter
Superintending Veterinary Inspector
Dept. Agriculture & Food,
Central Meat Laboratory
Abbotstown, Castleknock, Dublin 15
Ireland
Tel.: + 353 1 607 2950
Fax: + 353 1 821 4966
e-mail: paul.rafter@agriculture.gov.ie

ITALY/ ITALIE/ ITALIA

Dr. Ciro Impagnatiello
Minsitero per le Politiche - Agricole e Forestali
VIA XX Settembre 20
I-00187 Roma, Italy
Tel.: + 39 06 4665 6511
Fax: + 39 06 488 0273
e-mail: ciroimpa@tiscalinet.it

Dr. Ettore Coni
Researcher
Italian National Institute of Health
Vle Regina Elena 299, Rome
Italy
Tel.: + 39 06 4990 2712
Fax: + 39 06 4990 2712
e-mail: econi@iss.it

Dr.ssa Anna Maria Ferrini
Researcher - Higher Institute of Health
Vle Regina Elena 299, 00161 Rome, Italy
Tel.: + 39 06 4990 2368
Fax: + 39 06 4938 7101
e-mail: ferrini@iss.it

JAPAN/ JAPON/ JAPÓN

Mitsuo Saito
Food Sanitary Specialist - Inspection and Safety
Division - Dept. of Food Safety
Pharmaceutical and Food Safety Bureau
Ministry of Health, Labour and Welfare
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8916, Japan
Tel.: + 81 3 5253 1111 (ext.2454)
Fax: +81 3 3503 7964
e-mail: saito-mitsuo@mhlw.go.jp

Dr. Yukiko Yamada
Director for International Affairs (Food Research)
Research planning & Coordination Division
National Food Research Institute
Kannondai 2-1-12, Kannondai, Tsukuba 305-8642,
Japan
Tel.: + 81 298 38 8017
Fax: + 81 298 38 8005
e-mail: yukiko.yamada@affrc.go.jp

Rieko Matsuda, Ph.D.
Section Chief Division of Foods,
2nd Section - National Institute of Health Sciences
1-18-1 Kamiyoga, Setagaya-ku,
Tokyo 158-8501, Japan
Tel.: + 81 3 3700 1141 (ext.261)
Fax: + 81 3 3707 6950
e-mail: matsuda@nihs.go.jp

Fujita Toshifumi
Section Chief - International Affairs Division
Standard and Labelling Dept.
Center for Food Quality, Labelling and Consumers
Services Headquarters
1-21-2, Kitabukuro-cho, Saitama City, Saitama 330-
9731, Japan
Tel.: + 81 48 600 2375
Fax: + 81 48 600 2373
e-mail: toshifumi_fujita@cfqlcs.go.jp

Hideo Kuribara
Section Chief - Technical Research Division
Standard and Labelling Dept.
Center for Food Quality, Labelling and Consumers
Services Headquarters
1-21-2, Kitabukuro-cho, Saitama City, Saitama 330-
9731, Japan
Tel.: + 81 48 600 2365
Fax: + 81 48 600 2377
e-mail: hideo_kuribara@cfqlcs.go.jp

Dr. Akemi Yasui
 Division Director - National Food Research Institute -
 Analytical Science Division
 Kannondai 2-1-12 Tsukuba-shi Ibaraki-ken
 Tel.: + 81 298 38 8009
 Fax: + 81 298 38 8005
 e-mail: ayasui@affrc.go.jp

Kenji Tanno
 Technical Adviser
 Japan Food Hygiene Association
 2-6-1, Jingumae, Shibuya-ku
 Tokyo 150-0001, Japan
 Tel.: + 81 3 3403 2111
 Fax: + 81 3 3478 0059
 e-mail: tannok@jfrl.or.jp

Sakamoto Reichihiro
 Technical Advisor
 Japan Food Industry Center
 Sankaido Bld. 7th Fl. 9-13 Akasaka 1-chome, Minatu-
 ku - Tokyo 107-0052, Japan
 Tel.: + 81 3 3503 3001
 Fax: + 81 3 3592 1674
 e-mail: starch@net.or.jp

Arai Hideyuki
 Technical Advisor
 Japan Food Industry Center
 Sankaido Bld. 7th Fl. 9-13 Akasaka 1-chome, Minatu-
 ku - Tokyo 107-0052, Japan
 Tel.: + 81 3 3503 3001
 Fax: + 81 3 3592 1674
 e-mail: starch@net.inst.or.jp

Kojima Yoichi
 Technical Advisor - Japan Food Industry Center
 Sankaido Bld. 7th Fl. 9-13 Akasaka 1-chome, Minatu-
 ku - Tokyo 107-0052, Japan
 Tel.: + 81 3 3503 3001
 Fax: + 81 3 3592 1674
 e-mail: starch@net.inst.or.jp

JORDAN/ JORDANIE/ JORDANIA

Eng. Rima H. Zumot
 Director - Food Control
 Commission of Environment and Health
 Aqaba Special Economic Zone Authority
 P. O. Box 2565 - Aqaba 77110, Jordan
 Tel.: + 962 3 209 1000 ext.2083
 Fax: + 962 3 201 4204
 e-mail: rzumot@hotmail.com

KENYA

Dr. Stanley Kooro mbwira
 Assistant Director
 Dept. of Veterinary Services
 Ministry of Agriculture and Rural Development
 P.O. Kabete, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 63 13 90, 63 12 91
 Fax: + 254 2 63 12 73
 e-mail: cvfovetlab@kenyaweb.com

Rosemary Njeri Nganga
 Analytical Chemist
 Kenya Plant Health Inspectorate Service
 (KEPHIS)
 P. O. Box 49592, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 444 0087
 Fax: + 254 2 444 1840
 e-mail: kephis@nbnet.co.ke, or
mjerin2002@yahoo.com

Dr. Justus Peter Nthuli
 Deputy Director
 Dept. of Veterinary Services
 Ministry of Agriculture and Rural Development
 P.O. Kabete, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 63 13 90, 63 12 91
 Fax: + 254 2 63 12 73
 e-mail: cvfovetlab@kenya.web.com

Tom Oduor Okumu
 Laboratory Analyst
 Head of Section
 Food and Agriculture Laboratory
 Kenya Bureau of Standards
 P. O. Box 54974, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 502211-19 ext.484
 Fax: + 254 2 503293
 e-mail: airo_2001@yahoo.com

KOREA, REPUBLIC OF/ RÉPUBLIQUE DE CORÉE/ REPÚBLICA DE COREA

Dr. Lee, Jong Ok
 Head of Food Contaminants
 Korea Food and Drug Administration
 5 Nokbun-Dong, Eunpyung-Ku
 Seoul, 122-704, Korea
 Tel.: + 82 2 380 1687
 Fax: + 82 2 354 1311
 e-mail: lee2913@kfda.go.kr

Hong, Ki-Hyoung
 Senior Researcher
 Korea Food and Drug Administration
 5 Nokbun-Dong, Eunpyung-Ku
 Seoul, 122-704, Korea
 Tel.: + 82 2 380 1687
 Fax: + 82 2 354 1399
 e-mail: khhong@kfda.go.kr

Dr. Im, Moo-Hyedg
 Researcher
 Korea Food and Drug Administration
 5 Nokbun-Dong, Eunpyung-Ku
 Seoul, 122-704, Korea
 Tel.: + 82 2 380 1674
 Fax: + 82 2 382 4892
 e-mail: kfda.go.kr

Dr. Kim, Mee Kyung
Senior Researcher
Ministry of Agriculture and Forestry
National Veterinary Research & Quarantine Service
(NVRQS)
480 Anyang 6-dong, Anyang, Gyeonggi-do
Korea
Tel.: + 82 31 467 1982
Fax: + 82 31 467 1897
e-mail: kimmk@nvrqs.go.kr

Min, Dong-Myoung
Laboratory Manager
Ministry of Agriculture and Forestry
National Agricultural Products Quality Management
Service (NARS)
560 3Ga Dangsang-Dong Youngdeungpo-Gu, Seoul
Korea
Tel.: + 82 2 2165 6070
Fax: + 82 2 2165 6005
e-mail: dmmtn@naqs.go.kr

Song, Si Wook
Researcher
Ministry of Agriculture and Forestry
National Veterinary Research & Quarantine Service
(NVRQS)
480 Anyang 6-dong, Anyang, Gyeonggi-do
Tel.: + 82 31 467 1996
Fax: + 82 31 467 1889
e-mail: songsw@nvrqs.go.kr

LATVIA

Aija Kazocina
Senior Officer - Veterinary and Food Department
Ministry of Agriculture
Republikas laukums 2
LV 1981 Riga, Latvia
Tel.: + 371 702 70 22
Fax: + 371 702 72 05
e-mail: Aija.Kazocina@zm.gov.lv

MALAYSIA/MALAYSIE

Hooi Jee Lok
Head of Food Section- Department Of Chemistry
Jalan Sultan
46661 Petaling Jaya, Selangor, Malaysia
Tel.: + 60 3 7985 3000, 7985 3033
Fax: + 60 3 7955 6764
e-mail: jlhooi@kimia.gov.my

Norzitah Bt. Abu Khair
Food Quality Control Division
Department of Public Health
Ministry of Health Malaysia
3rd Floor, B Block B - Health Offices Complex
Jalan Cenderasari
50590 Kuala Lumpur, Malaysia
Tel.: + 60 3 2694 6601 ext. 201
Fax: + 60 3 2694 6517
e-mail: norzitah@moh.gov.my

MEXICO/ MEXIQUE/ MÉXICO

QB Amalia Macedo Balboa
Funcionaria del
Laboratorio Nacional de Salud Publica (LNSP)
Col. Toriello Guerra
México, D.F. 14050
Tel: + 52 55 5573 3720, 5573 2402
Fax: + 52 55 5573 4262
e-mail: labanal@internet.com.mx

MOROCCO/ MAROC/ MARRUECOS

Omar El-Guermaz
Laboratoire Officiel de l'Analyses et de Recherches
Chimiques
Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et
des Eaux et Forêts
25, rue Nichakra Rahal – Casablanca, Maroc
Tel.: + 212 22 30 21 96 / 98
Fax: + 212 22 30 19 72
e-mail: loarc@casanet.ma

Mohamed Benzine
Etablissement Autonome de Contrôle et de
Coordination des Exportations
Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et
des Eaux et Forêts
72, rue Mohamed Smiha – Casablanca, Maroc
Tel.: + 212 22 31 44 70
Fax: + 212 22 30 51 68
e-mail: mbenzine@yahoo.com

NETHERLANDS/ PAYS-BAS/ PAISES BAJOS

Dr. Jacob de Jong
Chemist State Institute for Quality Control of
Agricultural Products
P. O. Box 230, 6700 AE Wageningen
The Netherlands
Tel.: + 31 317 475 581
Fax: + 31 317 417 717
e-mail: j.dejong@rikilt.wag-ur.nl

Henk A. van der Schee
Chemist - Regional Inspectorate for Health
Protection
Hoogte Kadijk 401
1018 BK Amsterdam, The Netherlands
Tel.: + 31 20 5244 600
Fax: + 31 20 52 44 700
e-mail: henk.van.der.schee@kvw.nl

NEW ZEALAND/ NOUVELLE ZÉLANDE NUEVA ZELANDA

Phil Fawcett
Programme Manager of Regulatory Standards
New Zealand Food Safety Authority
P. O Box 2835, Wellington, New Zealand
Tel.: + 64 4 463 2656
Fax: + 64 4 463 2675
e-mail: phil.fawcett@nzfsa.govt.nz

Roger Kissling
 Statistician - NZMP, Hautapu
 Private Bag, Cambridge, New Zealand
 Tel.: + 64 7 823 3706
 Fax: + 64 7 827 9698
 e-mail: roger.kissling@nzmp.com

NORWAY/ NORVÈGE/ NORUEGA

Astrid Nordbotten
 Adviser
 Norwegian Food Control Authority (SNT)
 Dept. For Control and Coordination
 P.O. Box 8187, Dep, N-0034 Oslo, Norway
 Tel.: + 47 23 21 66 51
 Fax.: + 47 23 21 70 01
 e-mail: astrid.nordbotten@snt.no

Helge Torbjoen Hove
 Head of program - Scientist
 Directorate of Fisheries, Norway
 P. O. Box 185 – Sentrum, N-5804 Bergen
 Tel.: + 47 55 23 80 00
 Fax: + 47 55 23 80 90
 e-mail: helge.hove@nutr.fiskeridir.no

Dr. Mette Lorentzen
 Adviser, Dr. Scient
 Division of Quality and Environment
 Directorate of Fisheries
 P.O.B. 185, Sentrum
 N-5804 Bergen, Norway
 Tel: + 47 55 23 83 39
 Fax: + 47 55 23 83 90
 e-mail: mette.lorentzen@fiskeridir.dep.no

Marianne T. Werner
 Research Scientist - National Veterinary Institute
 Ullevalsveien 68
 P.O. Box 8156 Dep, N-0033 Oslo, Norway
 Tel.: + 47 23 21 62 21
 Fax: + 47 23 21 62 01
 e-mail: marianne.werner@vetinst.no

PHILIPPINES/ FILIPINAS

Adelisa Cifra Ramos
 Deputy Director for Food
 Bureau of Food and Drugs - Dept. of Health
 Civic Drive, Filinvest Corporate City, Alabang, 1783
 Muntinlupa City, Philippines
 Tel.: + 632 807 8285
 Fax: + 632 807 8285
 e-mail: acramos@bfd.gov.ph

POLAND/ POLOGNE/ POLONIA

Dr. Renata Jędrzejczak
 Head of Spectrometry Laboratory
 Institute of Agricultural and Food Biotechnology
 Rakowiecka 36, 02-532 Warsaw, Poland
 Tel.. +48 22 606 3876
 Fax: + 48 22 490 426
 e-mail: jedrzejczak@ibprs.pl

Elzbieta Brulinska-Ostrowska
 Assistant - National Institute of Hygiene
 24 Chocimska street, 00-791 Warsaw, Poland
 Tel.: + 48 22 54 21 362 or
 48 22 54 21 314
 Fax: + 48 22 646 11 38
 e-mail: ebrulinska@pzh.gov.pl

Dr. Iwona Traczyk
 Head of Laboratory of Nutritional Health Risk Factors
 National Food and Nutrition Institute
 61/63 Powsinska street, 02-903 Warsaw, Poland
 Tel.: + 48 22 55 09 787
 Fax: + 48 22 842 1128
 e-mail: itraczyk@izz.waw.pl

SINGAPORE/SINGAPOUR/SINGAPUR

Joanne Sheot Harn Chan
 Head (Food Laboratory)
 Centre for Analytical Science
 Health Sciences Authority
 11 Outram Road, Singapore 169078
 Tel.: + 65 6229 0722
 Fax: + 65 6229 0749
 e-mail: CHAN.Sheot.Harn@hsa.gov.sg

SPAIN/ ESPAGNE/ ESPAÑA

José Ramón García Hierro
 Director Adjunto del
 Laboratorio Arbitral Agroalimentario
 Subdirección General de Control de la Calidad
 Alimentaria
 Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación
 P. Infanta Isabel, 1. 28071-Madrid, España

Dr. Elia de la Hera Macias
 Jefe del Servicio de Técnicas Instrumentales del centro
 de Investigación y Control de la Calidad de la Sub.
 Gral. de Ordenación del Consumo
 Instituto Nacional del Consumo
 Mo Sanidad y Consumo
 C/ Príncipe de Vergara, 54
 08006 Madrid, Spain
 Fax: + 34 91 747 9517
 e-mail: elia.hera@consumo-inc.es

Pedro A. Burdaspal Pérez
 Jefe del Área Química
 Centro Nacional de Alimentación
 Agencia Española de Seguridad Alimentaria
 Ministerio de Sanidad y Consumo
 Crta Majadahonda a Pozuelo Km 2
 28220 Majadahonda, Madrid, España
 Tel.: + 34 91 509 7931
 Fax: + 34 91 509 79 26
 e-mail: pburdas@isciii.es

SUDAN/SOUDAN

Omer Abdalla Ibrahim
Sudanese Standards and Metrology Organization
P. O. Box 13573 Khartoum
Sudan
Tel.: + 249 11 775 247
Fax: + 249 11 799 188
e-mail: SSMO@Sudanet.net

SWEDEN/ SUÈDE/ SUECIA

Eva Rolfsson Lönberg
Codex Coordinator for Sweden
National Food Administration
P.O. Box 622
SE-751 26 Uppsala, Sweden
Tel.: + 46 18 17 55 47
Fax: + 46 18 10 58 48
e-mail: evlo@slv.se

Dr. Ulla Edberg
Head of Chemistry Division 2
National Food Administration
P.O. Box 622
SE-75126 Uppsala, Sweden
Tel.: + 46 18 17 55 00
Fax: + 46 18 10 58 48
e-mail: uled@slv.se

SWITZERLAND/ SUISSE/ SUIZA

Dr. Gérard Gremaud
Manuel Suisse des denrées alimentaires
Office fédéral de la santé publique
CH-3003 Berne, Suisse
Tel.: + 41 31 322 95 56
Fax: + 41 31 322 95 74
e-mail: gerard.gremaud@bag.admin.ch

Pierre Venetz
Nestec Ltd.
Nestlé Research Center
Quality and Safety Assurance
P. O. Box 44, CH-1000 Lausanne 26
Switzerland
Tel.: + 41 21 785 81 44
Fax: + 41 21 785 85 53
e-mail: pierre.venetz@rdls.nestle.com

SYRIAN ARAB REPUBLIC
RÉPUBLIQUE ARABE SYRIENNE
REPUBLICA ARABE DE SIRIA

Abdul Razzaa Al-Homsi
Chairman of the Food and Nutrition Directorate in
SAMSO
P. O. Box 11836 Damascus
Syria
Tel.: + 963 512 8213; 371 2214
Fax: + 963 512 8214
e-mail: sasmo@net.sy

TANZANIA/ TANZANIE

Octavius M. Soli
Registrar
National Food Control Commission
Ministry of Health
P. O. Box 7601 Dar Es Salam
United Republic of Tanzania
Tel.: + 255 22 211 4039
Fax: + 255 22 211 3320

Justin D. Makisi
Head of Food Manufacturing and Licensing Section -
National Food Control Commission
Ministry of Health
P. O. Box 7601 Dar Es Salam
United Republic of Tanzania
Tel.: + 255 22 211 4039
Fax: + 255 22 211 3320
e-mail: jmakisi@yahoo.com

THAILAND/ THAILANDE/ TAILANDIA

Kanokporn Atisook
Senior Scientist
Bureau of Quality and Safety of Food
Department of Medical Sciences
Ministry of Public Health
88/7 Tiwanond Road Nonthaburi 11000, Thailand
Tel.: + 66 2 951 0000 ext. 9622
Fax: + 66 2 951 1023
e-mail: kanokporn@dmsc.moph.go.th

Nalintip Peanee
Standards Officer - National Bureau of Agricultural
Commodity and Food Standard
Ministry of Agriculture and Cooperative
Rajadamnern Nok Avenue
Bangkok, 10200 Thailand
Tel.: + 66 2 281 5955 ext. 146
Fax: + 66 2 280 1542
e-mail: nalintip@tisi.go.th

TUNISIA/ TUNISIE/ TUNEZ

Jawaker Riahi
Engineer - Sanitary and Environmental Control
National Agency
Berges de Lac, Tunisia
Tel.: + 216 71 960 222
Fax: + 216 71 960 146

UNITED KINGDOM/ ROYAUME-UNI
REINO UNIDO

Dr. Roger Wood
Food Standards Agency
C/o Institute of Food Research
Norwich Research Park
Colney - Norwich NR4 7UA, United Kingdom
Tel.: + 44 1603 255 231
Fax: + 44 1603 507 723
e-mail: roger.wood@foodstandards.gsi.gov.uk

Braxton Reynolds
Tickle and Reynolds
Public Analyst's Laboratory
83 Heavitree Road
Exeter EX1 2ND, United Kingdom
Tel.: + 44 1392 272 836
Fax: + 44 1392 422 691
e-mail: ebr@tandr.freeserve.co.uk

**UNITED STATES OF AMERICA
ETATS-UNIS D'AMERIQUE
ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA**

Dr. Gregory Diachenko
Director
Division of Chemistry Research and Environmental
Review
Center for Food Safety and Applied Nutrition
Food and Drug Administration
5100 Paint Branch Parkway (HFS-245)
College Park, MD 20740, USA
Tel: + 1 301 436 1898
Fax: + 1 301 436 2634
e-mail: gdiachen@cfsan.fda.gov

Syed A. Ali
Staff Officer - U.S. Codex Office
U.S. Department of Agriculture
Room 4861 – South Building
Washington D.C. 20250-3700, USA
Tel.: + 1 202 205 0574
Fax: + 1 202 720 3157
e-mail: syed.ali@usda.gov

Dr. Donald Kendall
Chief, Biotechnology Branch
Grain Inspection, Packers and Stockyards
Administration
U.S. Department of Agriculture
10383 North Ambassador Drive
Kansas City, MO 64153, USA
Tel.: + 1 816 891 0463
Fax: + 1 816 891 0478
e-mail: Donald.C.Kendall@usda.gov

Kimberley M. Magin
Monsanto Company
800 North Lindbergh Blvd
St. Louis, MO 63167, USA
Tel.: + 1 314 694 6761
Fax: + 1 314 694 4228
e-mail: Kimberley.m.magin@monsanto.com

Dr. Leah Porter
Executive Director
Biotechnology Committee
Croplife America
Suite 400, 1156 15th Street, NW
Washington, DC 20005, USA
Tel.: + 1 202 872 3871
Fax: + 1 202 463 0474
e-mail: lporter@croplifeamerica.org

Dr. Anne Bridges
Senior Technology Leader II
General Mills Inc.
9000 Plymouth Ave N
Minneapolis MN 55427, USA
Tel: + 1 763 764 3712
Fax: + 1 763 764 4398
e-mail: anne.bridges@genmills.com

**INTERNATIONAL ORGANIZATIONS
ORGANIZATIONS INTERNATIONALES
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES**

**EUROPEAN COMMISSION (EC)
COMMISSION EUROPÉENNE (CE)
COMISION EUROPEA (CE)**
Dr. Georg A. Schreiber
European Commission - DG Health and Consumer
Protection - Office: B 232-4/35
B-1049, Bruxelles, Belgium
Tel.: + 32 2 295 6540
Fax: + 32 2 299 1856
e-mail: Georg.Schreiber@cec.eu.int

Dr. Hermann Glaeser
EU Official - European Commission
Rue de la Loi 130, B-1049 Brussels, Belgium
Tel.: + 32 2 295 3238
Fax: + 32 2 295 3310
e-mail: Hermann.Glaeser@cec.eu.int

Margreet Lauwaars
Food and Feed Unit - Institute for Reference Materials
and Measurements
Joint Research Centre - European Commission
Retieseweg, B-2440 Geel, Belgium
Tel.: + 32 14 571 961
Fax: + 32 14 571 863
e-mail: margreet.lauwaars@irmm.jrc.be

**ASSOCIATION OF AMERICAN FEED
CONTROL OFFICIALS (AAFCO)**

Dr. Alan R. Hanks
Indiana State Chemist
Office Indiana State Chemist - Purdue University
175 South University Street
West Lafayette, Indiana 47907-2063, USA
Tel.: + 1 765 494 1492
Fax: + 1 765 494 4331
e-mail: hanksa@purdue.edu

AOAC INTERNATIONAL

Dr. Markus Lipp
Ag Regulatory - Methods of Analysis Manager
Monsanto Company - Regulatory Science
700 Chesterfield PKWY North BB5D
Chesterfield, Missouri 63198
Tel.: + 1 636 737 5856
Fax: + 1 636 737 6189
e-mail: markus.lipp@monsanto.com

Albert Pohland
 AOAC International Secretariat
 481 N. Frederick Ave., Suite 500
 Gaithersburg, MD20877-2417
 Tel: + 1 301 924 1011
 Fax: + 1 301 924 7089
 e-mail: apohland@aoac.org

AOCS

Richard Cantrill - AOCS
 P. O Box 3489
 Champaign, IL 61826-3489, USA
 Tel.: + 1 217 359 2344
 Fax: + 1 217 351 8091
 e-mail: rcantril@aoacs.org

CROP LIFE INTERNATIONAL

Dr. Leah Porter
 Executive Director - Biotechnology Committee
 Croplife America
 Suite 400, 1156 15th Street, NW
 Washington, DC 20005, USA
 Tel.: + 1 202 877 3871
 Fax: + 1 202 423 0475
 e-mail: lporter@croplifeamerica.org

EUROPABIO

Paul Tenning
 EuropaBio
 Avenue de l'Armée, 6
 B-1040 Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 739 11 79
 Fax: + 32 2 735 49 60
 Mark Van Den Bulcke
 EuropaBio
 Avenue de l'Armée, 6
 B-1040 Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 739 11 79
 Fax: + 32 2 735 49 60

INTERNATIONAL DIARY FEDERATION (IDF)

Edward Hopkin
 Director General - International Dairy Federation
 Diamant Building
 80, Blvd Auguste Reyers, Belgium
 Tel.: + 32 2 733 9888
 Fax: + 32 2 733 0413
 e-mail: EHopkin@fil-idf.org

INTERNATIONAL FRUIT JUICE UNION (IFU)

Dr. Hans-Jürgen Hofsommer
 General Manager
 Ges. F. Lebensmittel-Forschung mbH
 Landgrafenstrasse 16, D-10787 Berlin, Germany
 Tel.: + 49 30 261 9075
 Fax: + 49 30 261 9076
 e-mail: gfl@telekom.de

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF THE FLAVOR INDUSTRY (IOFI)

Dr. Peter Liddle
 Chair
 IOFI Working Group on Methods of Analysis
 BACARDI-MARTINI
 19, Av. Michelet
 F-93400 Saint Ouen, France
 Tel.: + 33 1 49 45 48 73
 Fax: + 33 1 49 45 49 05
 e-mail: peliddle@bacardi.com

Dr. T. Cachet
 IOFI Scientific Director
 49, Square Marie-Louise
 B-1000 Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 238 9903
 Fax: + 32 2 230 0265
 e-mail: secretariat@iofiorg.org and/or
tcachet@iofiorg.org

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF STANDARDIZATION (ISO)

Dr. Martha Petró-Turza
 Secretary of ISO/TC 34
 Hungarian Standards Institution
 Magyar Szabványügyi Testület
 H-1091 Budapest, Üllői út 25., Hungary
 Tel.: + 36 1 456 68 59
 Fax: + 36 1 456 68 23
 e-mail: o.petro@mszt.hu

INTERNATIONAL VINE AND WINE OFFICE (OIV)

Dr. Alain Blaise
 Directeur du Centre de Formation et de la Recherche en Oenologie
 en Oenologie
 Faculté de Pharmacie - Université Montpellier I
 15 Avenue Charles Flahault,
 34060 Montpellier, France
 Tel.: + 33 467 54 86 71
 Fax: + 33 467 52 65 62
 e-mail: ablaise@pharma.univ-montpl.fr

Dr. Mary Kelly
 Centre de Formation et de la Recherche en Oenologie -
 Faculté de Pharmacie
 Université Montpellier I
 15 Avenue Charles Flahault,
 34060 Montpellier, France
 Tel.: + 33 467 54 45 20
 Fax: + 33 467 52 65 62
 e-mail: mkelly@pharma.univ-montpl.fr

Jean-Claude Ruf
 Administrateur de l'unité Oenologie de l'OIV
 Office International de la vigne et du vin
 18, rue d'Aguesseau, F-75008 Paris, France
 Tel.: + 33 1 44 94 80 94 - Fax: + 33 1 42 66 90 63
 e-mail: jruf@oiv.int

**NORDIC COMMITTEE ON FOOD ANALYSIS
(NMKL)**

Hilde Skaar Norli
Secretary General of NMKL
National Veterinary Institute
Ullevalsveien 68
P.O. Box 8156 Dep, N-0033 Oslo
Norway
Tel.: + 47 64 87 00 46
Fax: + 47 23 21 62 02
e-mail: nmkl@vetinst.no

**FAO SUB-REGIONAL OFFICE FOR CENTRAL
AND EASTERN EUROPE (FAO-SEUR)**

Michael A. Canon
Food Standards and Nutrition Officer
FAO-SEUR
H-1068, Budapest
Benczúr u. 34.
Tel.: + 36 1 461 2021
Fax: + 36 1 351 7029
e-mail: michael.canon@fao.org

JOINT FAO/WHO SECRETARIAT

Dr. Selma Doyran
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Fax: 39 06 570 54593
e-mail: Selma.Doyran@fao.org

Dr. Jeronimas Maskeliunas MD, PhD
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Fax: 39 06 570 54593
Email: Jeronimas.Maskeliunas@fao.org

Dr. Seoung Yong Lee Ph.D.
Associate Professional Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Tel.: + 39 06 5705 6243
Fax: 39 06 570 54593
e-mail: SeoungYong.Lee@fao.org

ENMIENDAS PROPUESTAS AL MANUAL DE PROCEDIMIENTO**1. ENMIENDA A LOS CRITERIOS GENERALES PARA LA SELECCIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS CONFORME AL ENFOQUE POR CRITERIOS**

En el caso de los métodos del Codex del **Tipo II** y 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. INSTRUCCIONES DE TRABAJO PARA LA APLICACIÓN DEL ENFOQUE POR CRITERIOS EN EL CODEX

(para incluirse al final de los *Principios para el establecimiento de métodos de análisis del Codex* después de los *Criterios Generales*)

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. En 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 las 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 II o 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.

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).

Adiciones a la TERMINOLOGÍA ANALÍTICA PARA USO DEL CODEX ²⁰

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.

²⁰ Estas definiciones se proponen con carácter provisional, y están sujetas a modificaciones en función de los resultados de trabajos ulteriores de armonización.

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.

Linearidad

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 linearidad 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%).

**DIRECTRICES ARMONIZADAS DE LA UIQPA PARA LA VALIDACIÓN INTERNA DE
MÉTODOS DE ANÁLISIS**

(Adopción por referencia recomendada a la Comisión)

Se recomienda al 26º período de sesiones de la Comisión la adopción por referencia a los efectos del Codex de las *Directrices armonizadas para la validación interna de métodos de análisis*, con la nota al pie de página siguiente.

Nota:

Las definiciones se aplican únicamente a los efectos de estas Directrices y no son generalmente aplicables para los efectos del Codex.

Referencia

M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood. "Harmonized Guidelines For Single-Laboratory Validation Of Methods Of Analysis" *Pure Appl. Chem.*, **74**, (5) 835 – 855 (2002)

**ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES GENERALES SOBRE MUESTREO
(En el Trámite 5 del Procedimiento)**

ÍNDICE

PREÁMBULO	35
SECCIÓN 1: FINALIDAD DE LAS DIRECTRICES DEL CODEX SOBRE MUESTREO.....	39
1.1 FINALIDAD	39
1.2 DESTINATARIOS DE LAS DIRECTRICES.....	39
1.3 USUARIOS DE LOS PLANES DE MUESTREO RECOMENDADOS POR LAS DIRECTRICES	39
1.4 ÁMBITO DE APLICACIÓN DE LAS DIRECTRICES	39
1.5 RELACIÓN ENTRE LAS DIRECTRICES Y LAS NORMAS GENERALES DE LA ISO	43
SECCIÓN 2: PRINCIPALES NOCIONES DE MUESTREO	43
INTRODUCCIÓN.....	43
2.1.1 <i>Presentación de la sección</i>	43
2.1.2 <i>Observaciones generales</i>	44
2.2 TÉRMINOS Y NOCIONES UTILIZADOS HABITUALMENTE	45
2.2.1 <i>Lote</i>	45
2.2.2 <i>Consignación</i>	45
2.2.3 <i>Muestra</i>	46
2.2.4 <i>Muestreo</i>	46
2.2.5 <i>Error total de estimación</i>	46
2.2.6 <i>Error de muestreo</i>	46
2.2.7 <i>Elemento o porción de productos individualizables</i>	46
2.2.8 <i>Plan de muestreo</i>	47
2.2.9 <i>La característica</i>	47
2.2.10 <i>Homogeneidad</i>	47
2.2.11 <i>Defectos y casos críticos de no conformidad</i>	48
2.2.12 <i>Curva característica operativa</i>	48
2.2.13 <i>Riesgo del productor y riesgo del consumidor</i>	48
2.2.14 <i>El nivel de calidad aceptable y el nivel de calidad límite</i>	48
2.2.15 <i>Autoridad competente</i>	49
2.2.16 <i>Niveles de inspección y normas de variación del nivel de inspección</i>	50
2.2.17 <i>Número de aceptación</i>	50
2.2.18 <i>Tamaño del lote y tamaño de la muestra</i>	50
2.3 PROCEDIMIENTOS DE MUESTREO	51
2.3.1 <i>Empleo de funcionarios de muestreo autorizados</i>	51
2.3.2 <i>Material objeto de muestreo</i>	51
2.3.3 <i>Muestreo representativo</i>	51
2.3.4 <i>Preparación de muestras</i>	52
2.3.5 <i>Envasado y transmisión de las muestras de laboratorio</i>	53
2.3.6 <i>Informes del muestreo</i>	53
2.4 ERRORES DE ESTIMACIÓN.....	53
2.5 TIPOS DE PLANES DE MUESTREO SIMPLE	54
2.5.1 <i>Planes de muestreo simple para inspecciones del porcentaje de elementos no conformes</i>	54
2.5.2 <i>Planes de muestreo con número de aceptación cero</i>	64
2.5.3 <i>Planes de muestreo para la inspección de casos de no conformidad críticos</i>	64
2.6 COSTO DEL MUESTREO	65

SECCION 3: PROCEDIMIENTOS DE MUESTREOS PARA LA INSPECCION POR ATRIBUTOS: PLANES DE MUESTREO INDEXADOS POR CALIDAD LÍMITE (CL) PARA LA INSPECCIÓN DE LOTES INDIVIDUALES66

3.1	PROCEDIMIENTOS DE MUESTREO PARA LA INSPECCIÓN POR ATRIBUTOS: PLANES DE MUESTREO INDEXADOS POR CALIDAD LÍMITE (CL) PARA LA INSPECCIÓN DE LOTES INDIVIDUALES	66
3.1.1	<i>Procedimiento A: El productor y el consumidor examinan el lote de forma aislada</i>	67
3.1.2	<i>Procedimiento B: El productor analiza el lote como un elemento que forma parte de una serie continua: El consumidor examina el lote aislada</i>	67
3.2	PLANES POR ATRIBUTOS DE DOS O TRES CLASES PARA EVALUACIONES MICROBIOLÓGICAS	68
3.2.1	<i>Planes por atributos de dos clases</i>	68
3.2.2	<i>Planes por atributos de tres clases</i>	69
3.2.3	<i>La aplicación de planes por atributos de dos y tres clases</i>	71
3.3	PLANES DE MUESTREO SIMPLE PARA UN CONTROL MEDIO (DESVIACIÓN NORMAL DESCONOCIDA)	72

SECCIÓN 4: LA SELECCIÓN DE PLANES DE MUESTREO PARA UNA SERIE CONTINUA DE LOTES DE UNA SOLA PROCEDENCIA73

4.1	PRESENTACIÓN DE LA SECCIÓN 4	73
4.2	PLANES DE MUESTREO SIMPLE RECOMENDADOS PARA LA INSPECCIÓN DEL PORCENTAJE DE DEFECTOS POR ATRIBUTOS (TOMADOS DE LA NORMA ISO 2859-1: 1989)	76
4.2.1	<i>Observación general</i>	76
4.2.2	<i>Planes por atributos recomendados</i>	76
4.3	PLANES DE MUESTREO SIMPLE PARA LA INSPECCIÓN POR VARIABLES PARA EL PORCENTAJE DE CASOS DE NO CONFORMIDAD	84
4.3.1	<i>Observación general</i>	84
4.3.2	<i>Planes de muestreo por variables recomendados: métodos</i>	85
CUADRO 14:	PLANES DE MUESTREO POR VARIABLES CON DESVIACIÓN NORMAL DESCONOCIDA	86
4.3.3	<i>Planes de muestreo por variables recomendados: método σ</i>	93
CUADRO 17:	PLANES DE MUESTREO POR VARIABLES CON DESVIACIÓN NORMAL CONOCIDA	94
4.3.4	<i>Reglas y procedimientos de transición entre niveles de inspección distintos</i>	100
4.4	PLANES DE MUESTREO SIMPLE PARA UN CONTROL DEL PROMEDIO	101
4.4.1	<i>Desviación normal desconocida</i>	101
4.4.2	<i>Desviación normal conocida</i>	102

SECCION 5: LA SELECCIÓN DE PLANES DE MUESTREO PARA LA INSPECCIÓN POR VARIABLES DE PRODUCTOS A GRANEL: DESVIACIÓN NORMAL CONOCIDA103

5.1	<i>Consideración general</i>	103
5.2	<i>Procedimientos de muestreo normalizados para la inspección de lotes individuales</i>	103

SECCIÓN 6: BIBLIOGRAFÍA104

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES GENERALES SOBRE MUESTREO

PREÁMBULO

JUSTIFICACIÓN

Las Normas del Codex para los Alimentos tienen por objeto proteger la salud de los consumidores y asegurar buenas prácticas en el comercio de alimentos.

Los métodos de muestro del Codex tienen por finalidad asegurar el uso de procedimientos de muestreo concretos y válidos cuando se analicen alimentos para comprobar si se ajustan o no a una determinada norma del Codex para productos. Los métodos de muestreo se destinan a su uso como métodos internacionales con objeto de evitar o eliminar dificultades que puedan surgir a causa de planteamientos jurídicos, administrativos y técnicos divergentes respecto del muestro, y por interpretaciones también divergentes de los resultados de los análisis de lotes o consignaciones de alimentos en relación con disposiciones de Normas del Codex aplicables.

Las presentes Directrices se han elaborado para facilitar la ejecución de estos objetivos por parte de los Comités del Codex para productos, las autoridades y otros usuarios.

RECOMENDACIONES BÁSICAS PARA LA SELECCIÓN DE PLANES DE MUESTREO DEL CODEX

La presente cláusula es un requisito previo para el uso de estas Directrices y tiene por objeto facilitar la selección de planes de muestreo del Codex, así como aplicar un método sistemático para su selección.

A continuación se enumeran los puntos fundamentales que los Comités del Codex para productos, las autoridades y otros usuarios deberían abordar para la selección de planes de muestreo adecuados, al establecer especificaciones¹

- 1) **Existencia (o no) de documentos de referencia internacionales** sobre muestreo de los productos en cuestión
- 2) **Naturaleza del control**
 - Característica aplicable a cada unidad individual del lote
 - Característica aplicable a todo el lote (enfoque estadístico)
- 3) **Naturaleza de la característica que ha de controlarse**
 - Característica cualitativa (característica evaluada como conforme/no conforme o un criterio análogo, p. ej. presencia de un microorganismo patógeno)
 - Característica cuantitativa (característica medida en una escala continua, p. ej. una característica de composición)
- 4) **Elección del nivel de calidad (NCA o CL)**
 - De acuerdo con los principios establecidos en el Manual de Procedimientos del Codex y con el tipo de riesgo: no conformidades críticas /no críticas.
- 5) **Naturaleza del lote**
 - Productos a granel o preenvasados
 - Tamaño, homogeneidad y distribución concernientes a la característica que ha de controlarse
- 6) **Composición de la muestra**
 - Muestra compuesta de una sola unidad de muestreo
 - Muestra compuesta de más de una unidad de muestreo (incluida la muestra compuesta)
- 7) **Elección del tipo de plan de muestreo**
 - aceptación de planes de muestreo para control de calidad estadístico
 - para el control del *promedio* de la característica

¹ Véase también “Principios para el establecimiento o la selección de procedimientos de muestreo del Codex: instrucciones generales para la selección de métodos de muestreo”, en el Manual de Procedimiento del Codex Alimentarius.

- para el control del *porcentaje* de artículos *no conformes* en el lote
 - Definición y enumeración de artículos no conformes en la muestra (planes por **atributos**)
 - Comparación del valor medio de los artículos que forman la muestra respecto de una fórmula algebraica (planes por **variables**).
- Planes de muestreo de conveniencia (o prácticos, empíricos)²

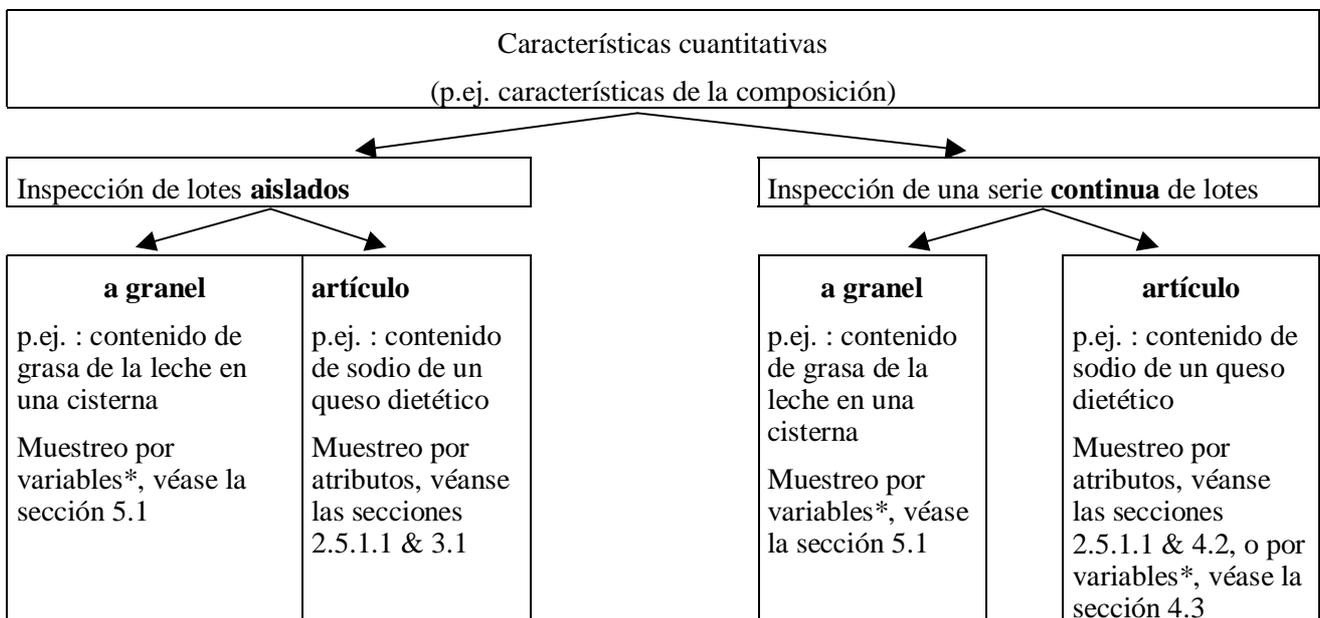
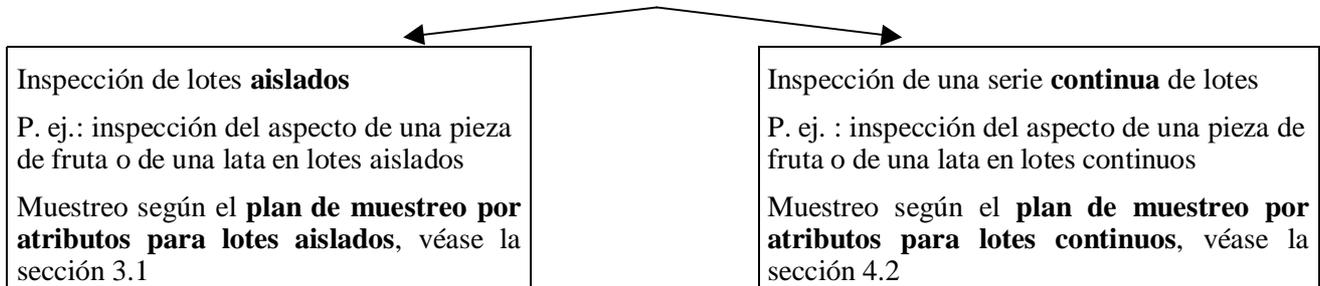
En los dos diagramas de flujo de las páginas siguientes se resume un método sistemático de selección de un plan de muestreo, haciendo referencia a las secciones pertinentes del documento, que no incluye el muestreo de lotes a granel heterogéneos.

²

No reguladas por estas Directrices. Este tipo de muestreo programático se ha utilizado en el Codex, por ejemplo, para la determinación del cumplimiento de límites máximos para residuos de plaguicidas y medicamentos veterinarios.

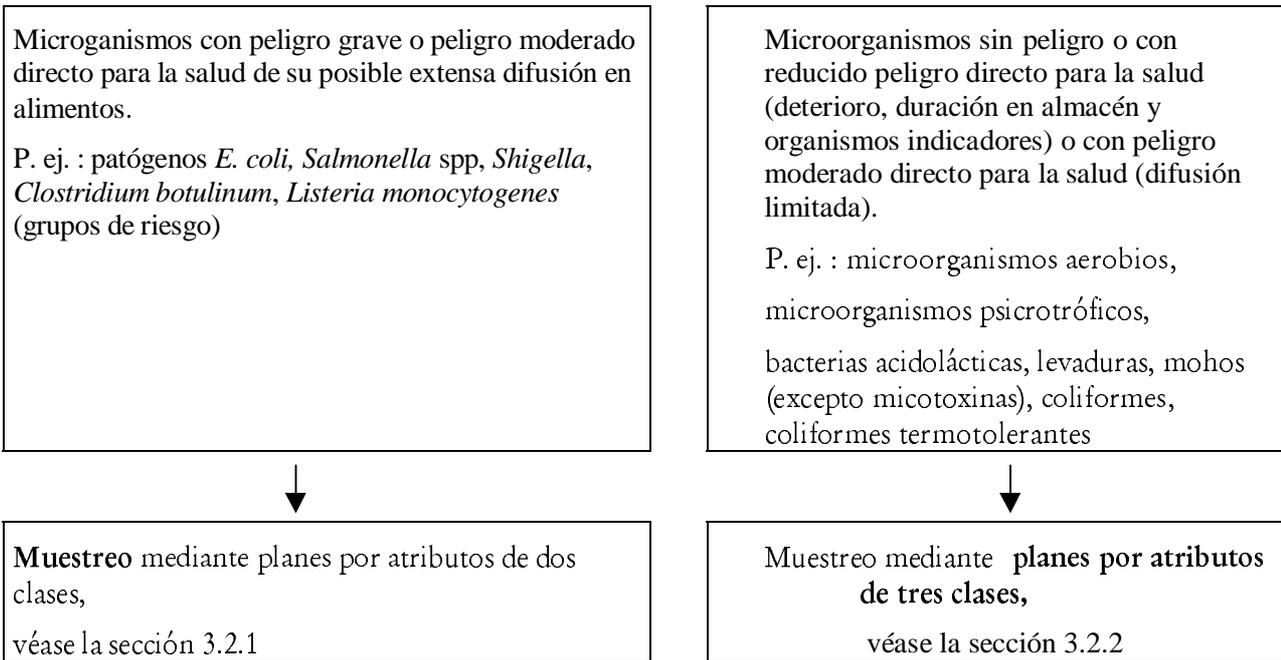
DIAGRAMA DE FLUJO PARA CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS Y FÍSICAS

Características cualitativas
(p.ej. defectos del producto)



* se supone una distribución normal

DIAGRAMA DE FLUJO PARA CARACTERÍSTICAS MICROBIOLÓGICAS



8) Normas para decidir la aceptación / rechazo de un lote

Véanse las referencias adecuadas en las secciones 3, 4 o 5.

SECCIÓN 1: FINALIDAD DE LAS DIRECTRICES DEL CODEX SOBRE MUESTREO

1.1 FINALIDAD

Se requieren planes de muestreo que aseguren el uso de procedimientos correctos y válidos cuando se analicen alimentos para comprobar si se ajustan o no a una determinada norma del Codex para productos.

Dado que existen numerosos y, con frecuencia, complejos planes de muestreo, estas Directrices tienen por objeto ayudar a los encargados del muestreo a seleccionar planes adecuados para las inspecciones estadísticas según las especificaciones establecidas por las normas Codex.

Ningún plan de muestreo puede asegurar que todos los artículos de un lote sean conformes. Estos planes de muestreo son, a pesar de ello, útiles para garantizar un nivel de calidad aceptable.

Estas Directrices contienen los principios elementales de control estadístico en el momento de la recepción, que completan las recomendaciones básicas establecidas en el Preámbulo.

1.2 DESTINATARIOS DE LAS DIRECTRICES

Estas Directrices se dirigen sobre todo a los Comités del Codex sobre productos que seleccionan de entre los planes recomendados en las secciones 3, 4, y 5 aquellos que, en el momento de diseñar una norma para un producto, les parecen los más adecuados para la inspección que habrá de realizarse. Estas Directrices, en su caso, pueden ser aplicadas también por los gobiernos para resolver controversias comerciales internacionales.

Los Comités del Codex sobre productos, los gobiernos y otros usuarios deberían disponer de los expertos técnicos competentes necesarios para la aplicación correcta de estas Directrices, incluida la selección de planes de muestreo adecuados.

1.3 USUARIOS DE LOS PLANES DE MUESTREO RECOMENDADOS POR LAS DIRECTRICES

Los planes de muestreo descritos en estas Directrices pueden ser aplicados bien sea por las autoridades de control de alimentos o bien por los profesionales mismos (autoinspección realizada por productores o comerciantes). En el último caso, estas Directrices permiten a las autoridades comprobar si los planes de muestreo aplicados por los profesionales son adecuados.

Se recomienda que las distintas partes involucradas en el muestreo lleguen a un acuerdo sobre la aplicación del mismo plan de muestro para sus controles respectivos.

1.4 ÁMBITO DE APLICACIÓN DE LAS DIRECTRICES

Estas Directrices definen en primer lugar en la sección 2, nociones generales sobre muestreo de alimentos, aplicables en cualesquiera situaciones, y regulan después, en las secciones 3 a 5, determinadas situaciones de control estadístico de alimentos, para los cuales se han seleccionado algunos planes de muestreo concretos.

Se regulan las siguientes situaciones de muestreo: Para el control de productos homogéneos solamente,

- control del porcentaje de artículos defectuosos por atributos o por variables, para productos a granel o en artículos individuales,
- control del contenido medio.

Estas Directrices no regulan el control de:

- productos no homogéneos;
- para productos homogéneos, los casos en que el error de medición no sea insignificante en comparación con el error de muestreo, así como el control de una característica cualitativa en un producto a granel y;
- no abordan la cuestión de planes de muestreo dobles, múltiples o secuenciales, ya que se consideran demasiado complejos para el ámbito de aplicación de estas Directrices.

Estas Directrices no incluyen procedimientos detallados de muestreo. De ser necesario, deberían ser establecidos por los Comités del Codex sobre productos.

Estas Directrices son aplicables para el control en el momento de la recepción y pueden no serlo para el control de productos acabados y para el control del proceso durante la producción.

En el Cuadro I que figura a continuación se resumen las situaciones reguladas por estas Directrices del Codex y los casos que se excluyen. Proporciona también, en su caso, referencias internacionales útiles para algunas de las situaciones no reguladas por estas Directrices del Codex.

CUADRO 1 : GUÍA PARA LA SELECCIÓN DE PLANES DE MUESTREO PARA LOTES HOMOGÉNEOS³

	Lotes constituidos por <u>material a granel individualizable</u>	Lotes constituidos por artículos <u>individuales</u>²¹		
	Mediciones cuantitativas	Mediciones cualitativas ⁵	Mediciones cuantitativas	
Lotes aislados	<p>Inspección por variables de materiales a granel para porcentaje de no conformes - sección 5.1</p> <p>Ejemplo: comprobar si se ha añadido agua en la cisterna de leche</p>	<p>Inspección por atributos para porcentaje de no conformes – sección 2.5.1.1</p> <p>Ejemplo: inspección de defectos en piezas de fruta</p> <p>Inspección microbiológica del producto - secciones 3.1, 3.2</p> <p>Ejemplo: comprobar la presencia de microorganismos aerobios mesófilos en verduras frescas.(ver normas ICMSF)</p>	<p>Inspección por variables para porcentaje de no conformes - sección 4.3.2 (método s)</p> <p>Ejemplo: comprobar que el contenido de grasa de leche desnatada en polvo se ajusta al límite del Codex</p>	<p>Contenido medio – secciones 3.3 y 4.4</p> <p>Ejemplo: comprobar que el peso medio de los artículos de un lote se ajustan a lo declarado en la etiqueta (ver también ISO 2854-1976, 3494-1976)</p>

³ Tratándose de medidas cuantitativas, se supone que el error de mediación es insignificante en relación con la variación del proceso (ver sección 2.4)

⁴ O individualizable.

⁵ Los datos cualitativos incluyen datos cuantitativos clasificados como atributos, por ejemplo, con respecto a un límite.

Lotes en series continuas	<p>Inspección por variables de materiales a granel para porcentaje de no conformes - sección 5.1</p> <p>Ejemplo: comprobar si se ha añadido agua en la cisterna de leche</p>	<p>Inspección por atributos para porcentaje de no conformes – sección 2.5.1.1</p> <p>Ejemplo: inspección de defectos en piezas de fruta</p> <p>Inspección microbiológica del producto - sección 3.1, 3.2</p> <p>Ejemplo: comprobar la presencia de microorganismos aerobios mesófilos en verduras frescas.(ver normas ICMSF)</p>	<p>Inspección por variables para porcentaje de no conformes - sección 4.3.2 (método σ)</p> <p>Ejemplo: comprobar que el contenido de grasa de la leche desnatada en polvo se ajusta al límite del Codex</p>	<p>Contenido medio – secciones 3.3 y 4.4</p> <p>Ejemplo: comprobar que el contenido de sodio en un alimento dietético no supera el límite establecido (Ver también ISO 2854-1974, 3494-1976)</p>
----------------------------------	---	--	--	---

1.5 RELACIÓN ENTRE LAS DIRECTRICES Y LAS NORMAS GENERALES DE LA ISO

En los casos de las situaciones de control que se abordan en este documento, el muestreo se realizará exclusivamente conforme a las disposiciones de los planes de muestreo de este documento, aun cuando en el documento se haga referencia a las normas ISO que figuran a continuación para los detalles de las bases científicas y estadísticas.

En los casos de situaciones de control no abordadas en este documento y que están reguladas por una norma general ISO (véase a continuación), el Comité encargado del Producto en cuestión o las autoridades deberán hacer referencia a ellas y determinar la modalidad de su uso⁶.

Las normas ISO son aplicables para los fines siguientes:

- ISO 2854 : 1976(E) : Interpretación estadística de datos – Técnicas de estimación y pruebas relativas a medias y varianzas
- ISO 2859-0:1995(E): Procedimientos de muestreo para inspección por atributos – Parte 0: Introducción al sistema ISO 2859 de muestreo por atributos
- ISO 2859-1:1999(E): Procedimientos de muestreo para inspección por atributos – Parte 1: Planes de muestreo clasificados por nivel de calidad aceptable (NCA) para la inspección lote a lote
- ISO 2859-2-1985(E): Procedimientos de muestreo para inspección por atributos – Parte 2: Planes de muestreo clasificados por nivel de calidad límite (CL) para inspección de lotes aislados
- ISO 3494:1976 : Interpretación estadística de datos – Poder de las pruebas relativas a medias y varianzas
- ISO 3951:1989(E): Procedimientos de muestreo y diagramas para la inspección por variables del porcentaje de no conformes
- ISO 7002:1986 (E) : Productos agroalimentarios – Configuración de un método normalizado de muestreo de un lote
- ISO 8423:1991(E): Planes secuenciales de muestreo para la inspección por variables del porcentaje de no conformes (desviación normal conocida)
- ISO 8422:1991(E): Planes secuenciales de muestreo para la inspección por atributos
- ISO/TR 8550:1994(E)): Guía para la selección de un sistema, esquema o plan de muestreo de aceptación para la inspección de artículos discretos en lotes
- ISO 10725:2000(E): Planes y procedimientos de muestreo de aceptación para la inspección de productos a granel
- ISO/FDIS 11 648-1 : Aspectos estadísticos de muestreo tomado de productos a granel – Parte 1 : Principios generales
- ISO/DIS 14 560 : Procedimientos de muestreo de aceptación por atributos – Niveles de calidad específicos en artículos no conformes por millón

Las normas enumeradas arriba eran todavía válidas en el momento de publicación de estas Directrices. Sin embargo, dado que todas las normas están sujetas a revisión, las partes involucradas en acuerdos basados en estas Directrices deberán asegurar que se apliquen siempre las últimas ediciones de las normas.

SECCIÓN 2: PRINCIPALES NOCIONES DE MUESTREO

INTRODUCCIÓN

2.1.1 PRESENTACIÓN DE LA SECCIÓN

Esta sección incluye:

⁶ Se recomienda que los Comités del Codex sobre productos hagan también referencia a la normas ISO sectoriales (hoy son aproximadamente 20), que son específicas de determinados alimentos.

- el razonamiento teórico y el procedimiento que debe seguirse antes de proceder al muestreo de un lote y la selección de un plan de muestreo (sección 2.1.2);
- el vocabulario y las nociones principales que se emplean en el muestreo (sección 2.2), en especial el principio de la curva operativa característica de un plan de muestreo (sección 2.2.12) y los conceptos conexos de nivel de calidad aceptable y nivel de calidad límite (sección 2.2.14). Estas nociones son fundamentales para la evaluación de riesgos previa a la selección del plan;
- las técnicas de muestreo, que son métodos para la selección y formación de la muestra que ha de analizarse (sección 2.3);
- los diferentes tipos de errores relacionados con el plan de muestreo (sección 2.4);
- los tipos de planes de muestreo que establecen las reglas para llegar a una decisión a partir de los resultados obtenidos con muestras del lote examinado, es decir, la aceptación o el rechazo del lote tras su inspección (sección 2.5);
- el principio de inspección mediante planes de muestreo individual por atributos (sección 2.5.1.1) y por variables (sección 2.5.1.2) del porcentaje de casos de no conformidad se presenta e ilustra mediante las correspondientes curvas operativas características y la comparación entre las mismas (sección 2.5.1.3);
- la selección de un plan por atributos o por variables se ilustra mediante un diagrama de decisión que debe adoptarse en función de las situaciones de inspección concretas (sección 2.5.1.4);
- un cuadro en el que se resumen las ventajas y los inconvenientes comparativos de un plan por atributos y un plan por variables (sección 2.5.1.5).

2.1.2 OBSERVACIONES GENERALES

La mayoría de los procedimientos de muestreo comprenden la selección de una o varias muestras de un lote, la inspección o el análisis de estas últimas y la clasificación del lote (como “aceptable” o “no aceptable”) a partir del resultado de la inspección o el análisis de la muestra.

Un *plan de muestreo* de aceptación se define como un conjunto de normas mediante las cuales se inspecciona y clasifica un lote. El plan estipulará el número de elementos, que habrán de ser seleccionados de forma aleatoria del lote objeto de inspección, los cuales, constituirán la muestra. Un procedimiento de muestreo que incluya la “*transición*” (véase la sección 2.2.16) de un plan de muestro a otro se denomina “*esquema de muestreo*”. Un conjunto de planes y esquemas de muestreo constituye un “*sistema de muestreo*”.

Antes de la elaborar un plan de muestreo o de que el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras lo notifique, el Comité encargado de los productos en cuestión debería indicar los aspectos siguientes:

- La base para el establecimiento de los criterios en las normas del Codex para productos, por ejemplo:
 - si, sobre la base de esos criterios un determinado *porcentaje elevado de elementos* de un lote, deberá ajustarse o no a lo dispuesto por la norma o
 - si, deba ajustarse a la norma el *promedio de un conjunto de muestras* extraídas de un lote y, en tal caso, si ha de establecerse una tolerancia mínima o máxima.
- Si se ha de establecer alguna diferencia de importancia relativa de los criterios en las normas. Si es así, deberá indicarse el parámetro estadístico adecuado que ha de aplicarse para cada criterio.

En las instrucciones sobre el procedimiento para la aplicación del plan de muestreo deberán indicarse los aspectos siguientes:

- Las medidas necesarias para asegurar que la muestra seleccionada sea *representativa* de la consignación o el lote. (Si una consignación consta de varios lotes, deberán recogerse muestras representativas de los distintos lotes).
- Las muestras se tomarán de forma aleatoria, puesto que así la probabilidad de que reflejen la calidad del lote será mayor, aunque es posible que la información obtenida de una muestra no sea idéntica a la de todo el lote debido a un error de muestreo.

- El *tamaño y el número de elementos individuales* que constituyen la muestra extraída del lote o consignación.
- Los procedimientos que han de adoptarse para *la recogida, la manipulación y el registro* de la muestra o muestras.

Al seleccionar un procedimiento de muestreo, además de los aspectos anteriores, deberán abordarse los siguientes:

- La distribución de las características en la población objeto de muestreo.
- El costo del plan de muestreo.
- La evaluación de riesgos (véanse las secciones 2.2.11 y 2.2.14): sistemas de inspección, que incluyen planes de muestreo adecuados y concebidos para asegurar la inocuidad de los alimentos, deberán aplicarse teniendo en cuenta la evaluación objetiva de los riesgos según las circunstancias. En la medida de lo posible, la metodología de evaluación de riesgos utilizada deberá ser coherente con los criterios aceptados a nivel internacional y deberá basarse en los datos científicos disponibles a la fecha.

La definición precisa de un procedimiento de muestreo de aceptación requerirá el establecimiento o la definición o la selección de los puntos siguientes:

- La característica que debe medirse
- El tamaño del lote
- Un plan por atributos o por variables
- El nivel de calidad límite (CL), para lotes aislados, o el nivel de calidad aceptable (NCA) para una serie continua de lotes
- El nivel de inspección
- El tamaño de la muestra
- Los criterios para la aceptación o el rechazo del lote
- Los procedimientos que han de adoptarse en situaciones de controversia

2.2 TÉRMINOS Y NOCIONES UTILIZADOS HABITUALMENTE

Las definiciones de los términos de muestreo empleados en las presentes directrices son, en su mayor parte, las especificadas en la norma ISO 7002.

En esta sección se describen algunos de los términos de uso más frecuente en el muestreo de aceptación.

2.2.1 Lote

Se entiende por lote es una cantidad determinada de un producto fabricado o producido en unas condiciones que se suponen uniformes para los fines de las presentes Directrices.

Para los productos supuestamente heterogéneos, el muestreo sólo puede realizarse en cada una de las partes homogéneas del lote heterogéneo. En ese caso, la muestra final se denomina muestra estratificada (véase 2.3.3).

NOTA: Por **serie continua de lotes** se entiende una serie de lotes producida, fabricada o comercializada de forma continua y en condiciones que se suponen uniformes. La inspección de una serie continua de lotes sólo puede realizarse en la fase de producción o elaboración.

2.2.2 Consignación

Por consignación se entiende la cantidad de producto que se entrega en un momento determinado. Puede ser la parte de un lote o también una serie de lotes.

No obstante, cuando se trata de una inspección estadística, la consignación se considera como un lote nuevo a la hora de interpretar los resultados.

- Si la consignación es una parte de un lote, cada parte se considerará como un lote para la inspección.
- Si la consignación consta de una serie de lotes, su homogeneidad deberá analizarse antes de cualquier inspección. Si no es homogénea, podrá utilizarse un muestreo estratificado.

2.2.3 Muestra (muestra representativa)

Conjunto formado por uno o más elementos (o parte de un producto) seleccionados por distintos medios en una población (o en una cantidad importante de producto). Tiene por objeto ofrecer información sobre una característica determinada de la población (o producto) analizados y servir de base para una decisión relativa a la población, el producto o el proceso que los haya generado.

Por **muestra representativa** se entiende una muestra en que se mantienen las características del lote del que procede. En concreto, es el caso de una muestra aleatoria simple, en la que todos los elementos o porciones del lote tienen la misma probabilidad de constituir la muestra.

Nota: En las secciones A.11 a A.17 del Anexo A de la norma ISO 7002 se definen los conceptos de muestra compuesta, muestra de referencia, muestra global, muestra de ensayo, muestra de laboratorio, muestra primaria y muestra reducida.

2.2.4 Muestreo

Procedimiento empleado para extraer o constituir una muestra.

Los procedimientos empíricos o puntuales son procedimientos de muestreo que no se basan en estadísticas y se utilizan para adoptar una decisión acerca del lote inspeccionado.

2.2.5 Error total de estimación

En la estimación de un parámetro, el error total de estimación es la diferencia entre el valor calculado del estimador y el valor auténtico de este parámetro.

El error total de estimación puede deberse a las causas siguientes:

- error de muestreo,
- error de mediación,
- redondeo de valores o subdivisión en clases,
- sesgo del estimador,
- otros errores.

2.2.6 Error de muestreo

El error total de estimación puede deberse en parte a uno o varios de los parámetros siguientes:

- la heterogeneidad de las características inspeccionadas,
- el carácter aleatorio del muestreo,
- las características conocidas y aceptables de los planes de muestreo.

2.2.7 Elemento o porción de productos individualizables

a) Productos individualizables: Productos que pueden individualizarse como elementos (véase b) o porciones (véase c), por ejemplo:

- un preenvase,
- un frasco o una cuchara que contienen una determinada cantidad de productos por el plan de muestreo y extraída de un lote, por ejemplo:
 - un volumen de leche o vino almacenados en una cisterna,
 - una cantidad de productos tomados de una cinta transportadora,...

b) Elemento: Objeto real o convencional sobre el que se pueden formular una serie de observaciones y que se toman para formar una muestra.

Nota: Los términos “individuo” y “unidad” son sinónimos de “elemento”

- c) Porción: Cantidad de material extraído de una sola vez de un volumen mayor de producto para formar una muestra.

2.2.8 Plan de muestreo

Procedimiento planificado que permite seleccionar o tomar muestras separadas de un lote para obtener la información necesaria, por ejemplo, una decisión sobre el grado de observancia de las normas en un lote.

Más concretamente, un plan de muestreo es un esquema en el que se determina el número de elementos que deben recogerse y el número de elementos no conformes que se requieren en una muestra para evaluar el grado de observancia de las normas en un lote.

2.2.9 La característica

Por característica se entiende una propiedad que permite identificar los elementos de un determinado lote o a diferenciarlos entre sí. La característica puede ser cuantitativa (una cantidad específica medida, plan por variables) o cualitativa (si satisface o no una especificación, plan por atributos). En el Cuadro 2 se ilustran tres tipos de características y los distintos tipos de planes de muestreo correspondientes.

Cuadro 2: Planes de muestreo que deben aplicarse según el tipo de característica

<i>Tipo de característica</i>	<i>Tipo de plan de muestreo</i>
Defectos del producto: características que pueden expresarse mediante dos situaciones excluyentes, tales como aceptado/ no aceptado, sí/no, íntegro/no íntegro, deteriorado/no deteriorado (p.ej. en defectos visuales, tales como pérdida de color, error de clasificación, materias extrañas, etc.)	‘Por atributos’ (p.ej. como en los Planes de Muestreo del Codex para Alimentos Preenvasados, CAC/RM 42-1969 ⁷)
Características de composición: características que pueden expresarse mediante variables continuas. Pueden estar distribuidas de forma normal (p.ej. la mayoría de las características de composición determinadas en forma analítica, como el contenido de humedad) o no normal.	‘Por variables con desviación normal desconocida’ para características de distribución normal y ‘por atributos’ para características cuya distribución se desvía de manera significativa de lo normal.
Propiedades relacionadas con la salud (p.ej. en la evaluación del deterioro microbiológico, los peligros microbiológicos, los contaminantes químicos de presencia irregular, etc.)	Planes de muestreo especificados que han de proponerse para cada situación concreta (p.ej., para el control microbiológico, véase la sección 3.2). Pueden aplicarse planes para determinar las tasas de incidencia en una población.

2.2.10 Homogeneidad

Un lote es **homogéneo** con respecto a una determinada característica si esta última está distribuida de manera uniforme en todo el lote conforme a una ley de probabilidad concreta⁸.

NOTA: El hecho de que un lote sea homogéneo para una determinada característica no indica que esta última presente el mismo valor en todo el lote.

Un lote es **heterogéneo** con respecto a una determinada característica si esta última **no** se distribuye de manera uniforme en todo el lote. Los elementos de un lote pueden ser homogéneos con respecto a una característica y heterogéneos con respecto a otra.

2.2.11 Defectos (casos de no conformidad) y casos críticos de no conformidad

Un *defecto (no conformidad)* ocurre en un elemento cuando una o varias *características de calidad* no

⁷ En su 22º período de sesiones (junio de 1997), la Comisión del Codex Alimentarius abolió el sistema de numeración CAC/RM.

⁸ Tras comprobar, si es necesario, mediante un ensayo estadístico adecuado para la comparación de 2 muestras, por ejemplo, un ensayo paramétrico del promedio/varianza de la característica (p.ej. el ensayo de Aspin-Welch) o un ensayo no paramétrico de la característica para las proporciones (p.ej. ensayo de ji al cuadrado o ensayo de Kolmogorof-Smirnof) (véanse las referencias 2, 3 y 4).

satisfacen las especificaciones de calidad establecidas. Un *elemento defectuoso* es el que presenta uno o varios defectos.

La calidad del lote puede evaluarse en términos de *porcentaje aceptable de elementos defectuosos* o de *número máximo de defectos (casos de no conformidad) por cada cien elementos, respecto de cualquier tipo de defecto* (véase también la sección 2.2.7 para la definición de elemento).

La mayoría de los muestreos de aceptación prevén la evaluación de *más de una característica de calidad*, que puede tener una importancia diversa dependiendo de consideraciones cualitativas y/o económicas. Se recomienda, por tanto, que los casos de no conformidad se clasifiquen en función de su relevancia, como se señala a continuación (véase asimismo la sección 2.2.9 para la definición de una característica):

- **Clase A:** casos de no conformidad considerados de máxima importancia en cuanto a la calidad y/o inocuidad del producto.
- **Clase B:** casos de no conformidad considerados de menor importancia que los de Clase A.

2.2.12 Curva característica operativa

Para un determinado plan de muestreo, una **curva característica operativa (curva CO)** describe la probabilidad de aceptación de un lote en función de su calidad efectiva. La curva relaciona el índice de elementos defectuosos en los lotes (eje x) con la probabilidad de aceptación de esos lotes en la inspección (eje y). En la sección 4.1 se explica el principio de esa curva y se ilustra mediante un ejemplo.

2.2.13 Riesgo del productor y riesgo del consumidor

Riesgo del productor (RP)

En la curva CO (véase 2.2.12) de un plan de muestreo, el riesgo del productor es la probabilidad de rechazo de un lote con una proporción P_1 de elementos defectuosos (por lo general, baja), establecida por el plan de muestreo. Desde el punto de vista del productor, un lote de ese tipo no debe rechazarse.

En otras palabras, es la probabilidad de rechazar un lote equivocadamente.

Por lo general, este riesgo se expresa mediante una proporción denominada P_{95} , que corresponde al porcentaje de elementos defectuosos en un lote aceptado en el 95 % de los casos (es decir, rechazando en el 5 % de los casos).

Riesgo del consumidor (RC)

En la curva CO (véase 2.2.12) de un plan de muestreo, el riesgo del consumidor es la probabilidad de aceptación de un lote con una proporción P_2 de elementos defectuosos (por lo general, baja), establecida por el plan de muestreo. Desde el punto de vista del consumidor, un lote de ese tipo debe rechazarse.

En otras palabras, es la probabilidad de aceptar un lote equivocadamente.

Por lo general, este riesgo se expresa mediante una proporción denominada P_{10} , que corresponde al porcentaje de elementos defectuosos en un lote aceptado en el 10 % de los casos (es decir, rechazado en el 90 % de los casos).

Distancia de discriminación (D)

La distancia de discriminación (D) es la distancia absoluta entre el riesgo del productor (RP) y el riesgo del consumidor (RC), y deberá especificarse teniendo en cuenta los valores de las desviaciones normales de la población del muestreo, así como los de las mediciones.

2.2.14 El nivel de calidad aceptable (NCA) y el nivel de calidad límite (CL)

La inspección de un lote mediante un plan de muestreo por atributos o por variables permitirá la adopción de una decisión acerca de la calidad del lote.

El nivel de calidad aceptable (NCA) para un determinado plan de muestreo es el índice de elementos no conformes correspondiente a una baja probabilidad de rechazo de un lote (habitualmente, un 5%).

El **nivel de calidad aceptable (NCA)** se utiliza como criterio de indexación aplicado a una *serie continua de lotes* que corresponde al índice máximo de elementos defectuosos aceptables en los lotes (o el número

máximo de elementos defectuosos por cada cien unidades). Esta variable constituye un objetivo de calidad establecido por las profesiones. Ello no quiere decir que todos los lotes con un índice de elementos defectuosos superior al NCA serán rechazados al momento de la inspección, sino que, cuanto mayor sea el índice de elementos defectuosos que supera el NCA, mayor será la probabilidad de rechazo del lote. Para cualquier tamaño de muestra, cuanto menor es el NCA, mayores serán tanto la protección del consumidor frente a la aceptación de lotes con elevados índices de defectos como la necesidad de que el productor se ajuste a unos requisitos de calidad suficientemente elevados. Todo valor del NCA deberá ser realista en la práctica y económicamente viable y, si es necesario, deberá tener en cuenta aspectos relativos a la inocuidad.

Hay que admitir que la selección de un valor para el NCA depende de la característica específica examinada y su pertinencia (económica o de otro tipo) para la norma en su conjunto. Podrá realizarse un análisis del riesgo para evaluar la probabilidad y la gravedad de las repercusiones negativas en la salud pública, debidas, por ejemplo, a la presencia de aditivos, contaminantes, residuos, toxinas o microorganismos patógenos en los productos alimenticios.

Las características que pueden relacionarse con defectos críticos (por ejemplo, los riesgos sanitarios) se asociarán a un NCA bajo (de 0,1 % a 0,65 %), mientras que las características de composición, como el contenido de grasa o de humedad se asociarán a un NCA mayor (p.ej., un 2,5 % o un 6,5 % son valores utilizados con frecuencia para los productos lácteos). El NCA se emplea como sistema de indexación en los cuadros de las normas ISO 2859-1, ISO 3951 y en algunos cuadros de las normas ISO 8422 e ISO 8423 (véase la sección 1).

El NCA es un caso particular del riesgo del productor y suele ser distinto del P95 (véase 2.2.13).

La **calidad límite** (CL) para un determinado plan de muestreo es el índice de elementos no conformes correspondiente a una baja probabilidad de aceptación de un lote (habitualmente, el 10 %).

La **calidad límite** (CL) se emplea cuando *un lote se examina aisladamente*. Es un nivel de calidad (expresado, por ejemplo, como el porcentaje de elementos no conformes del lote) que corresponde a una probabilidad determinada y relativamente baja de aceptación de un lote con un índice de elementos defectuosos igual a la calidad límite. La CL suele definirse como el índice de elementos defectuosos de los lotes aceptados tras la inspección en el 10 % de los casos. La CL es un sistema de indexación que se emplea en la norma ISO 2859-2, en la que se recomienda que se establezca su valor como al menos el triple del NCA deseado, con el fin de asegurar que los lotes de calidad aceptable cuenten con una probabilidad de aceptación razonable.

La CL suele ser muy baja cuando los planes tienen por objeto la verificación de los criterios de inocuidad de los alimentos, mientras que suele ser mayor cuando los planes se proponen verificar los criterios de calidad.

La CL es un caso particular del riesgo del consumidor y corresponde a P_{10} (véase 2.2.13).

Los usuarios de los planes de muestreo tendrán que seleccionar el NCA o la CL del plan utilizado para el control de calidad de los lotes.

Para un determinado producto, sólo deberá asignarse un NCA (o una CL) a cada una de las dos clases de casos de no conformidad especificadas en la sección 2.2.11, asignándose un NCA bajo (p.ej. 0,65 %) a los casos de no conformidad de la Clase A (p.ej. contenido de plaguicidas en la leche de destete) y un NCA más alto (p.ej. 6,5%) a los casos de no conformidad de la Clase B (p.ej. contenido de proteínas en la leche de destete).

Por tanto, hay un plan de muestreo distinto por cada uno de los dos NCA (CL), y el lote sólo se aceptará si es aceptado por cada uno de los planes. Se puede emplear la misma muestra para las distintas clases si la evaluación no es destructiva para más de un tipo de no conformidad. Si han de tomarse dos muestras, éstas podrán extraerse simultáneamente por razones prácticas.

2.2.15 Autoridad competente

La **autoridad competente** será el funcionario designado por el país importador y se encargará normalmente, por ejemplo, del establecimiento del '*nivel de inspección*' y la introducción de '*normas de variación del nivel de inspección*' (véase 2.2.16).

2.2.16 Niveles de inspección y normas de variación del nivel de inspección

El **nivel de inspección** relaciona el tamaño de la muestra con el tamaño del lote y, por lo tanto, con la discriminación entre una calidad 'buena' y una 'mala'. Por ejemplo, en los cuadros I y I-A de la norma ISO 2859-1:1989 (E) y la norma ISO 3951:1989 (E) se incluyen siete y cinco niveles de inspección, respectivamente. Para un NCA determinado, cuanto menor sea la cifra de nivel de inspección, mayor será el riesgo de que se acepten lotes de baja calidad.

Incumbe a la 'autoridad competente' establecer el nivel de inspección. A no ser que se indique otra cosa, se aplicará el nivel de inspección normal (II). El nivel reducido (I) o el nivel reforzado (III) deberán aplicarse cuando se requiera una discriminación menor o mayor, respectivamente. El nivel II prevé un tamaño de muestra inferior al doble del tamaño del nivel I, mientras que el nivel III prevé un tamaño de muestra aproximadamente una vez y media el tamaño correspondiente al nivel II. Los niveles 'especiales' (S-1 a S-4) deberán aplicarse cuando se requieran tamaños de muestra relativamente pequeños y puedan o deban tolerarse riesgos de muestreo elevados.

Un esquema de muestreo prevé 'la posibilidad de cambiar' entre planes de muestreo que prevén niveles de inspección normal, reforzado y reducido. Es conveniente que todos los Comités sobre productos incluyan normas de variación del nivel de inspección en los planes de muestreo que se aplican a una serie continua de lotes.

La inspección normal está destinada a proteger al productor contra la posibilidad de que haya un porcentaje elevado de lotes rechazados cuando la calidad del producto es superior al NCA. No obstante, si se descartan dos de cada cinco (o menos) lotes sucesivos, habrá que recurrir a una inspección reforzada. Por otra parte, si la calidad de la producción es en forma generalizada superior al NCA, podrán reducirse los costos de muestreo (a discreción de la autoridad competente) mediante la introducción de planes de muestreo de inspección reducida.

Las normas de variación del nivel de inspección para una serie continua de lotes se describen en detalle en las secciones 4.2.2.4 y 4.3.4.

2.2.17 Número de aceptación

Para un plan de muestreo por atributos determinado, el **número de aceptación** es la cantidad máxima de unidades o casos no conformes que se permita en la muestra para que se acepte el lote. Los planes con número de aceptación cero se describen en la sección 2.5.2.

2.2.18 Tamaño del lote y tamaño de la muestra

Para productos comercializados a escala internacional, el tamaño del lote suele especificarse en el documento de envío. Si, se ha de utilizar un tamaño de lote distinto para fines de muestreo, el Comité encargado del producto en cuestión deberá estipularlo claramente en la norma.

No existe una relación matemática entre el tamaño de la muestra (n) y el tamaño del lote (N). Por tanto, desde el punto de vista matemático, no hay inconveniente en recoger una muestra de pequeño tamaño para inspeccionar un lote homogéneo de gran tamaño. No obstante, la ecuación $f = n/N$ afecta al error de muestreo cuando el tamaño del lote es reducido. Además, cuando se trata de proteger al consumidor (en especial, su salud), se recomienda seleccionar muestras de mayor tamaño cuando el lote es grande, como se ilustra en el ejemplo que figura a continuación.

Ejemplo: Inspección del contenido de grasa de la leche entera de 8500 elementos mediante planes de muestreo por atributos con un NCA del 2,5 %.

Pueden emplearse dos planes distintos: el plan 1 ($n = 5$, $c = 0$, $CL = 36,9 \%$) y el plan 2 ($n = 50$, $c = 3$, $CL = 12,9 \%$).

Con la CL del plan 1, los lotes que presentan un índice de casos no conformes del 36,9 % (es decir, 3136 elementos no conformes) se aceptan en el 10 % de los casos.

Con la CL del plan 2, los lotes que presentan un índice de casos no conformes del 12,9 % (es decir, 1069 elementos no conformes) se aceptan en el 10 % de los casos.

La elección del plan 2 evita, en el 10 % de los casos, el riesgo de colocar en el mercado (3136-1069) = 2067 elementos no conformes.

Cuando la ecuación $f = n/N$ (en que n es el tamaño de la muestra y N es el tamaño del lote) es menor o igual al 10 % y se da por supuesto que los lotes son homogéneos, el tamaño absoluto de la muestra será más importante que su relación con respecto al tamaño del lote.

No obstante, con el fin de reducir el riesgo de aceptar cantidades elevadas de elementos defectuosos, el tamaño de la muestra se suele incrementar a medida que aumenta el tamaño del lote, en especial cuando se supone que este último no es homogéneo.

Con un lote de tamaño considerable resulta factible y económico tomar una muestra grande manteniendo una relación lote/muestra elevado para lograr una discriminación mejor (entre lotes aceptables e inaceptables). Además, para un determinado conjunto de criterios de la eficacia del muestreo, el tamaño de la muestra no aumentará con la misma rapidez que el tamaño del lote y, además, dejará de crecer a partir de un valor determinado de este último. Sin embargo, existe una serie de motivos para delimitar el tamaño del lote:

- la formación de lotes más grandes puede traducirse en la introducción de una calidad muy variable
- el índice de producción o suministro puede ser demasiado bajo para la formación de lotes grandes
- los aspectos prácticos en materia de almacenamiento y manipulación pueden impedir la formación de lotes grandes
- la accesibilidad para la toma de muestras aleatorias puede resultar difícil con lotes grandes
- las consecuencias económicas de la no aceptación de un lote grande son también grandes.

2.3 PROCEDIMIENTOS DE MUESTREO

2.3.1 Empleo de funcionarios de muestreo autorizados

Se recomienda en gran medida que el muestreo sea realizado por personas capacitadas y autorizadas en las técnicas de toma de muestras por el país importador.

2.3.2 Material objeto de muestreo

Hay que definir claramente cada uno de los lotes que ha de examinarse. El Comité del Codex encargado del producto en cuestión deberá estipular el tratamiento de una consignación en los casos en que no haya una determinada designación del lote.

2.3.3 Muestreo representativo

El muestreo representativo es un procedimiento empleado para recoger o formar una muestra representativa⁹

Las disposiciones de esta cláusula deberán completarse, si es necesario, mediante procedimientos tales como la modalidad de toma y preparación de una muestra. Estos procedimientos deberán ser definidos por los usuarios, en particular los Comités del Codex sobre productos.

El muestreo aleatorio prevé la recogida de n elementos de un lote de N elementos, de forma que todas las combinaciones posibles de n elementos tengan la misma probabilidad de ser seleccionadas. La aleatoriedad se puede conseguir utilizando una tabla de números aleatorios que puede elaborarse mediante programas informáticos.

Con el fin de evitar cualquier controversia acerca de la representatividad de la muestra, deberá seleccionarse, en la medida de lo posible, un procedimiento de muestreo aleatorio, independiente o combinado con otras técnicas de muestreo.

⁹ Véase la definición de muestra representativa en 2.2.3.

Suponiendo que los elementos se pueden numerar u ordenar incluso virtualmente cuando no es posible disponer de elementos individuales (p. ej. en el caso de una cuba de leche o un silo de grano), la selección de los elementos o unidades que forman la muestra deberá realizarse de la forma siguiente:

1. Numerar todos los elementos o porciones de muestreo del lote (reales o virtuales)
2. El número de elementos o porciones de muestreo que han de tomarse se determinan de forma aleatoria aplicando el cuadro 3 de la norma ISO 2859-0:1995 o cualquier otro cuadro de números aleatorios aprobado.

La toma de muestras deberá realizarse de forma aleatoria y, en la medida de lo posible, durante la carga o descarga del lote.

Si el lote es heterogéneo, tal vez una muestra aleatoria no sea representativa del lote. En esos casos, el muestreo estratificado puede constituir una solución. El muestreo estratificado consiste en dividir el lote en distintos estratos o zonas, siendo cada estrato más homogéneo que el lote original. A continuación, se extrae una muestra aleatoria de cada uno de esos estratos siguiendo instrucciones específicas que pueden estar redactadas por los Comités del Codex sobre productos. El estrato puede inspeccionarse después mediante muestreo aleatorio, que suele comprender de 2 a 20 elementos o unidades por cada muestra (véanse los planes de muestreo ISO 2859-1 con códigos de letra de A a F para el nivel de inspección II). No obstante, antes del muestreo, es necesario remitirse, cuando proceda, a las instrucciones específicas de los Comités del Codex sobre productos.

Cuando no se puede realizar el muestreo de forma aleatoria¹⁰, por ejemplo, en el caso de un almacén muy grande en el que las mercancías están desordenadas o cuando el proceso de producción contiene un fenómeno periódico (p. ej. un contaminante localizado de forma específica en una zona concreta del silo o un regulador que se desajusta cada k segundos, de manera que cada k segundos los productos envasados mediante ese mecanismo presentan defectos), resulta indispensable:

1. Evitar en lo posible la selección de elementos de acceso más fácil o que pueden diferenciarse por una característica visible.
2. En el caso de fenómenos periódicos, evitar la toma de muestras cada del k segundos, o del k envase o cada k centímetros, y tomar una unidad de cada n paletas, preenvases,...

2.3.4 Preparación de muestras

2.3.4.1 Muestras primarias

Una **muestra primaria** es la 'porción de producto' extraída de un lote durante la primera fase del proceso de muestreo, que constituirá normalmente un elemento (si se ha tomado de un lote de productos preenvasados) o una porción de muestreo (si se ha extraído de un lote a granel). (No obstante, una 'porción de muestreo' puede considerarse un 'elemento' si las mediciones se realizan en porciones de muestreo individuales). En la medida que sea factible, las muestras primarias deben tomarse en todo el lote y deberán anotarse las excepciones a este requisito. Con el fin de facilitar el análisis en el laboratorio, deberá tomarse una cantidad suficiente de muestras primarias de tamaño parecido. Durante la toma de muestras primarias (elementos o porciones de muestreo) y en todos los procedimientos subsiguientes habrán de tomarse precauciones a fin de mantener la integridad de la muestra (p. ej. para evitar la contaminación de las muestras o cualquier otro tipo de cambios que puedan repercutir de forma negativa en la cantidad de residuos o los resultados analíticos, o que impidan que la muestra de laboratorio sea representativa de la muestra compuesta del lote).

2.3.4.2 Muestra compuesta

Cuando el plan de muestreo lo requiera, se obtendrá una **muestra compuesta** combinando con cautela las muestras primarias (elementos) de un lote de productos *preenvasados*, o las muestras primarias (porciones de muestreo) de un lote *a granel* (no preenvasado).

Salvo por razones económicas, no se recomienda esta técnica de muestreo, debido a la pérdida de información en los cambios de muestra a muestra en la combinación de muestras primarias.

¹⁰ La evaluación de una situación de ese tipo puede realizarse, en el caso de un fenómeno periódico, mediante la observación del diagrama de control del proceso, mientras que, en el ejemplo sobre almacenamiento, habrá que obtener información de los gestores del almacén, los laboratorios y las organizaciones profesionales.

2.3.4.3 Muestra final

La *muestra a granel* debe constituir, en la medida de lo posible, la **muestra final** y ha de entregarse al laboratorio para su análisis. Si la muestra a granel es demasiado grande, la muestra final podrá prepararse a partir de ella mediante un *método de reducción* adecuado. En ese proceso, sin embargo, no se deben cortar o dividir los elementos individuales.

Las disposiciones legislativas nacionales pueden exigir que la muestra final se subdivida en dos o más porciones para analizarlas por separado. Cada porción debe ser representativa de la muestra final.

2.3.5 Envasado y transmisión de las muestras de laboratorio

La muestra que finalmente se entrega al laboratorio se denomina **muestra de laboratorio** y adoptará la forma de la muestra final o de una porción representativa de esta última.

La muestra de laboratorio deberá conservarse de modo que se impida la alteración de la característica inspeccionada (p. ej. en controles microbiológicos, mediante el uso obligatorio de un recipiente esterilizado y refrigerado). Además, la muestra de laboratorio deberá mantenerse en un recipiente limpio e inerte que ofrezca una protección adecuada contra la contaminación externa y evite el deterioro de la muestra durante el tránsito. El recipiente deberá luego precintarse de forma que se pueda detectar toda apertura no autorizada y enviarse al laboratorio lo antes posible, adoptando todas las precauciones necesarias para evitar derrames o el deterioro: p. ej., los alimentos congelados se conservarán en ese estado y las muestras perecederas se mantendrán refrigeradas o congeladas, según convenga.

2.3.6 Informes del muestreo

Toda operación de muestreo conlleva la redacción de un informe de muestreo, como se describe en la cláusula 4.16 de la norma ISO 7002, indicando, en particular el motivo del muestreo, el origen de la muestra, el método de muestreo y la fecha y el lugar de este último, así como otro tipo de información que pueda resultar de ayuda para el analista, como la hora y las condiciones del transporte. Las muestras se identificarán de forma clara, en especial las destinadas al laboratorio.

En caso de cualquier desviación con respecto al procedimiento de muestreo recomendado (cuando haya habido que apartarse, por cualquier motivo, del método aconsejado), es necesario adjuntar al informe de muestreo otro informe detallado sobre el procedimiento diverso que, de hecho, se ha aplicado. En ese caso, sin embargo, no podrá adoptarse ninguna decisión al momento de la inspección, sino que ello incumbe a las autoridades competentes.

2.4 ERRORES DE ESTIMACIÓN

Los resultados cuantitativos tienen sólo un valor limitado si no se acompañan de una estimación de los errores *aleatorios* (imprevisibles) y *sistemáticos* (previsibles) asociados a ellos. (Los errores *aleatorios* afectan a la precisión del resultado, mientras que los *sistemáticos* afectan a la exactitud).

Los planes de muestreo están expuestos a dos tipos de errores:

- *error de muestreo* (debido a que la muestra no representa exactamente a la población de la que se ha tomado); y
- *error de medición* (debido a que el valor medido de la característica no representa exactamente al valor auténtico de la característica en la muestra).

Es conveniente que se cuantifiquen y reduzcan al mínimo los errores de muestreo relacionados con cualquier plan de muestreo, así como los errores de medición propios del análisis.

- Caso general

Por lo general, se supone que el error analítico es insignificante en comparación con el error de muestreo (si, por ejemplo, el error analítico es como máximo 1/3 del error de muestreo, la desviación normal para los resultados obtenidos será un 5 % menor que la desviación normal sin tener en cuenta el error analítico¹¹).

- Primer caso específico: el error de medición es del mismo orden de magnitud que el error de muestreo.

Cuando se hayan de analizar las características inspeccionadas, toda decisión que se adopte sobre un lote a partir de una muestra deberá tener en cuenta el error analítico, comparándolo con el error de muestreo si este último es del mismo orden de magnitud. En tal caso, la desviación normal para los resultados observados será menor del 41 % que la desviación normal sin tener en cuenta el error analítico¹².

Las presentes Directrices no abordan la cuestión de cómo tener en cuenta el error analítico.

- Segundo caso específico: el error de medición es mayor que el error de muestreo

En ese caso, no hace falta aplicar ningún plan de muestreo estadístico.

2.5 TIPOS DE PLANES DE MUESTREO SIMPLE

2.5.1 Planes de muestreo simple para inspecciones del porcentaje de elementos no conformes

2.5.1.1 Principios de la inspección por atributos del porcentaje de elementos no conformes

El texto y las curvas que figuran a continuación sólo describen los principios de inspección del porcentaje de elementos no conformes mediante planes de muestreo simples por atributos y por variables, así como su eficacia.

Un plan de muestreo para la inspección por atributos es un método de evaluación de la calidad de un lote, que consiste en clasificar cada porción de muestreo como una característica o atributo conforme o no conforme, según se cumpla o no la especificación de la norma del Codex. Esa característica puede ser cualitativa (por ejemplo, la presencia de una maca en la fruta) o cuantitativa (por ejemplo el contenido de sodio de un producto dietético, clasificado como conforme o no conforme de acuerdo con un límite establecido). Se cuenta luego el número de porciones de muestreo que presentan el atributo de no conforme y, si no se sobrepasa el número de aceptación establecido por el plan, se aceptará el lote; en caso contrario, se rechazará.

EJEMPLO 1: Un plan de muestreo simple por atributos con un NCA = 2,5 % para inspeccionar el contenido de sodio de un lote de queso dietético de bajo contenido de sodio, para el que la norma del Codex 53-1981 establece un contenido máximo de sodio de 120 miligramos por 100 gramos de producto (expresado como $U = 120 \text{ mg}/100 \text{ g}$).

Decisión que debe adoptarse de acuerdo con ese plan:

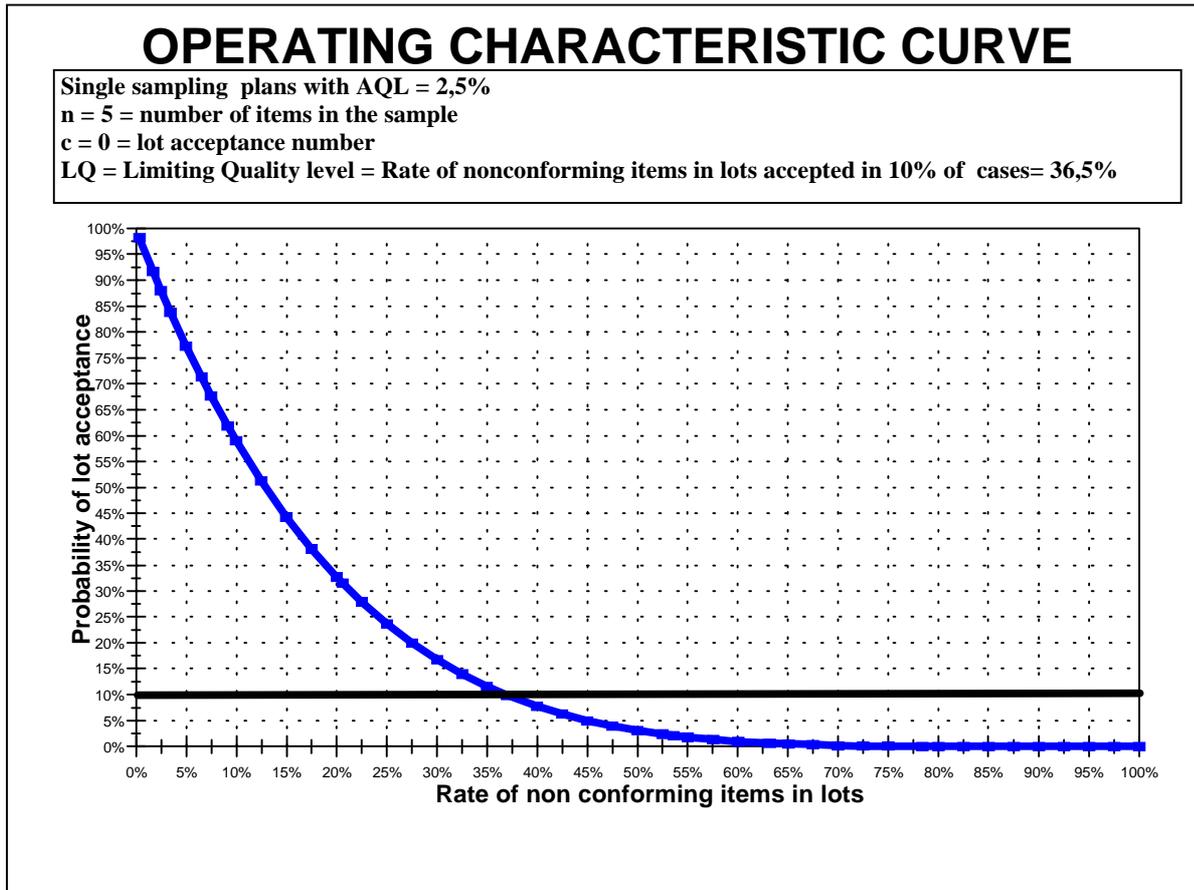
Se aceptará el lote si no hay porciones de muestreo no conformes ($c = 0$) en una muestra de cinco porciones ($n = 5$), definiéndose la porción de muestreo no conforme como aquella cuyo contenido de sodio, dadas las tolerancias analíticas, es mayor que la especificación relativa al sodio en los quesos dietéticos, es decir, 120 miligramos.

La figura 1 que aparece a continuación representa la curva característica operativa de este plan y muestra que, en el 50 % de los casos, en la inspección se aceptan lotes que presentan el 13 % de elementos defectuosos.

¹¹ La desviación normal total $\sigma = \sqrt{\sigma_s^2 + \sigma_m^2}$, en que σ_s es la desviación normal de muestreo y σ_m es la desviación normal de medición. Si $\sigma_m = \sigma_s/3$, entonces $\sigma = \sqrt{\sigma_s^2 (1 + 1/9)} = 1,05 \times \sigma_s$, lo que equivale a un aumento del 5 %.

¹² Empleando las mismas notaciones que en la nota a pie de página pendiente, si $\sigma_s = \sigma_m$, entonces $\sigma = \sqrt{2 \times \sigma_s^2} = 1,41 \times \sigma_s$, lo que equivale a un aumento del 41 %.

Figura 1: Curva CO, planes de muestreo por atributos



CURVA CARACTERÍSTICA OPERATIVA

Planes de muestreo simple con NCA = 2,5%

$n = 5$ = número de elementos de la muestra

$c = 0$ = número de aceptación del lote

CL = nivel de calidad límite = índice de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10% de los casos = 36,5%

Probabilidad de aceptación del lote

Tasa de elementos no conformes en los lotes

EJEMPLO 2: Plan de muestreo simple por atributos, NCA = 6,5 %, para la inspección de la calidad de guisantes preenvasados y congelados rápidamente.

Características del plan:

Criterio de no conformidad: la bolsa preenvasada contiene más del 15 % m/m de guisantes defectuosos (guisantes decolorados, guisantes con maca,...)

Número de unidades de la muestra: $n=13$

NCA = 6,5 %

Número de aceptación: $c = 2$ = número máximo aceptable de bolsas defectuosas en la muestra (criterio de aceptación del lote)

Número de rechazos: $Re = 3$ = número mínimo de bolsas defectuosas en la muestra que comporta el rechazo del lote (criterio de rechazo del lote)

Decisión que debe adoptarse de acuerdo con ese plan:

El lote se aceptará si no hay más de 2 bolsas defectuosas en una muestra de 13 bolsas.

2.5.1.2 Principios de inspección por variables del porcentaje de defectos

2.5.1.2.1 Observación general

Un plan de muestreo por variables es un método para evaluar la calidad de un lote, que consiste en medir para cada elemento el valor de una variable que caracteriza el producto analizado.

EJEMPLOS (Con el fin de ilustrar la diferencia entre los planes de muestreo por atributos y por variables, se utiliza el ejemplo del queso dietético con un contenido máximo de sodio para los planes por variables)

- El contenido máximo U de sodio de un queso dietético de bajo contenido de sodio, para el que la norma del Codex 53-1981 establece un contenido máximo de sodio igual a 120 miligramos por 100 gramos de producto;
- El contenido mínimo L de grasa de la leche entera;
- Una serie de valores, como el contenido de vitamina A de un preparado para lactantes, comprendidos entre L y U.

La inspección consiste en medir la variable que caracteriza el producto objeto de inspección para cada uno de los n elementos que forman la muestra, así como en calcular a luego el promedio \bar{x} de esos n elementos de la muestra.

La decisión acerca de la aceptación o el rechazo del lote se adoptará comparando el contenido medio \bar{x} con el valor numérico de una expresión algebraica que incluye los factores siguientes:

- o bien el valor máximo U de la especificación (si se ha de proporcionar el valor máximo), o bien el valor mínimo L de la especificación (si se ha de inspeccionar el valor mínimo), o bien L y U (si se ha de inspeccionar una gama de valores);
- la desviación normal de los valores de la variable inspeccionada del lote;
- una constante de aceptación K, determinada por el plan de muestreo y dependiendo de la ley de distribución del NCA de la variable medida.

La expresión algebraica depende también del hecho de que se conozca o no la desviación normal. Las formulas de decisión se indican en 2.5.1.2.2 y 2.5.1.2.3.

2.5.1.2.2 La desviación normal σ de la distribución es conocida (método σ)

El método σ (véase 2.2.19) se emplea, por ejemplo, en el caso de inspecciones realizadas por profesionales, quienes debido al elevado número de controles que realizan, saben cuál es el valor de la desviación normal con la precisión suficiente como para considerarla como conocida. En el cuadro 3 que figura a continuación se definen las reglas de aceptación/rechazo de los lotes.

Cuadro 3: Criterios de aceptación y rechazo de un lote para el método σ

	Inspección de un valor mínimo L	Inspección de un valor máximo U	Inspección de una gama de valores
	$\bar{x} \geq L$	$\bar{x} \leq U$	$L \leq \bar{x} \leq U$
Lote aceptado	$\bar{x} \geq L + K\sigma$	$\bar{x} \leq U - K\sigma$	$L + K\sigma \leq \bar{x} \leq U - K\sigma$
Lote rechazado	$\bar{x} < L + K\sigma$	$\bar{x} > U - K\sigma$	$\bar{x} < L + K\sigma$, o $\bar{x} > U - K\sigma$

EJEMPLO: Inspección del contenido máximo U de sodio de un lote de queso dietético de bajo contenido de sodio, para el que la norma del Codex 53-1981 establece un contenido máximo de sodio igual a 120 miligramos por 100 gramos de producto.

Valor analizado $U = 120$ miligramos de sodio por 100 gramos de queso dietético

Datos del plan de muestreo seleccionado, tomado de la norma ISO 3951 (véase el cuadro 19):

- $n = 5$, número de elementos de la muestra;
- $K = 1,39$, constante de aceptación;
- $NCA = 2,5 \%$.

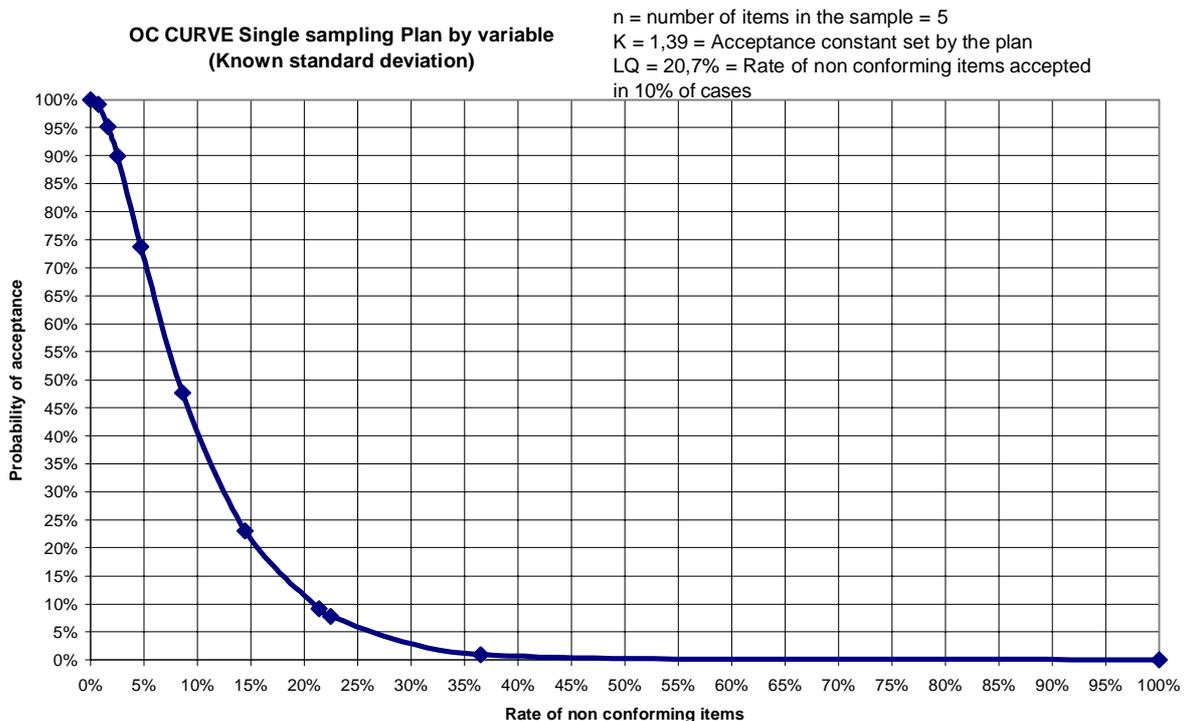
- $\sigma = 3,5$ mg, la desviación normal conocida de acuerdo con datos experimentales durante un período de producción amplio, facilitada a los inspectores por los profesionales.

Resultados de las mediciones:

- x_1 indica el contenido de sodio medido en el primer elemento, = 118 mg;
 - x_2 indica el contenido de sodio medido en el segundo elemento, = 123 mg;
 - x_3 indica el contenido de sodio medido en el tercer elemento, = 117 mg;
 - x_4 indica el contenido de sodio medido en el cuarto elemento, = 121 mg;
 - x_5 indica el contenido de sodio medido en el quinto elemento, = 111 mg;
 -
 - \bar{x} indica el promedio de los contenidos de sodio obtenidos para la muestra de cinco elementos
- $$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5}{5} = 118 \text{ mg}$$
- Conclusión: sabiendo que $U - K\sigma = 120 - (1,39 \times 3,5) = 115,1$ mg, se deduce que $\bar{x} > U - K\sigma$, por lo que se rechaza el lote.
 - En la figura 2 se muestra la curva característica operativa del plan por variables.

Figura 2: curva CO, plan de muestreo por variables

CURVA CO Plan de muestreo simple por variables (desviación normal conocida)



$n =$ número de elementos de la muestra $= 5$

$K = 1,39 =$ constante de aceptación establecida por el plan

$CL = 20,7\% =$ índice de elementos no conformes aceptados en el 10% de los casos

Probabilidad de aceptación

Tasa de elementos no conformes

2.5.1.2.3 La desviación normal σ de la distribución es desconocida (método s)

Cuando la desviación estándar σ de la distribución de valores es desconocida (por ejemplo, en el caso de inspecciones efectuadas por departamentos oficiales que, debido al número insuficiente de controles que realizan, ignoran el valor de la desviación normal con la precisión suficiente como para considerarla conocida), el método recibe el nombre de método s, puesto que la desviación normal σ se calcula mediante la ecuación

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \text{ denominada estimador de la desviación normal (véase 2.2.20).}$$

En este caso, la distribución de los promedios calculados a partir de la muestra corresponde a una distribución Student con $n-1$ grados de libertad. En el cuadro 4 que figura a continuación se definen las reglas de aceptación/rechazo de los lotes.

Cuadro 4: Criterios de aceptación/recusación del lote para un método s

	Inspección de un valor mínimo L	Inspección de un valor máximo U	Inspección de una gama de valores comprendidos entre L y U
	$\bar{x} \geq L$	$\bar{x} \leq U$	$L \leq \bar{x} \leq U$
Lote aceptado	$\bar{x} \geq L + Ks$	$\bar{x} \leq U - Ks$	$L + Ks \leq \bar{x} \leq U - Ks$
Lote rechazado	$\bar{x} < L + Ks$	$\bar{x} > U - Ks$	$\bar{x} < L + Ks, \text{ o } \bar{x} > U - Ks$

EJEMPLO: Inspección del contenido máximo U de sodio de un lote de queso dietético de bajo contenido de sodio, para el que la norma del Codex 53-1981 establece un contenido máximo de sodio igual a 120 miligramos por 100 gramos de producto.

Valor analizado U = 120 miligramos de sodio por 100 gramos de queso dietético

Datos del plan de muestreo seleccionado, tomado de la norma ISO 3951 (véase el cuadro 16):

- $n = 5$, número de elementos de la muestra;
- $K = 1,24$, constante de aceptación;
- $NCA = 2,5\%$.

Resultados de las mediciones¹³:

- x_1 indica el contenido de sodio medido en el primer elemento, = 118 mg;
- x_2 indica el contenido de sodio medido en el segundo elemento, = 123 mg;
- x_3 indica el contenido de sodio medido en el tercer elemento, = 117 mg;

¹³

Con el fin de destacar la diferencia con el método σ , los valores numéricos son idénticos a los indicados para este último.

- x_4 indica el contenido de sodio medido en el cuarto elemento, = 121 mg;
- x_5 indica el contenido de sodio medido en el quinto elemento, = 111 mg;
- \bar{x} indica el promedio de los contenidos de sodio obtenidos para la muestra de cinco elementos

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5}{5} = 118 \text{ mg}$$

- s indica el estimador de la desviación normal calculada para la muestra:

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 4,6 \text{ mg}$$

- Conclusión: sabiendo que $U - Ks = 120 - (1,24 \times 4,6) = 114,3 \text{ mg}$, se deduce que $\bar{x} > U - Ks$ y se rechaza el lote (véase el cuadro 3)

2.5.1.2.4 Comparación de los métodos σ y s

En la mayoría de los casos, se empleará el método s , puesto que la desviación normal no suele conocerse. El método σ puede utilizarse en procesos bien conocidos y controlados (véase 2.5.1.2.2).

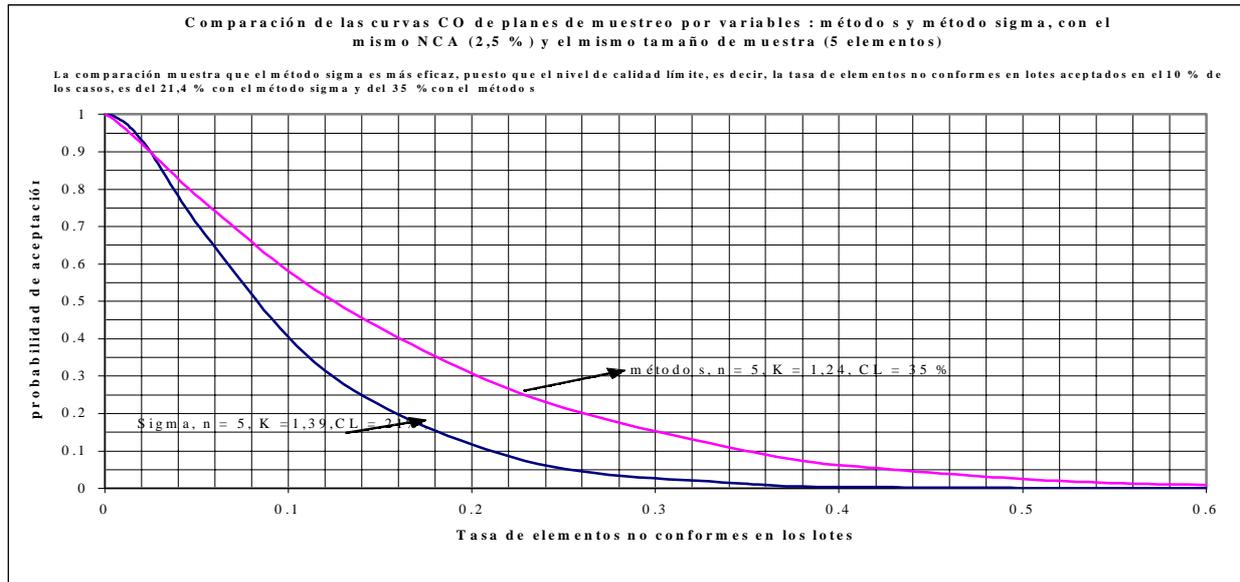
La diferencia entre los dos métodos se debe al valor de la CL (tasa de defectos en los lotes aceptados en el 10 % de los casos); véanse los ejemplos de 2.5.1.2.2 y 2.5.1.2.3, en los que:

método σ : la CL es el 20,7 %, como resultado de las características del plan (NCA = 2,5 %, $n = 5$, $K = 1,39$).

método s : la CL es el 35 %, como resultado de las características del plan (NCA = 2,5 %, $n = 5$, $K = 1,24$).

En el cuadro 5 y la figura 3 que figuran a continuación se compara la eficacia de los dos planes y se muestra que el método σ es más eficaz que el método s , puesto que, cuando el número de elementos de la muestra es idéntico, el método σ ofrece una discriminación mayor entre los productos de buena y mala calidad y la curva CO desciende de forma más pronunciada.

Figura 3: Comparación de las curvas CO de planes de muestreo por variables: método s y método σ



Cuadro 5: Probabilidad de aceptación del lote en función de los índices de defectos y el método de muestreo (método s, método σ)

<i>Tasas de defectos en los lotes</i>	<i>Probabilidad de aceptación del lote</i>	
	<i>método σ</i>	<i>método s</i>
0%	100%	100%
0,4%	99,8%	99%
1,38%	96,5%	95%
2,48%	90%	90%
5,78%	65,9%	75%
12,47%	29,7%	50%
22,88%	7,4%	25%
34,98%	1,2%	10%
42,97%	0,3%	5%
58,11%	0%	1%
100%	0%	0%

2.5.1.3 Comparación de la eficacia de una inspección por atributos y por variables para un a tasa de defectos determinada

Si la característica inspeccionada es cuantitativa y presenta una distribución normal (ejemplo: la inspección del contenido de sodio en un queso dietético), se puede emplear un plan de muestreo tanto por atributos como por variables. Como la eficacia de un plan de muestreo por atributos es inferior (véase más adelante), en este caso es preferible seleccionar un plan de muestreo por variables (véase 2.5.1.4).

En la figura 4, que se muestra a continuación, se compara la eficacia de un plan por variables (método σ) y un plan por atributos con el mismo NCA, 2,5%, y un tamaño de muestra de cinco elementos, y se muestra

que el plan por variables es más eficaz que el plan por atributos, puesto que la calidad límite de los lotes aceptados en el 10% de los casos es inferior en los planes por variables (21,4 %) que en los planes por atributos (36,9 %).

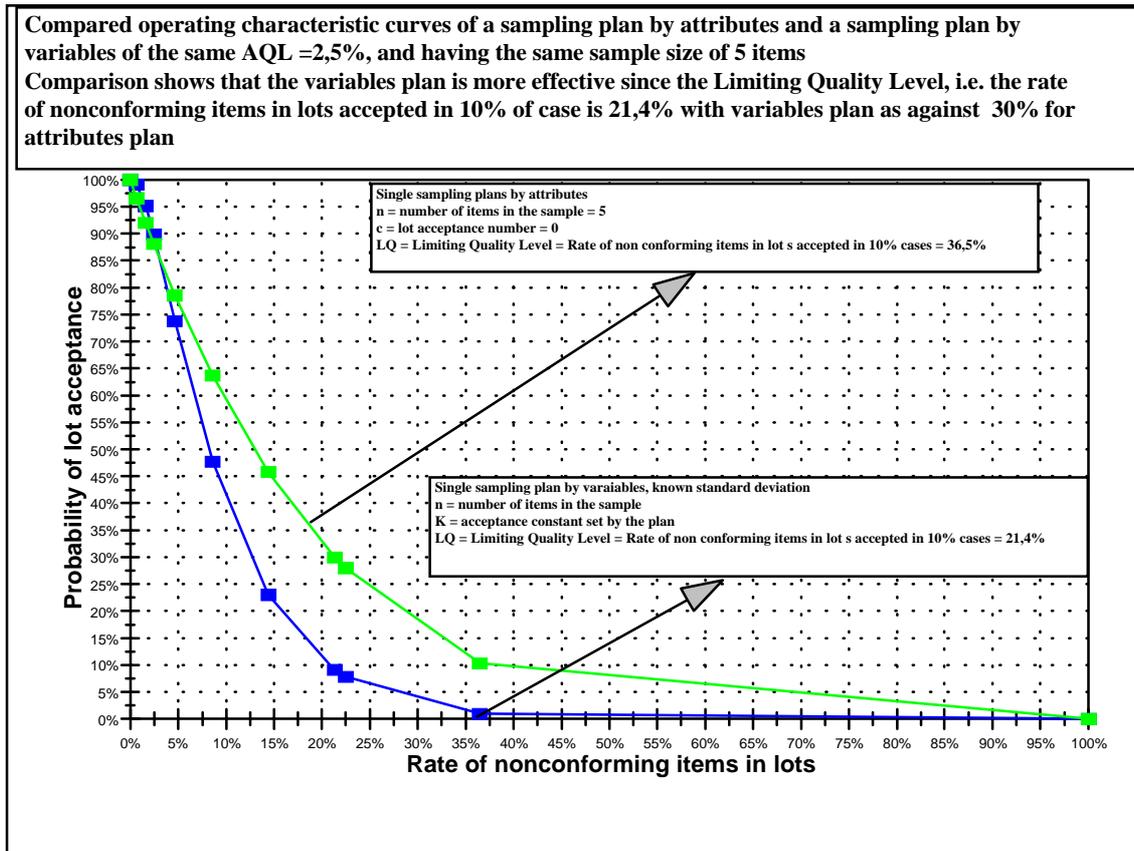


Figura 4: Comparación de las curvas CO de un plan de muestreo por variables y un plan de muestreo por atributos

Comparación de las curvas características operativas de un plan de muestreo por atributos y un plan de muestreo por variables con el mismo NCA = 2,5% e idéntico tamaño de muestras de cinco elementos. La comparación permite concluir que el plan por variables es más eficaz, puesto que el nivel de calidad límite, es decir, la tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10% de los casos, es del 21,4% en el plan por variables y del 30% en el plan por atributos.

Planes de muestreo simple por atributos

n = número de elementos de la muestra = 5

c = número de aceptación del lote = 0

CL = nivel de calidad límite = tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10% de los casos = 36,5%

Planes de muestreo simple por variables y con una desviación normal conocida

n = número de elementos de la muestra

K = constante de aceptación establecida por el plan

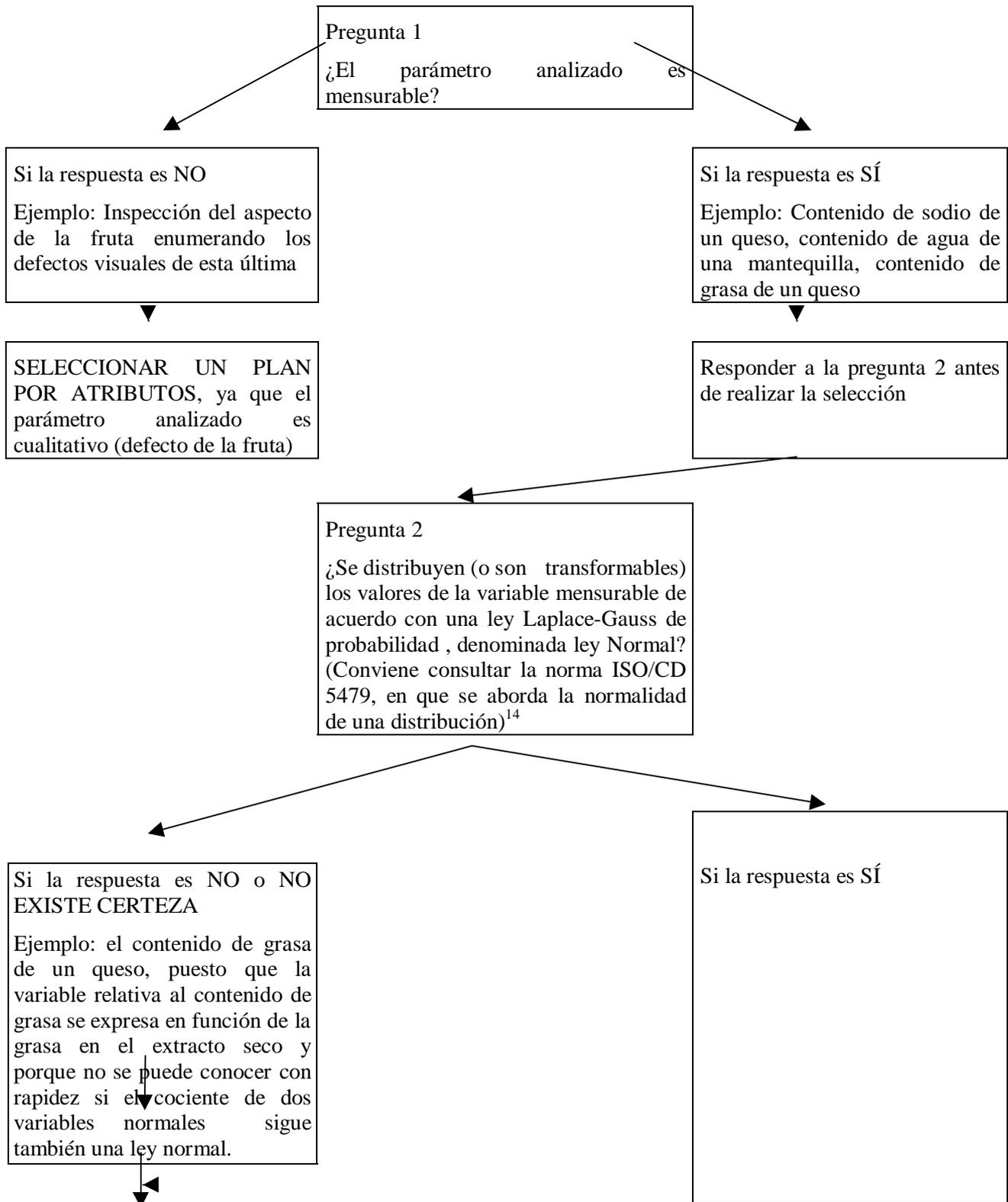
CL = nivel de calidad límite = tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10% de los casos = 21,4%

Probabilidad de aceptación del lote

Tasa de elementos defectuosos en los lotes

2.5.1.4 Árbol de decisión para la selección de un plan de muestreo por atributos o por variables

La selección de un plan de muestreo por atributos o por variables debe realizarse de acuerdo con este árbol de decisión:



¹⁴

Sólo se recurrirá a una transformación para normalizar la distribución de una variable cuando existan pruebas documentales que la justifiquen.

SELECCIONAR UN PLAN POR ATRIBUTOS, ya que este tipo de planes no impone condiciones sobre la ley de distribución de los valores de la variable mensurable

SELECCIONAR UN PLAN POR VARIABLES, ya que, por su eficiencia, este tipo de planes, requiere un menor número de elementos que tomar y analizar que en los planes por atributos y la eficacia es la misma.

2.5.1.5 Ventajas e inconvenientes comparativos de los planes por atributos y los planes por variables

Si puede aplicarse tanto un plan por atributos como un plan por variables, por ejemplo para el análisis del contenido de sodio de un queso dietético, la selección deberá efectuarse tras consultar concretamente el cuadro 6 que figura a continuación sobre las ventajas y los inconvenientes comparativos de ambos planes¹⁵.

Cuadro 6: Comparación de los planes de muestreo por atributos y por variables

	VENTAJAS	INCONVENIENTES
PLANES POR ATRIBUTOS	Ninguna condición sobre la ley matemática de distribución de la variable inspeccionada Mayor sencillez de elaboración de los resultados relativos con la muestra	Menos eficaces que los planes por variables para una muestra del mismo tamaño, de n porciones de muestreo (la CL es mayor); Más costosos que los planes por variables, ya que la muestra tomada requiere más porciones de muestreo que las que necesita un plan por variables para lograr la misma eficacia
PLANES POR VARIABLES	Más eficaces que los planes por atributos para una muestra del mismo tamaño de porciones de muestreo (la CL es menor); para el mismo NCA, resultan menos costosos que los planes por atributos, ya que la muestra tomada requiere menos porciones de muestreo que las que necesita un plan por atributos para lograr la misma eficacia	No pueden emplearse en todos los casos porque, para validar las fórmulas de cálculo, la ley matemática de distribución de la variable inspeccionada ha de seguir necesariamente o aproximadamente una ley normal

En el cuadro 7 que figura a continuación se comparan los tamaños de muestra necesarios para la inspección por atributos y por variables:

¹⁵

Cuando la inspección de dos especificaciones -por ejemplo, el contenido de grasa y el contenido de sodio de un queso dietético- requiere la aplicación de un plan por atributos (para el contenido de grasa) y por variables (para el contenido de sodio), es conveniente, por simples motivos de comodidad de la inspección, recurrir a un plan por atributos para las dos especificaciones.

Cuadro 7: Comparación de los tamaños de muestra con planes de muestreo por atributos y por variables (nivel de inspección normal)

Letra de código por tamaño de muestra ^a	Tamaños de muestra	
	Inspección por atributos	Inspección por variables
C	5	4
F	20	10
H	50	20
K	125	50
N	500	150

a) Del cuadro 1 de la norma ISO TR 8550: la letra de código facilita la combinación del tamaño del lote y los "niveles de inspección" (sección 2.2.12)

2.5.1.6 Situación recomendada para los planes de muestreo por atributos

Los planes por atributos son más seguros que los métodos por variables (no están sujetos a hipótesis sobre la forma de distribución) y su aplicación es más sencilla. El muestreo por atributos se recomienda cuando se evalúan lotes aislados. Si es necesario, las *mediciones (variables) pueden convertirse en atributos* para facilitar el muestreo por atributos.

2.5.1.7 Situación recomendada para los planes de muestreo por variables

El método por variables requiere un tamaño de muestra más reducido que el método por atributos para lograr un determinado grado de protección contra decisiones equivocadas: una consideración importante cuando el muestreo es destructivo. Sin embargo, *como cada una de las características cualitativas debe examinarse por separado, el método por variables resulta menos adecuado, ya que aumenta el número de mediciones que deben realizarse con un elemento individual.*

2.5.2 Planes de muestreo con número de aceptación cero

(Véase la norma ISO/DIS 14 560)

Esta norma aborda la necesidad de planes de muestreo, *basado en un número de aceptación cero*, que establecen niveles de calidad (no conformidad) expresados en partes por millón (ppm o mg/kg) en *lotes aislados*. La norma no se ocupa de casos de no conformidad poco relevantes.

Los planes de muestreo de aceptación cero en la norma ISO/DIS 14 560 pueden aplicarse, aunque no de modo exclusivo, a la inspección de (a) los elementos finales, así como de (b) los componentes y las materias primas. La selección del plan adecuado depende del grado deseado de protección del consumidor para un determinado nivel PPM de la calidad del producto que se desea, así como del tamaño del lote.

2.5.3 Planes de muestreo para la inspección de casos de no conformidad críticos

Los *casos de no conformidad críticos* indican que los elementos son peligrosos o potencialmente peligrosos y pueden determinar una enfermedad o la muerte.

2.5.3.1 Procedimiento de la norma ISO 2859-0

Para establecer el tamaño de muestra adecuado puede aplicarse el procedimiento que figura a continuación (véase la norma ISO 2859-0):

- se aplica una fórmula sencilla que relaciona:
 - (a) el número máximo d de casos de no conformidad críticos/elementos no conformes críticos que se admiten en el lote;

- (b) N, el tamaño del lote;
- (c) n, el tamaño de la muestra;
- (d) el riesgo β que se está dispuesto a asumir de no detectar un caso de no conformidad o un elemento no conforme, es decir, la probabilidad de no detectar al menos un defecto crítico (con frecuencia, se selecciona un β interior o igual a 0,1 %);
- (e) la probabilidad p del número máximo de elementos no conformes admitidos en el lote inspeccionado (se suele seleccionar un valor p inferior o igual a 0,2 %) $p = d/N$, d = Np redondeado a la baja hasta el número entero más próximo;
 - el tamaño n de la muestra se obtiene a partir de la siguiente ecuación (redondeándola al alza hasta el número entero más próximo):

$$n = (N - d/2) (1 - \beta^{1/(d+1)})$$
 - el lote se aceptará si no se detectan casos de no conformidad críticos en la muestra.

EJEMPLO : Detección de latas con cierres defectuosos

Determinación del tamaño de la muestra para la inspección de elementos no conformes críticos (latas con cierres defectuosos) en un lote de N = 3454 latas, en que :

- p, el porcentaje máximo de elementos no conformes críticos, es de 0,2%
- β , el riesgo máximo asumido de aceptar la no detección de un elemento no conforme, es de 0,1%
- c, el criterio de aceptación del lote, es 0 (ningún elemento no conforme en la muestra)
- Re, el criterio de recusación del lote, es 1 (hay al menos 1 elemento no conforme en la muestra).

Cálculo de d: $d = Np = 3454 \times 0,002 = 6,908$, redondeado a la baja hasta el número entero más próximo = 6

Cálculo de n: $n = (N - d/2) (1 - \beta^{1/(d+1)}) = 2165$.

Este elevado valor muestra la gran dificultad práctica de utilizar un procedimiento que incluye la realización de pruebas destructivas para unos valores reducidos de p y β . Una inspección de este tipo tendrá un costo elevado. No obstante, ilustra la importancia de aplicar pruebas sencillas y no destructivas, aunque informativas, para cada elemento del lote; por ejemplo, observando si los extremos de las latas presentan abolladuras, lo que indicaría la existencia de un cierre hermético efectivo.

2.6 COSTO DEL MUESTREO

Se señala a la atención de los usuarios se centra en la relación existente entre la eficacia y el tamaño de la muestra. Para un determinado nivel de calidad aceptable (NCA), cuanto menor es el tamaño de la muestra, menor es el costo del muestreo, aunque la eficacia empeora; es decir, el riesgo de aceptar erróneamente un lote aumenta y se acentúan los efectos perjudiciales en el comercio (en particular, el productor debe afrontar grandes pérdidas económicas si se descubre que el lote no se ajusta a lo establecido).

Como ejemplo, para los planes de muestreo por atributos propuestos en 4.2.2.3 (cuadro 13, NCA = 6,5 %), el riesgo de los consumidores (P_{10}) aumenta de 40,6 % (n = 8) a 68,4 % (n = 2).

Asimismo, se señala a la atención de los usuarios la relación existente entre la eficacia y el NCA. Para un determinado tamaño de la muestra, cuanto menor es el NCA, mayor es la eficacia.

Como ejemplo, para una muestra de 20 elementos, el riesgo de los consumidores (P_{10}) aumenta de 10,9 % a 30,4 % entre los planes de muestreo por atributos propuestos en los párrafos 4.2.2.1 (cuadro 11, NCA = 0,65 %) y 4.2.2.3 (cuadro 13, NCA = 6,5 %).

Por tanto, para un determinado tamaño de muestra por los requisitos derivados del costo del análisis, la mejora de la eficacia de los planes de muestreo requiere la selección de planes con valores de NCA reducidos, de acuerdo con el producto.

Otra solución posible para la reducción del costo del muestreo es aplicar de planes de muestreo secuenciales o múltiples, que permiten, mediante un tamaño de muestra reducido, eliminar lotes de muy baja calidad. Esos planes están fuera del ámbito de aplicación de las presentes directrices (véanse las normas ISO pertinentes).

SECCIÓN 3: LA SELECCIÓN DE PLANES DE MUESTREO PARA LOTES INDIVIDUALES O AISLADOS OBJETO DE COMERCIO INTERNACIONAL

En esta sección se presenta el razonamiento teórico para la selección de planes de muestreo por atributos para lotes individuales o aislados objeto de comercio internacional. Asimismo, se establecen reglas para los procesos siguientes:

- inspección por atributos indexados por nivel de calidad límite (CL) (sección 3.1)
- inspección por atributos de dos o tres clases para las evaluaciones microbiológicas (sección 3.2)

3.1 PROCEDIMIENTOS DE MUESTREO PARA LA INSPECCIÓN POR ATRIBUTOS: PLANES DE MUESTREO INDEXADOS POR CALIDAD LÍMITE (CL) PARA LA INSPECCIÓN DE LOTES INDIVIDUALES

(Véase la norma ISO 2859/2-1985 (E))

Nota preliminar¹⁶: Habida cuenta de los requisitos relativos a las probabilidades de muestreo por atributos, los planes de esta sección permiten una elección racional entre los planes existentes en función del NCA, tal y como se define en la sección 4.2. Con el fin de asegurar su compatibilidad, se han seleccionado reglas parecidas para la aceptación/rechazo, así como categorías del tamaño del lote, tanto para esta sección como para la sección 4.2.

Esta norma ISO prevé planes de muestreo aplicables a lotes individuales (procedimiento A, 3.1.1) o lotes aislados de una serie (procedimiento B, 3.1.2) *en los que se excluyen las 'normas de variación del nivel de inspección' (véase la sección 2.2.16)*. En los dos procedimientos se emplea la calidad límite (CL; sección 2.2.5) como un indicador del porcentaje real de casos de no conformidad en los lotes presentados. El riesgo correspondiente del consumidor (la probabilidad de aceptar un lote con el nivel de calidad límite) suele ser inferior al 10 por ciento y siempre inferior al 13 por ciento.

El **procedimiento A** se emplea cuando *tanto el productor como el consumidor desean examinar el lote de forma aislada, y también se utiliza como procedimiento por defecto* (es decir, es el que se aplica a menos que existan instrucciones específicas relativas al uso del procedimiento B). El procedimiento A incluye planes *con número de aceptación cero* y tamaños de muestra basados en la distribución hipergeométrica de los resultados del muestreo. El **procedimiento B** se emplea cuando *el productor analiza el lote como un elemento que forma parte de una serie continua, pero el consumidor lo examina de manera aislada*. Este enfoque permite que el productor mantenga procedimientos de producción coherentes para una gran variedad de consumidores, mientras que el consumidor individual sólo se ve afectado por un lote concreto. El procedimiento B excluye los planes con números de aceptación cero y los sustituye por una evaluación en porcentaje.

¹⁶

De conformidad con el punto 7.1 de la norma ISO 2859-2.

Los procedimientos A y B pueden compararse de la forma siguiente:

Procedimiento A (procedimiento por defecto)	Procedimiento B
El productor y el consumidor examinan el lote de forma aislada	El productor considera que el lote forma parte de una serie continua El consumidor examina el lote de forma aislada
Está determinado por el tamaño del lote y la CL	Está determinado por el tamaño del lote, la CL y el nivel de inspección
<i>Incluye planes con número de aceptación cero</i>	Los planes con número de aceptación cero están excluidos
Los planes dobles y múltiples pueden emplearse como alternativas a los planes con número de aceptación cero	Los planes dobles y múltiples pueden emplearse como alternativas a los planes de muestreo simple

3.1.1 Procedimiento A: El productor y el consumidor examinan el lote de forma aislada

La aplicación del procedimiento A puede ilustrarse del siguiente modo:

Resumen del plan de muestreo

Establecer la CL



Seleccionar el tamaño de la muestra (n) y el número de aceptación (c) (cuadro A de la norma ISO 2859/2-1985 (E))
y tomar la muestra



Inspeccionar cada uno de los elementos de la muestra



Aceptar el lote si el número de elementos no conformes es $\leq c$

3.1.2 Procedimiento B: El productor analiza el lote como un elemento que forma parte de una serie continua: El consumidor examina el lote de forma aislada

La aplicación del procedimiento B puede resumirse del siguiente modo:

Resumen de los planes de muestreo

Establecer la CL



Seleccionar el nivel de inspección
(Cuadro I de la ISO 2859-1: 1989 (E) y cuadro B6 de la norma ISO 2859/2-1985(E))



Seleccionar el tamaño de la muestra, n, y el número de aceptación, c (cuadros B1-B10, norma ISO 2859/2-1985(E))
y tomar la muestra



Inspeccionar cada uno de los elementos de la muestra



Aceptar el lote si el número de elementos no conformes es $\leq c$

3.2 PLANES POR ATRIBUTOS DE DOS O TRES CLASES PARA EVALUACIONES MICROBIOLÓGICAS (VÉASE REFERENCIA 6.1)

3.2.1 Planes por atributos de dos clases

Los planes por atributos de dos clases constituyen una forma sencilla de inspección, *en la que el plan de muestreo se define mediante dos valores, n y c*. El valor n define el tamaño de la muestra en función del número de elementos, mientras que el valor c indica el número máximo de elementos no conformes admitido en la muestra. Cuando se lleva a cabo una evaluación microbiológica, la concentración máxima de microorganismos permitida en un elemento se representa mediante una m; se considerará no conforme a todo elemento contaminado que presente una concentración superior a m.

Para un valor determinado de c, el rigor (la probabilidad de rechazo) del plan aumentará a medida que lo haga n. Análogamente, para un valor determinado de n, el rigor aumentará a medida que c disminuya. A continuación se indica la ecuación de la CO de los planes mencionados:

$$P_A = P [x \leq c] = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

En que :

P_A = Probabilidad de aceptación del lote

p = Tasa de defectos en el lote, es decir, lotes en los que la concentración de microorganismos es superior a m

i y x son variables enteras y discretas, comprendidas entre 0 y c

$$C_n^i = \frac{n!}{i!(n-i)!}$$

La aplicación de un plan por atributos de dos clases puede resumirse de la forma siguiente:

Establecer los valores de m, n y c



Tomar la muestra de n elementos



Inspeccionar cada uno de los elementos de la muestra



Aceptar el lote si el número de elementos defectuosos es $\leq c$

EJEMPLO : Inspección de la presencia de *Salmonella* en verduras frescas

- Descripción de un plan de la Comisión Internacional sobre Especificaciones Microbiológicas para los Alimentos (ICMSF):

n = 5 = número de elementos de 25 g presentes en la muestra

m = contenido máximo de *Salmonella* admitido en cada elemento = 0 CFU en 25 g

c = 0 = número máximo de elementos de la muestra en los que la concentración x de *Salmonella* es superior que m (es decir, que se detecta la *Salmonella*).

El lote se aceptará cuando no se detecte la presencia de *Salmonella* en ningún elemento de la muestra y se rechazará en caso contrario.

- Resultado de la inspección:

A continuación figuran los resultados de las medidas realizadas en la muestra:

$x_1 =$ Se detecta *Salmonella*

$x_2 = 0$

$x_3 = 0$

$x_4 = 0$

$x_5 = 0$

Hay un elemento en el que se ha detectado *Salmonella* (es decir, cuya concentración de *Salmonella* era superior que m), por lo que se rechaza el lote.

3.2.2 Planes por atributos de tres clases¹⁷

Los planes por atributos de tres clases se definen mediante los valores n, c, m y M (véase más adelante) y se aplican a situaciones en las que la *calidad del producto puede dividirse en tres clases de atributos* de acuerdo con la concentración de microorganismos en la muestra:

- calidad inaceptable, con una concentración de microorganismos superior al valor M (que ningún elemento de la muestra debe superar).
- calidad buena, en la que la concentración no debe sobrepasar el valor m.
- calidad marginalmente aceptable. Algunos elementos marginales presentan una concentración superior a m pero inferior a M (esas concentraciones son indeseables, aunque pueden admitirse algunas de ellas; el número máximo aceptable se representa mediante una c).

El valor m es la concentración de microorganismos aceptable y factible en el alimento sujeto a inspección, como reflejan las buenas prácticas comerciales. Para los planes de tres clases se asignará a m un valor distinto de cero.

El valor M es un nivel de contaminación peligroso o inaceptable causado por prácticas higiénicas deficientes, incluido el almacenamiento incorrecto. El valor M puede seleccionarse de varias formas:

- como índice de ‘utilidad’ (deterioro o tiempo de conservación), que relaciona los niveles de contaminación con un deterioro perceptible (olor, sabor) o un tiempo de conservación excesivamente corto;
- como indicador higiénico general, que relaciona los niveles del contaminante indicador con unas condiciones higiénicas claramente inaceptables;
- como peligro para la salud, al relacionar los niveles de contaminación y con la enfermedad. Con ese fin puede emplearse una amplia variedad de datos, por ejemplo, datos epidemiológicos y datos experimentales sobre alimentación animal y humana.

Los valores m y M pueden ser independientes entre sí.

La elección de los valores n y c varía en función del rigor (probabilidad de rechazo) deseado. Para ‘casos’ rigurosos, el valor de n es elevado y el de c es bajo; para ‘casos’ poco rigurosos, el valor de n es bajo y el de c es alto. La elección de n suele basarse en un compromiso entre la probabilidad ideal de garantizar la seguridad del consumidor y el volumen de trabajo que el laboratorio puede afrontar.

El lote se rechazará de inmediato cuando la concentración de microorganismos en cualquier elemento de la muestra sea mayor que M.

A continuación se muestra la ecuación de la curva CO de los planes mencionados:

$$P_a = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i \left(\frac{P_m}{100}\right)^i \left(\frac{100 - P_d - P_m}{100}\right)^{n-i}$$

en que :

¹⁷ Para lotes no homogéneos (en especial, aquéllos en los que la distribución de la característica presenta varios picos), se deberá recurrir a un plan de muestreo estratificado.

P_a es la probabilidad de aceptación de un lote que presenta:

- un determinado porcentaje de elementos defectuosos (P_d) (un elemento defectuoso con una concentración de microorganismos mayor que M), es decir, lotes cuya concentración de microorganismos es superior a M , y
- un determinado porcentaje de elementos marginalmente aceptables (P_m) (un elemento ligeramente aceptable con una concentración de microorganismos comprendida entre m y M);

n es el número de elementos de la muestra

c es el número máximo permitido de elementos marginales.

La aplicación de un plan de muestreo por atributos de tres clases puede resumirse de la forma siguiente:

Establecer los valores de m , M , n , c



Tomar la muestra de n elementos



Inspeccionar cada elemento de la muestra



Aceptar el lote si el número de elementos marginalmente defectuosos (es decir, los que presentan una concentración de microorganismos comprendida entre m y M) es $\leq c$

Rechazar el lote de inmediato si la concentración de microorganismos en cualquier elemento es $> M$ y/o el número de elementos marginalmente defectuosos es $> c$.

EJEMPLO: Inspección de la concentración de microorganismos aerobios mesófilos en verduras frescas

- Descripción de un plan de la ICSMF:

$n = 5$ = número de elementos de la muestra

$m = 10^6$ CFU/g

$M = 5 \cdot 10^7$ CFU/g

$c = 2$ = número máximo permitido de elementos de la muestra con una concentración de microorganismos aerobios mesófilos comprendida entre m y M

El lote se aceptará si no hay ningún elemento que presenta una concentración superior a M y si el número máximo de elementos de la muestra con una concentración comprendida entre m y M es, a lo sumo, igual a c .

- Resultado de la inspección

A continuación figuran las medidas de la concentración en la muestra:

$$x_1 = 2 \cdot 10^7$$

$$x_2 = 2 \cdot 10^6$$

$$x_3 = 2 \cdot 10^7$$

$$x_4 = 2 \cdot 10^6$$

$$x_5 = 2 \cdot 10^6$$

En la muestra hay cinco elementos con una concentración de microorganismos aerobios mesófilos que está comprendida entre m y M ; como esta cifra es mayor que c , se rechazará el lote.

3.2.3 La aplicación de planes por atributos de dos y tres clases

Los planes por atributos de dos y tres clases resultan idóneos para los controles reglamentarios, las inspecciones en los puertos de entrada y otras situaciones orientadas a la protección del consumidor en las que se dispone de escasa información sobre el historial microbiológico del lote. Los planes no dependen del tamaño del lote si éste es grande en comparación con el tamaño de la muestra. La relación entre el tamaño de la muestra y el tamaño del lote sólo adquiere importancia cuando el tamaño de la muestra se aproxima a una décima parte del tamaño del lote, que es una situación muy poco frecuente en la inspección bacteriológica de alimentos.

Al seleccionar un plan, deben considerarse (i) la clase y la gravedad de los peligros que entrañan los microorganismos; y (ii) las condiciones previstas para la manipulación y el consumo del producto alimenticio tras el muestreo. En el cuadro 8 (de acuerdo con el cuadro 10 de la publicación de la ICMSF) se clasifican, de acuerdo con esos factores, 15 ‘casos’ distintos de planes de muestreo, cuyo rigor aumenta con la clase y el grado del peligro. El Caso 1 se refiere al plan menos severo, mientras que el Caso 15 representa el supuesto más riguroso. En el cuadro 8 se recomienda un plan de muestreo para cada uno de los 15 ‘casos’.

Cuadro 8: Clasificación de los planes de muestreo de acuerdo con el tipo de preocupación y peligro

Tipo de preocupación	Peligro reducido	Peligro invariado	Peligro mayor
No hay peligro directo para la salud (deterioro y tiempo de conservación)	n = 5, c = 3	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1
Peligro indirecto bajo para la salud (organismos indicadores)	n = 5, c = 3	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1
Peligro directo moderado para la salud (propagación limitada)	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1	n = 10, c = 1
Peligro directo moderado para la salud derivado de la posible propagación amplia en el alimento	n = 5, c = 0	n = 10, c = 0	n = 20, c = 0
Grave peligro directo para la salud	n = 15, c = 0	n = 30, c = 0	n = 60, c = 0

EJEMPLOS:

- (i) Se requiere un plan de muestreo para la inspección de la posible presencia de la bacteria *Escherichia coli* en el pescado fresco o congelado. La contaminación de pescado por esa bacteria se considera (1) un peligro indirecto bajo para la salud, que puede reducirse durante la manipulación del pescado. El pescado suele cocinarse antes de su consumo, por lo que la contaminación de pescado por E. Coli puede clasificarse como Caso 4 en el cuadro 10 y el plan de muestreo recomendado es un plan por atributos de 3 clases, en el que $n = 5$ y $c = 3$. (Se especificarán también los valores de m y M .)
- (ii) La contaminación de carne de cangrejo cocida por *Staphylococcus aureus* se considera (1) un peligro directo moderado para la salud derivado de la propagación limitada, que puede aumentar con la manipulación (Caso 9). Por tanto, el plan de muestreo adecuado para la inspección de *S. aureus* en la carne de cangrejo cocida es un plan de 3 clases, en el que $n = 10$ y $c = 1$. (Los valores de m y M también se especificarán.)
- (iii) La contaminación de productos de panadería congelados y listos para el consumo (con rellenos o coberturas poco ácidos o con un elevado contenido de agua) por *Salmonella* se considera un peligro directo moderado para la salud derivado de su posible propagación amplia en el alimento, que puede aumentar con la manipulación (Caso 12). En este ejemplo, un plan de 2 clases con $n = 20$ y $c = 0$ es el idóneo.

3.3 PLANES DE MUESTREO SIMPLE PARA UN CONTROL MEDIO (DESVIACIÓN NORMAL DESCONOCIDA)

Un control de ese tipo se realiza mediante una prueba cuyo objetivo es asegurar que, como promedio, el contenido de la característica analizada sea al menos igual a la cantidad indicada en la etiqueta del producto o a la establecida por un reglamento o un código de prácticas (p.ej. el peso neto, el volumen neto, ...).

Descripción de la prueba

n es el tamaño de la muestra, expresada en número de elementos, que se emplea en la prueba

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad \text{es el promedio muestral de los } n \text{ elementos de la muestra}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad \text{es la desviación normal de los valores de los elementos de la muestra.}$$

α es el grado de importancia de la prueba, es decir, la probabilidad de concluir erróneamente que el contenido medio de la característica objeto de la inspección es inferior al valor establecido cuando de hecho es mayor o igual.

t_α es el valor de la distribución t de Student, que tiene $n-1$ grados de libertad y corresponde al nivel de importancia α ¹⁸.

M es el valor establecido para el promedio del lote.

Reglas de decisión

El lote se aceptará si :

$$\bar{x} \geq M - \frac{t_\alpha \times s}{\sqrt{n}}$$

y se rechazará en caso contrario.

El cuadro que aparece a continuación ofrece los valores t de la distribución de Student para determinados tamaños de muestra y un α igual a 5 % y 0,5 %.

Número de muestras	Valor t ($\alpha = 5\%$)	Valor t ($\alpha = 0,5\%$)
5	2,13	4,60
10	1,83	3,25
15	1,76	2,98
20	1,73	2,86
25	1,71	2,80
30	1,70	2,76
35	1,69	2,73
40	1,68	2,71
45	1,68	2,69
50	1,68	2,68

¹⁸ α suele establecerse como 5% ó 0,5%.

SECCIÓN 4: LA SELECCIÓN DE PLANES DE MUESTREO PARA UNA SERIE CONTINUA DE LOTES DE UNA SOLA PROCEDENCIA

4.1 PRESENTACIÓN DE LA SECCIÓN 4

Por lo general, los planes de muestreo que se describen en las secciones 4.2 y 4.3 sólo se aplican a una serie continua de lotes de una sola procedencia. No obstante, los planes que se describen a continuación (incluidas las normas variación del nivel de inspección) pueden utilizarse cuando se han recogido datos sobre la calidad de lotes aislados durante un período prolongado de tiempo.

En esta sección se aborda la selección de planes de muestreo simple para la inspección del porcentaje de casos de no conformidad de una serie continua de lotes de una sola procedencia.

En la sección se recomiendan los planes de muestreo simple por atributos (sección 4.2) y por variables (sección 4.3)¹⁹ con sus características:

- Número de elementos de la muestra,
- Nivel de calidad aceptable (NCA),
- para planes por atributos: número de aceptación c , es decir, el número máximo de elementos no conformes en la muestra,
- para planes por variables: la constante de aceptación K debe incluirse en la fórmula de aceptación del lote,
- curvas características operativas.

Los planes se limitan a las características que figuran a continuación con el fin de mejorar la legibilidad del documento y de reducir al mínimo la dificultad de aplicación de dichos planes y el costo de inspección:

- NCA 0,65%, 2,5%, 6,5%
- n , número de elementos de la muestra, comprendido entre 2 y 50
- P_{10} = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10% de los casos = LQ
- P_{50} = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 50% de los casos
- P_{95} = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 95% de los casos

Los Comités del Codex y, si procede, los gobiernos, seleccionarán de entre estos planes de acuerdo con el objetivo de calidad que se hayan propuesto. Dicho nivel de calidad queda establecido por el nivel de calidad aceptable.

El nivel de calidad aceptable o CL más bajo se deduce de las características propias de la elección de n y del NCA.

Cada uno de los planes de muestreo que se recomiendan en la sección 4 incluye un cuadro con las características del plan (NCA, n = tamaño de la muestra, c = número de aceptación del lote, en el caso de planes por atributos, K = constante de aceptación, en el caso de planes por variables) y la probabilidad de aceptación del lote en función de la tasa de elementos no conformes en los lotes; en particular, la CL o la tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10 por ciento de los casos. Asimismo, todos los planes recomendados de acuerdo con el NCA y el tamaño n de la muestra se agrupan por NCA en un gráfico como el de la Figura 5, en el que se muestra la curva característica operativa (CO), que relaciona la tasa de elementos no conformes en el lote inspeccionado y la probabilidad de aceptación del lote.

El ejemplo que figura a continuación ilustra ese principio de presentación de los planes recomendados mediante tablas (Cuadro 9) y gráficos (Figura 5) de curvas CO para planes de muestreo simple por atributos, con un NCA = 6,5 %, $n = 2$, $c = 0$ y $n = 50$, $c = 7$.

¹⁹ Los planes de la sección 4.3.2 también pueden utilizarse para lotes aislados.

Cuadro 9: Probabilidad de aceptación del lote, plan de muestreo por atributos, NCA = 6,5 %

Tasa de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote					
	n = 2, c = 0 P ₉₅ = 2,53% P ₅₀ = 29,3% P ₁₀ = 68,4%	n = 8, c = 1 P ₉₅ = 2,64% P ₅₀ = 20% P ₁₀ = 40,6%	n = 13, c = 2 P ₉₅ = 6,63% P ₅₀ = 20% P ₁₀ = 36%	n = 20, c = 3 P ₉₅ = 7,13% P ₅₀ = 18,1% P ₁₀ = 30,4%	n = 32, c = 5 P ₉₅ = 8,5% P ₅₀ = 17,5% P ₁₀ = 27,1%	n = 50, c = 7 P ₉₅ = 8,2% P ₅₀ = 15,2% P ₁₀ = 22,4%
0%	100%	100%	100%	100%	100%	100%
5 %	90,3%	94,3%	97,5%	98,4%	99 %	99,7%
6,5%	87,4%	90,9%	95,2%	96,3%	98,4%	98,5%
10 %	81%	81,3%	86,6%	86,7%	90,6%	87,8%
20%	64%	50%	50%	41,1%	36%	19%
30 %	49%	25,5%	20,2%	10,7%	5,1%	0,7%
40%	36%	10,6%	5,8%	1,6%	0,3%	0%
50%	25%	3,5%	1,1%	0,1%	0%	0%
60 %	16%	0,9%	0,1%	0%	0%	0%
80%	4,0%	0%	0%	0%	0%	0%
90%	1%	0%	0%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

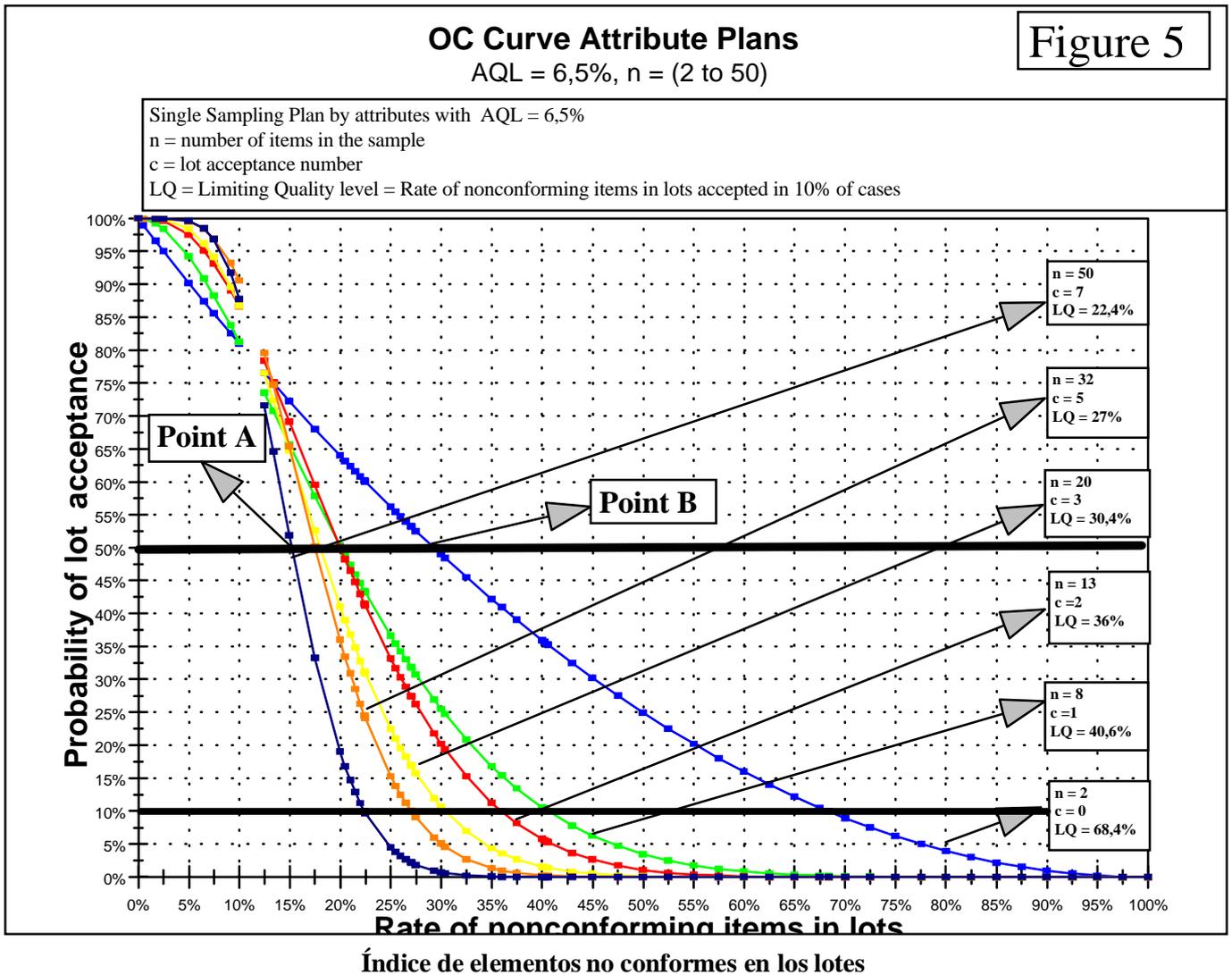
La Figura 5 reúne las curvas CO de esos planes por atributos, determinados por la norma ISO 2859-1.

La curva de la Figura 5, que incluye el punto A, corresponde a un lote analizado mediante una muestra de 50 elementos. El lote se aceptará en la inspección si en la muestra se detectan menos de 7 elementos defectuosos. La abscisa del punto A (15 %) corresponde a un lote con un 15 por ciento de elementos defectuosos, mientras que su ordenada (50 %) representa la probabilidad de aceptar ese lote.

La curva de la Figura 5, que incluye el punto B, corresponde a un lote analizado mediante una muestra de 2 elementos. El lote se aceptará en la inspección si en la muestra no se detectan elementos defectuosos. La abscisa del punto B (30 %) corresponde a un lote con un 30 por ciento de elementos defectuosos, mientras que su ordenada (50 %) representa la probabilidad de aceptar ese lote.

El gráfico muestra que, para un NCA constante, cuanto mayor sea el tamaño de la muestra, menor será el riesgo de que el consumidor acepte lotes con elevadas tasas de defectos.

Figura 5: curva CO, plan de muestreo por atributos, NCA = 6,5 %



Leyendas

Curva CO de planes por atributos

Figura 5

NCA = 6,5%, n = (2 a 50)

Plan de muestreo simple por atributos con NCA = 6,5%

n = número de elementos de la muestra

c = número de aceptación del lote

CL = nivel de calidad límite = índice de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10 por ciento de los casos

Probabilidad de aceptación del lote

Punto A

Punto B

Tasa de elementos no conformes en los lotes

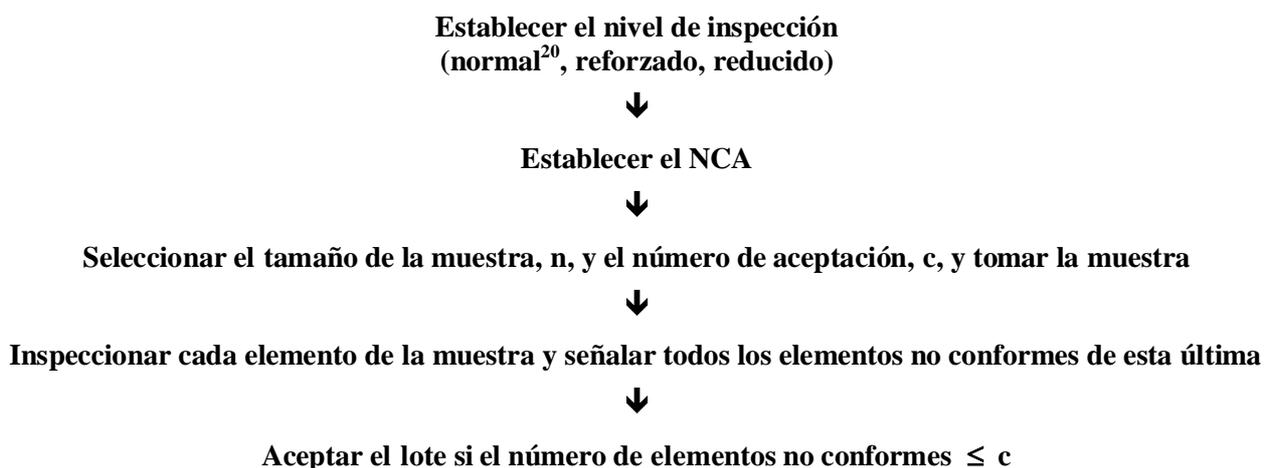
En las secciones 4.2.2.1 a 4.2.2.3 se ofrecen ejemplos de planes de muestreo que abarcan situaciones de inspección frecuentes, con un NCA = 0,65 % ó 2,5 % ó 6,5 %.

4.2 PLANES DE MUESTREO SIMPLE RECOMENDADOS PARA LA INSPECCIÓN DEL PORCENTAJE DE DEFECTOS POR ATRIBUTOS (TOMADOS DE LA NORMA ISO 2859-1: 1989)

4.2.1 Observación general

El principio de esos planes de muestreo se presenta en la sección 2.5.1.1.

La aplicación de los planes de muestreo por atributos de la norma ISO 2859-1 puede resumirse de la siguiente manera:



4.2.2 Planes por atributos recomendados

En el presente documento se recomiendan los planes de muestreo simple que figuran a continuación para abarcar las situaciones de inspección más frecuentes. Los planes se han tomado de la norma ISO 2859-1 y se caracterizan por un **NCA** (con unos valores para este último de 0,65 %, 2,5 % y 6,5 % que abarcan los casos más frecuentes), así como por **n**, el **tamaño de los elementos** de la muestra, y **c**, el criterio de aceptación, que determina el número máximo de elementos defectuosos permitido en la muestra para que se acepte el lote. Cada plan se acompaña de una tabla en la que se indica la probabilidad de aceptación de los lotes en función de la tasa de defectos en estos últimos. Por cada NCA se incluye un gráfico que resume las curvas CO de los planes recomendados correspondientes.

Las curvas CO se han construido punto por punto a partir de la ecuación siguiente:

$$P_A = P [x \leq c] = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

En que:

P_A = probabilidad de aceptación del lote

p = tasa de defectos en el lote

i y x son variables discretas y enteras comprendidas entre 0 y c

$$C_n^i = \frac{n!}{i!(n-i)!}$$

En el Cuadro 10 (tomado del Procedimiento N° 12 del Comité nórdico de análisis de los alimentos (NMKL), véase la referencia 5) se indica el número de elementos que deben someterse al muestreo para los distintos niveles de inspección, tamaños de lote y números de aceptación, para unos valores de NCA iguales a 0,65%, 2,5% y 6,5%, respectivamente. La tabla es una simplificación de un plan de muestreo simple por atributos de la norma ISO 2859-1 y considera tres niveles de inspección: reforzado, normal y reducido (véase 2.2.16).

²⁰ Los usuarios de los planes de muestreo deberán justificar cualquier nivel de inspección que difiera del control normal.

Cuadro 10. Plan de muestreo por atributos

Tamaño del lote	Nivel de inspección			
		Reducido	Normal	Reforzado
2-8	n	2	2	3
	c para NCA = 0,65	0	0	0
	c para NCA = 2,5	0	0	0
	c para NCA = 6,5	0	0	0
9-15	n	2	3	5
	c para NCA = 0,65	0	0	0
	c para NCA = 2,5	0	0	0
	c para NCA = 6,5	0	0	1
16-25	n	2	5	8
	c para NCA = 0,65	0	0	0
	c para NCA = 2,5	0	0	0
	c para NCA = 6,5	0	1	1
26-50	n	2	8	13
	c para NCA = 0,65	0	0	0
	c para NCA = 2,5	0	0	1
	c para NCA = 6,5	0	1	1
51 – 90	n	2	13	20
	c para NCA = 0,65	0	0	0
	c para NCA = 2,5	0	1	1
	c para NCA = 6,5	0	2	2
91 – 150	n	3	20	32
	c para NCA = 0,65	0	0	0
	c para NCA = 2,5	0	1	1
	c para NCA = 6,5	0	3	3
151 – 280	n	5	32	50
	c para NCA = 0,65	0	0	1
	c para NCA = 2,5	0	2	2
	c para NCA = 6,5	1	5	5
281 – 500	n	8	50	80
	c para NCA = 0,65	0	1	1
	c para NCA = 2,5	0	3	3
	c para NCA = 6,5	1	7	8
501 - 1 200	n	13	80	125
	c para NCA = 0,65	0	1	1
	c para NCA = 2,5	1	5	5
	c para NCA = 6,5	2	10	12
1 201 – 1 320	n	20	125	200
	c para NCA = 0,65	1	2	2
	c para NCA = 2,5	1	7	8
	c para NCA = 6,5	3	14	18
1 321 – 10 000	n	32	200	315
	c para NCA = 0,65	0	3	3
	c para NCA = 2,5	2	10	12
	c para NCA = 6,5	5	21	18

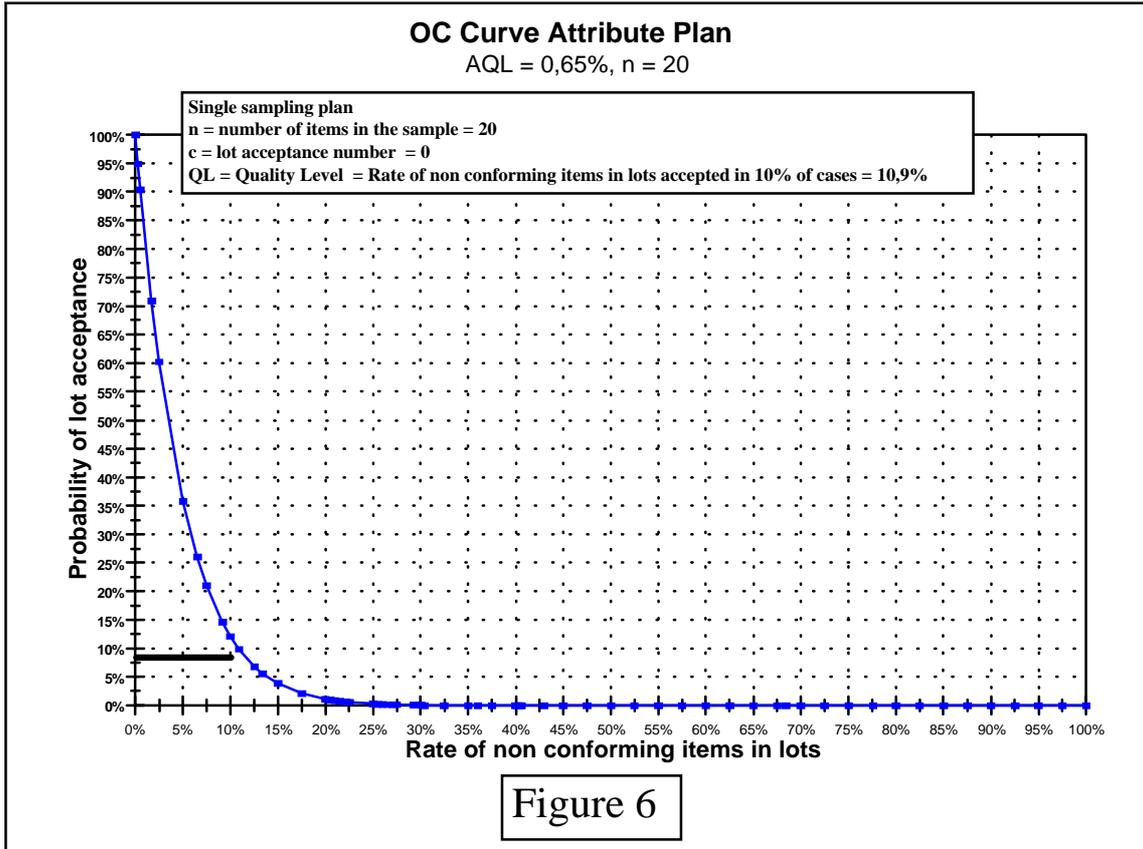
Cuadro 10 (continuación)

10 001 – 35 000	n	50	315	500
	c para NCA = 0,65	1	5	5
	c para NCA = 2,5	3	14	18
	c para NCA = 6,5	7	21	18
35 001 - 150 000	n	80	500	800
	c para NCA = 0,65	1	7	8
	c para NCA = 2,5	5	21	18
	c para NCA = 6,5	10	21	18
150 001 - 500 000	n	125	800	1 250
	c para NCA = 0,65	2	10	12
	c para NCA = 2,5	7	21	18
	c para NCA = 6,5	12	21	18
De 500 001 en adelante	n	200	1 250	2 000
	c para NCA = 0,65	3	14	18
	c para NCA = 2,5	10	21	18
	c para NCA = 6,5	12	21	18

4.2.2.1 Planes con NCA = 0,65 % (véanse el Cuadro 11 y la Figura 6)**Cuadro 11: Probabilidad de aceptación del lote, planes de muestreo por atributos, NCA = 0,65 %**

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal Código de letra F, NCA = 0,65%, n = 20, c = 0
0%	100%
0,05%	99%
0,25%	95%
0,525%	90%
0,65%	87,8%
1,43%	75%
3,41%	50%
5%	35,8%
6,7%	25%
10%	12,2%
10,9%	10%
13,9%	5%
15%	3,9%
20%	1,2%
20,6%	1%
30%	0,1%
35%	0%
100%	0%

Figura 6: curva CO, plan de muestreo por atributos, NCA = 0,65 %



Curva CO de un plan por atributos

Figura 6

NCA = 0,65%, n = 20

Plan de muestreo simple

n = número de elementos de la muestra = 20

c = número de aceptación del lote = 0

CL = nivel de calidad = índice de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10 por ciento de los casos = 10,9%

Probabilidad de aceptación del lote

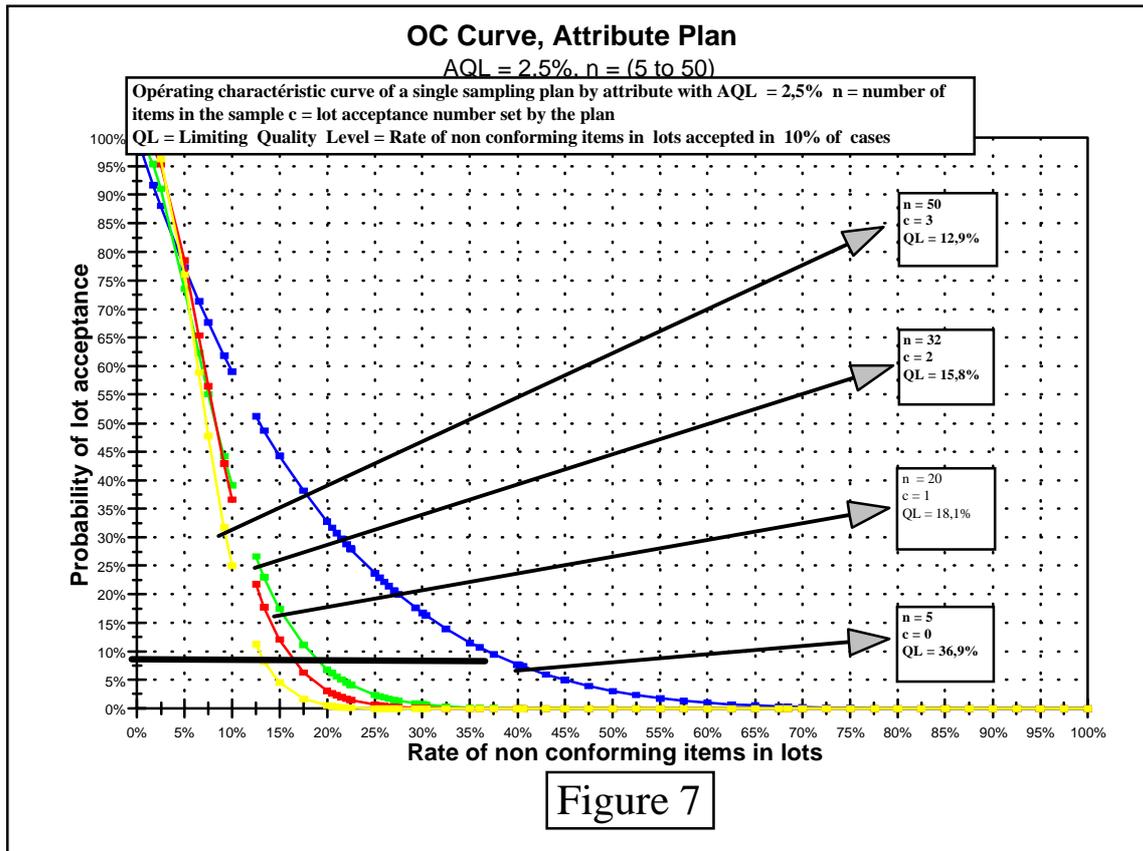
Tasa de elementos no conformes en los lotes

4.2.2.2 Planes para NCA = 2,5% (véanse el Cuadro 12 y la Figura 7)

Cuadro 12: Probabilidad de aceptación del lote para NCA = 2,5 %

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote			
	Plan de inspección normal			
	Código de letra C, NCA = 2,5%, n = 5, c = 0 P ₉₅ = 1,02% P ₅₀ = 12,2% P ₁₀ = 36,9%	Código de letra F, NCA = 2,5%, n = 20, c = 1 P ₉₅ = 1,8% P ₅₀ = 8,25% P ₁₀ = 18,1%	Código de letra G, NCA = 2,5%, n = 32, c = 2 P ₉₅ = 2,59% P ₅₀ = 8,25% P ₁₀ = 15,8%	Código de letra H, NCA = 2,5%, n = 50, c = 3 P ₉₅ = 2,77% P ₅₀ = 7,29% P ₁₀ = 12,9%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	95%	98,3%	99,6%	99,8%
2,5%	88,1%	91,2%	95,5%	96,4%
5%	77,4%	73,6%	78,6%	76%
10%	59%	39,2%	36,7%	25%
15%	44,4%	17,6%	12,2%	4,6%
20%	32,8%	6,9%	3,2%	0,6%
30%	16,8%	0,8%	0,1%	0%
40%	7,8%	0,1%	0%	0%
50%	3,1%	0%	0%	0%
≥100%	0%	0%	0%	0%

Figura 7: curva CO, plan de muestreo por atributos, NCA = 2,5 %



Curva CO de planes por atributos

Figura 7

NCA = 2,5%, n = (5 a 50)

Curva característica operativa de un plan de muestreo simple por atributos con NCA = 2,5%

n = número de elementos de la muestra y c = número de aceptación del lote determinado por el plan

CL = nivel de calidad límite = tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10 por ciento de los casos

Probabilidad de aceptación del lote

Tasa de elementos no conformes en los lotes

4.2.2.3 Planes para NCA = 6,5 % (véanse el Cuadro 13 y la Figura 8)

Cuadro 13: Probabilidad de aceptación del lote para NCA = 6,5 %

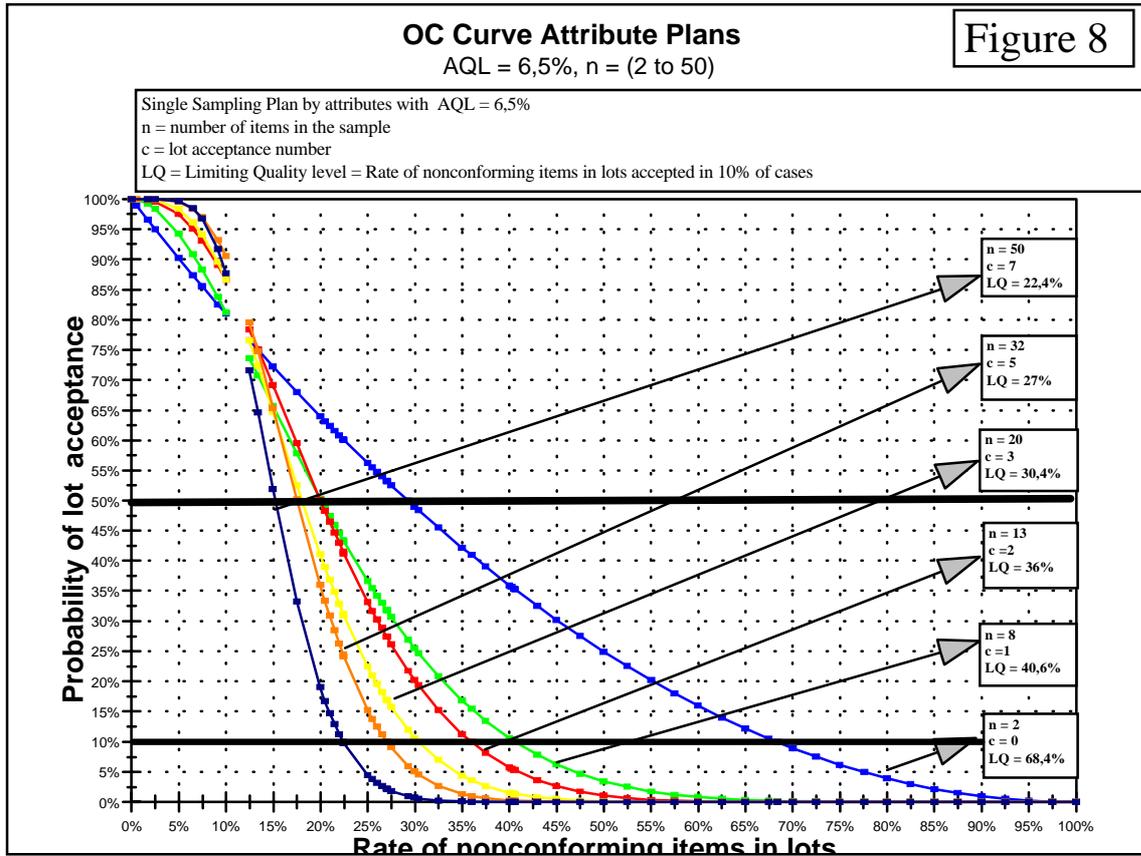
Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote					
	Plan de inspección normal					
	Código de letra A, NCA = 6,5% n = 2, c = 0 $P_{95}^{21} = 2,53\%$ $P_{50}^{22} = 29,3\%$ $P_{10}^{23} = 68,4\%$	Código de letra D, NCA = 6,5% n = 8, c = 1 $P_{95} = 2,64\%$ $P_{50} = 20\%$ $P_{10} = 40,6\%$	Código de letra E, NCA = 6,5% n = 13, c = 2 $P_{95} = 6,63\%$ $P_{50} = 20\%$ $P_{10} = 36\%$	Código de letra F, NCA = 6,5% n = 20, c = 3 $P_{95} = 7,13\%$ $P_{50} = 18,1\%$ $P_{10} = 30,4\%$	Código de letra G, NCA = 6,5% n = 32, c = 5 $P_{95} = 8,5\%$ $P_{50} = 17,5\%$ $P_{10} = 27,1\%$	Código de letra H, NCA = 6,5% n = 50, c = 7 $P_{95} = 8,2\%$ $P_{50} = 15,2\%$ $P_{10} = 22,4\%$
0%	100%	100%	100%	100%	100%	100%
5 %	90,3%	94,3%	97,5%	98,4%	99,1%	99,7%
6,5%	87,4%	90,9%	95,2%	96,3%	98,4%	98,5%
10 %	81%	81,3%	86,6%	86,7%	90,6%	87,8%
20%	64%	50%	50%	41,1%	36%	19%
30 %	49%	25,5%	20,2%	10,7%	5,1%	0,7%
40%	36%	10,6%	5,8%	1,6%	0,3%	0%
50%	25%	3,5%	1,1%	0,1%	0%	0%
60 %	16%	0,9%	0,1%	0%	0%	0%
80%	4,0%	0%	0%	0%	0%	0%
90%	1%	0%	0%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

²¹ P_{95} = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 95 por ciento de los casos

²² P_{50} = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 50 por ciento de los casos

²³ P_{10} = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10 por ciento de los casos

Figura 8: curva CO, plan de muestreo por atributos, NCA = 6,5 %



Curva CO de planes por atributos Figura 8

NCA = 6,5%, n = (2 a 50)

Plan de muestreo simple por atributos con NCA = 6,5%

n = número de elementos de la muestra

c = número de aceptación del lote

CL = nivel de calidad límite = tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10 por ciento de los casos

Probabilidad de aceptación del lote

Tasa de elementos no conformes en los lotes

4.2.2.4 Normas y procedimientos de variación del nivel de inspección (véase la cláusula 9.3; ISO 2859-1:1989(E))

Inspección reforzada

Al realizar de una inspección normal, se deberá recurrir a la inspección reforzada cuando en el control inicial se hayan considerado inaceptables dos lotes de cinco o menos lotes consecutivos (sin tener en cuenta los lotes que se han vuelto a presentar). La inspección normal sólo podrá restablecerse cuando se admitan cinco lotes sucesivos en la inspección reforzada.

Cuando se realiza una inspección reforzada, el plan de muestreo adecuado para ella se selecciona mediante el procedimiento descrito en la sección 4.1, si bien se emplea el cuadro II-B de la ISO 2859-1: 1989 (E) para la selección de n y Ac . En general, un plan reforzado tiene el mismo tamaño de muestra que el plan normal correspondiente, pero un número de aceptación menor. Sin embargo, si el número de aceptación de la inspección normal es 1 ó 0, el reforzamiento se efectúa manteniendo del número de aceptación y aumentando del tamaño de la muestra.

Inspección reducida

Al realizar una inspección normal, se podrá recurrir a la inspección reducida si se cumplen las condiciones siguientes:

- a) los 10 (o más) lotes precedentes han sido sometidos a una inspección normal y todos ellos han pasado el control inicial; y
- b) el número total de unidades no conformes (o casos de no conformidad) en las muestras de los 10 lotes precedentes (o de cualquier otro número utilizado para la condición a) anterior) es menor o igual al 'número límite' apropiado que figura en la Tabla VIII de la norma ISO 2859-1: 1989 (E); y
- c) la producción se encuentra en una situación de 'ritmo constante' (es decir, no se ha registrado ninguna interrupción tal que permita invalidar el argumento de que la calidad actual es buena porque los antecedentes inmediatos también lo son y de que todos los factores susceptibles de afectar a la calidad del producto se han mantenido constantes); y
- d) la inspección reducida se considera conveniente por parte de la autoridad competente.

En estas circunstancias, los costos de la inspección pueden recortarse mediante el empleo de planes de muestreo de inspección reducida, cuyos tamaños de muestra suelen limitarse a dos quintas partes del tamaño de los planes de inspección normal correspondientes. Cuando se realiza una inspección reducida, se selecciona el plan de muestreo adecuado para ella mediante el procedimiento descrito en la sección 4.1, salvo que se emplea la Tabla II-C de la norma ISO 2859-1: 1989 (E) para la selección de n y Ac .

Se deberá volver a la inspección normal cuando no se acepte un lote en la inspección reducida o si la producción dejar de ser regular o se retrasa, así como cuando se den otras condiciones que puedan invalidar la condición de ritmo constante.

Interrupción de la inspección

Cuando se aplique la inspección reforzada, los procedimientos de aceptación de la norma ISO 2859 deberán interrumpirse cuando no se acepten cinco o más lotes, y tengan que rechazarse todos los productos de la misma procedencia. La importación y la inspección no se reanudarán hasta que la autoridad competente tenga la certeza de que el fabricante ha adoptado las medidas necesarias para mejorar la calidad del producto presentado. Deberá aplicarse luego la inspección reforzada según se ha descrito anteriormente.

4.3 PLANES DE MUESTREO SIMPLE PARA LA INSPECCIÓN POR VARIABLES PARA EL PORCENTAJE DE CASOS DE NO CONFORMIDAD

(Véase la norma ISO 3951: 1989 (E))

4.3.1 Observación general

El principio de estos planes de muestreo se presenta en la sección 2.5.1.2.

La aplicación de los planes de muestreo por variables de la norma ISO 3951 puede resumirse como sigue:

**Seleccionar el método ‘s’ (desviación normal desconocida) o
el método ‘σ’ (desviación normal estable y conocida)**



Establecer el nivel de inspección
(normal, reforzado, reducido)



Establecer el NCA



Seleccionar el tamaño de la muestra (n) y la constante de aceptabilidad (k) y recoger la muestra



Medir la característica x en cada elemento de la muestra

4.3.1.1 Regla de decisión para el método ‘s’ (véase el Cuadro 4)

a) calcular el promedio muestral, \bar{x} , y

b) calcular la desviación normal estimada, $s = \sqrt{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$

c) véase el Cuadro 4.

4.3.1.2 Reglas de decisión para el método ‘σ’ (véase el Cuadro 3)

(Este método solo deberá emplearse cuando existan pruebas válidas de que la desviación normal del proceso puede considerarse constante y adoptado como ‘σ’. En este caso, las autoridades de control comprobarán por un medio apropiado la pertinencia del valor de σ elegido por los profesionales)

a) calcular el promedio muestral \bar{x}

b) véase el Cuadro 3

4.3.2 Planes de muestreo por variables recomendados: método s

4.3.2.1 Observación general

En esta sección se recomiendan los planes de muestreo simple que figuran a continuación aplicables a las situaciones de inspección más frecuentes. Esos planes se han tomado de la norma ISO 3951 y se caracterizan por su NCA (0,65 % y 6,5 %, para abarcar los casos más frecuentes), así como por n, el tamaño de los elementos de la muestra, y K, la constante de aceptación. Cada plan se acompaña de una tabla que indica la probabilidad de aceptación de los lotes en función de la tasa de defectos en estos últimos. Para cada NCA se incluye un gráfico en que se representan las curvas CO de los planes recomendados correspondientes.

Las curvas CO se han tratado punto por punto a partir de las tablas de valores de la norma ISO 3951.

En el Cuadro 14 (del procedimiento NMKL N°12, véase la referencia 5) se indica el número de elementos que han de someterse a muestreo para diversos tamaños de lote y niveles de inspección (inspección normal, reforzada y reducida). Asimismo, se indica la constante de aceptación, K, para un NCA igual a 0,65%, 2,5% y 6,5%, respectivamente. Los NCA bajos (0,65%) deben aplicarse para los defectos críticos, mientras que el NCA más elevado deberá aplicarse para parámetros de composición. El Cuadro 14 es una simplificación del “método s” que figura en la norma ISO 3951:1989.

CUADRO 14: PLANES DE MUESTREO POR VARIABLES CON DESVIACIÓN NORMAL DESCONOCIDA

Tamaño del lote	n y k para diversos NCA (%)	Nivel de inspección		
		Reducida	Normal	Reforzada
2 - 8	n	3	3	4
	k para 0,65	1,45	1,65	1,88
	k para 2,5	0,958	1,12	1,34
	k para 6,5	0,566	0,765	1,01
9 - 15	n	3	3	5
	k para 0,65	1,45	1,65	1,88
	k para 2,5	0,958	1,12	1,40
	k para 6,5	0,566	0,765	1,07
16 - 25	n	3	4	7
	k para 0,65	1,45	1,65	1,88
	k para 2,5	0,958	1,17	1,50
	k para 6,5	0,566	0,814	1,15
26 - 50	n	3	5	10
	k para 0,65	1,45	1,65	1,98
	k para 2,5	0,958	1,24	1,58
	k para 6,5	0,566	0,874	1,23
51 - 90	n	3	7	15
	k para 0,65	1,45	1,75	2,06
	k para 2,5	0,958	1,33	1,65
	k para 6,5	0,566	0,955	1,30
91 - 150	n	3	10	20
	k para 0,65	1,45	1,84	2,11
	k para 2,5	0,958	1,41	1,69
	k para 6,5	0,566	1,03	1,33
151 - 280	n	4	15	25
	k para 0,65	1,45	1,91	2,14
	k para 2,5	1,01	1,47	1,72
	k para 6,5	0,617	1,09	1,35
281 - 500	n	5	20	35
	k para 0,65	1,53	1,96	2,18
	k para 2,5	1,07	1,51	1,76
	k para 6,5	0,675	1,12	1,39
501 - 1 200	n	7	35	50
	k para 0,65	1,62	2,03	2,22
	k para 2,5	1,15	1,57	1,80
	k para 6,5	0,755	1,18	1,42
1 201 - 1 320	n	10	50	75
	k para 0,65	1,72	2,08	2,27
	k para 2,5	1,23	1,61	1,84
	k para 6,5	0,828	1,21	1,46
1 321 - 10 000	n	15	75	100
	k para 0,65	1,79	2,12	2,29
	k para 2,5	1,30	1,65	1,86
	k para 6,5	0,886	1,24	1,48

Cuadro 14 (continuación)

10 001 - 35 000	n	20	100	150
	k para 0,65	1,82	2,14	2,33
	k para 2,5	1,33	1,67	1,89
	k para 6,5	0,917	1,26	1,51
35 001 - 150 000	n	25	150	200
	k para 0,65	1,85	2,18	2,33
	k para 2,5	1,35	1,70	1,89
	k para 6,5	0,936	1,29	1,51
150 001 - 500 000	n	35	200	200
	k para 0,65	1,89	2,18	2,33
	k para 2,5	1,39	1,70	1,89
	k para 6,5	0,969	1,29	1,51
De 500 001 en adelante	n	50	200	200
	k para 0,65	1,93	2,18	2,33
	k para 2,5	1,42	1,70	1,89
	k para 6,5	1,00	1,29	1,51

4.3.2.2 Planes de muestreo por variables (método s), NCA = 0,65 % (véanse el Cuadro 15 y las figuras 9 & 10)

Cuadro 15: Probabilidad de aceptación del lote para un NCA = 0,65 %, plan de muestreo por variables (método s)

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal			
	Código de letra D, NCA = 0,65%, n = 5, K = 1,65 P ₉₅ ²⁴ = 0,28% P ₅₀ ²⁵ = 6,34% P ₁₀ ²⁶ = 25,9%	Código de letra E, NCA = 0,65%, n = 7, K = 1,75 P ₉₅ = 0,32% P ₅₀ = 4,83% P ₁₀ = 18,6%	Código de letra F, NCA = 0,65%, n = 10, K = 1,84 P ₉₅ = 0,36% P ₅₀ = 3,77% P ₁₀ = 13,2%	Código de letra G, NCA = 0,65%, n = 15, K = 1,91 P ₉₅ = 0,45% P ₅₀ = 3,09% P ₁₀ = 9,4%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	96%	96%	97,5%	98%
2%	94%	94%	92,5%	95%
3%	86%	86%	86%	86%
4%	82%	82%	80%	78%
5%	78%	76%	73%	70%
6%	74%	70%	66%	62%
7%	69%	66%	59%	54%
8%	66%	60%	54%	46%
9%	61%	56%	48%	39%
10%	58%	52%	42%	34%
15%	42%	34%	23%	14%
20%	30%	21%	12%	5%
25%	23%	13%	6%	1,5%

²⁴ P₉₅ = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 95% de los casos

²⁵ P₅₀ = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 50% de los casos

²⁶ P₁₀ = Tasa de elementos no conformes en lotes aceptados en el 10% de los casos

30%	15%	8%	2%	0%
35%	10%	5%	1%	0%
40%	6%	2%	0%	0%
45%	4%	1%	0%	0%
50%	2%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%

Cuadro 15 (continuación)

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal			
	Código de letra H, NCA = 0,65%, n= 20, K =1,96 P ₉₅ = 0,49% P ₅₀ = 2,69% P ₁₀ = 7,46%	Código de letra I, NCA = 0,65%, n= 25, K =1,98 P ₉₅ = 0,56% P ₅₀ = 2,53% P ₁₀ = 6,46%	Código de letra J, NCA = 0,65%, n= 35, K =2,03 P ₉₅ = 0,60% P ₅₀ = 2,21% P ₁₀ = 5,1%	Código de letra K, NCA = 0,65%, n= 50, K =2,08 P ₉₅ = 0,64% P ₅₀ = 1,94% P ₁₀ = 4,03%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	84%	84%	84%	84%
2%	63%	62%	56%	48%
3%	44%	40%	32%	22%
4%	32%	28%	19%	10%
5%	24%	18%		4%
6%	16%	12%	6%	
7%	12%	8%	3,5%	1%
8%	8%	6%	2%	0,5%
9%	6%	4%	1%	
10%	4%	2%	0%	0%
15%	0%	0%	0%	0%

Figura 9: curva CO, plan de muestreo por variables, método s, NCA = 0,65 %, n = 5 a 15

Curva CO, plan de muestreo por variables, método s, NCA = 0,65%, n comprendido entre 5 y 15

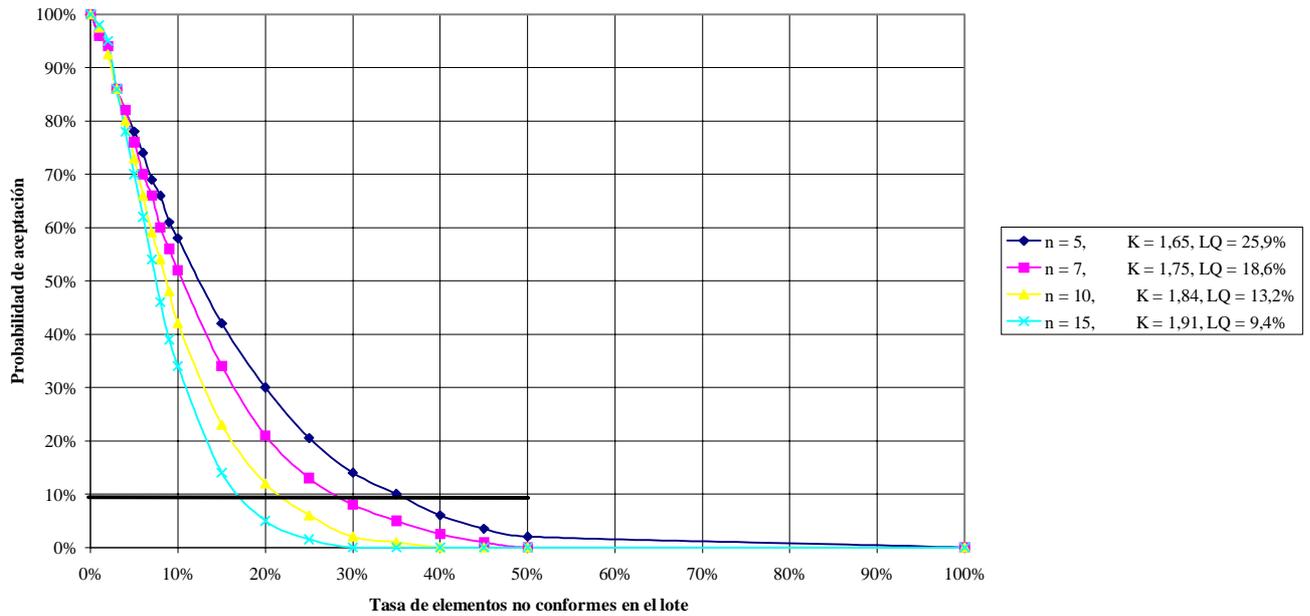
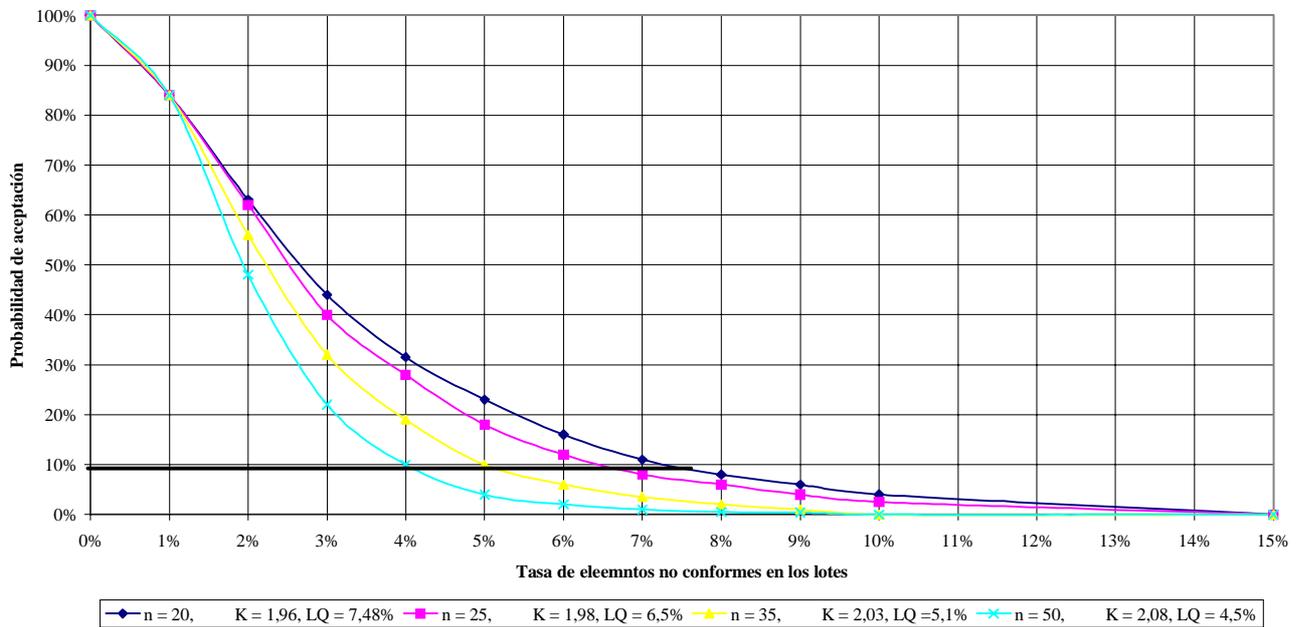


Figura 10: Curva CO, plan de muestreo por variables, método s, NCA = 0,65 %, n = 20 a 50

Curva CO, plan de muestreo por variables, método s, NCA = 0,65 %, n = 20 a 50



4.3.2.3 Planes de muestreo por variables (método s), NCA = 2,5% (véanse el Cuadro 16 y las figuras 11 y 12)

Cuadro 16: Probabilidad de aceptación del lote, planes de muestreo por variables (método s), NCA = 2,5 %

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal			
	Código de letra D, NCA = 2,5%, n= 5, K =1,24 P ₉₅ = 1,38% P ₅₀ = 12,47% P ₁₀ = 35%	Código de letra E, NCA = 2,5%, n= 7, K =1,33 P ₉₅ = 1,5% P ₅₀ = 10,28% P ₁₀ = 27,4%	Código de letra F, NCA = 2,5%, n= 10, K =1,41 P ₉₅ = 1,61% P ₅₀ = 8,62% P ₁₀ = 21,4%	Código de letra G, NCA = 2,5%, n= 15, K =1,47 P ₉₅ = 1,91% P ₅₀ = 7,5% P ₁₀ = 16,8%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	96%	96%	97,5%	99%
2%	94%	94%	92,5%	95%
3%	86%	86%	86%	86%
4%	82%	82%	80%	78%
5%	78%	76%	73%	70%
6%	74%	70%	66%	62%
7%	69%	66%	59%	54%
8%	66%	60%	54%	46%
9%	61%	56%	48%	39%
10%	58%	52%	42%	34%
15%	42%	34%	23%	14%
20%	30%	21%	12%	5%
25%	23%	13%	6%	1,5%
30%	15%	8%	2%	0%
40%	6%	2%	0%	0%
45%	4%	1%	0%	0%
50%	2%	0%	0%	0%
60%	0,5%	0%	0%	0%

Cuadro 16 (continuación)

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal			
	Código de letra H, NCA = 2,5%, n= 20, K =1,51 P ₉₅ = 2,07% P ₅₀ = 6,85% P ₁₀ = 14,2%	Código de letra I, NCA = 2,5%, n= 25, K =1,53 P ₉₅ = 2,23% P ₅₀ = 6,54% P ₁₀ = 12,8%	Código de letra J, NCA = 2,5%, n= 35, K =1,57 P ₉₅ = 2,38% P ₅₀ = 6% P ₁₀ = 10,9%	Código de letra K, NCA = 2,5%, n= 50, K =1,61 P ₉₅ = 2,51% P ₅₀ = 5,48% P ₁₀ = 8,7%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	99%	99%	99%	99%
2%	95%	94%	94%	98%
3%	88%	88%	90%	90%
4%	78%	78%	75%	75%
5%	68%	66%	62%	58%
6%	58%	56%	50%	40%
7%	49%	44%	38%	28%
8%	40%	36%	25,5%	18%
9%	32%	28%	20%	11%
10%	26%	22,5%	14%	8%
12%	17%	12%	6%	2%
13%	13%	10%	4%	1%
14%	10%	7%	3%	0%
15%	8%	5%	0%	0%
20%	2%	1%	0%	0%
25%	0%	0%	0%	0%

Figura 11: Curva CO, plan de muestreo por variables, NCA = 2,5 %, n = 5 a 15

Curva CO de un plan de muestreo por variables, NCA = 2,5%, n comprendido entre 5 y 15

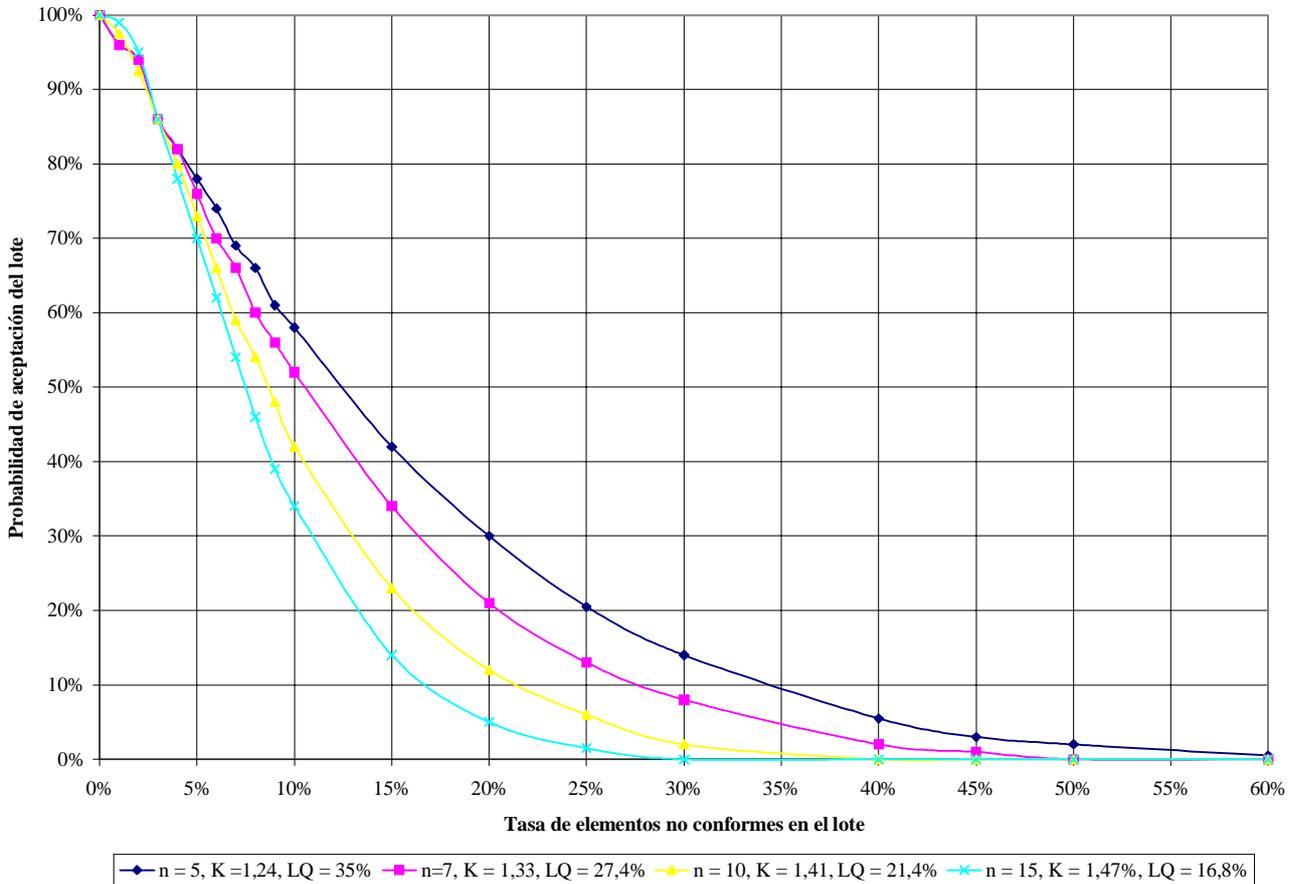
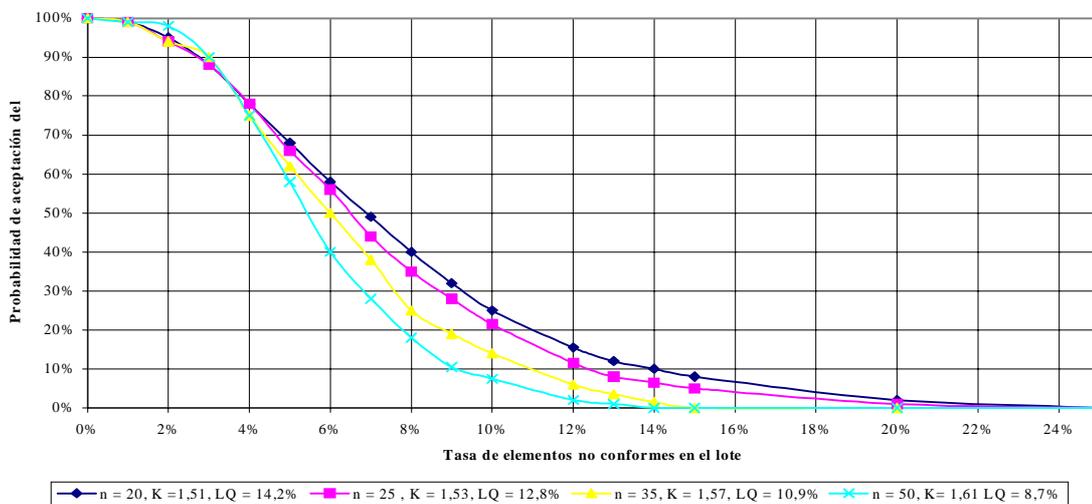


Figura 12: Curva CO, plan de muestreo por variables, NCA = 2,5 %, n = 20 a 50

Curva CO de un plan de muestreo por variables, método s, NCA = 2,5%, n comprendido entre 20 y 50



4.3.3 Planes de muestreo por variables recomendados: método σ

4.3.3.1 Observación general

En el presente documento se recomiendan los planes de muestreo simple que figuran a continuación aplicables a las situaciones de inspección más frecuentes. Esos planes han tomado de la norma ISO 3951 y se caracterizan por un NCA (0,65 % y 2,5 %, para abarcar los casos más frecuentes), así como n , el tamaño de los elementos de la muestra y K , la constante de aceptación. Cada plan se acompaña de una tabla que indica la probabilidad de aceptación de los lotes en función de la tasa de defectos en estos últimos. Para cada NCA se incluye un gráfico en el que se representan las curvas CO de los planes recomendados correspondientes.

Las curvas CO se han tratado punto por punto a partir de la siguiente ecuación:

$$u_{PA} = \sqrt{n} \times (u_{1-p} - K)$$

En que:

u_{PA} es el fractil del orden de P_A de la ley normal centrada reducida,

P_A es la probabilidad de aceptación de un lote con una tasa de defectos igual a p

U_{1-p} es el fractil del orden de $1-p$ de la ley normal centrada reducida,

p es la tasa de defectos aceptada en el lote con la probabilidad de P_A .

En el Cuadro 17 (de NMKL N° 12, referencia 5 y la norma ISO 3951) se indica, para una inspección normal por variables (método σ), la correspondencia preferible para una protección mejor del consumidor (véase el párrafo 2.2.18) entre el tamaño del lote, el código de letra del tamaño del lote, el tamaño de la muestra n y la constante de aceptación K , para determinados NCA.

CUADRO 17. PLANES DE MUESTREO POR VARIABLES CON DESVIACIÓN NORMAL CONOCIDA

Tamaño del lote	NCA (%)	Nivel de inspección		
		Reducida n/k	Normal n/k	Reforzada n/k
2 - 8	0,65	2 / 1,36	2 / 1,58	2 / 1,81
	2,5	2 / 0,936	2 / 1,09	2 / 1,25
	6,5	3 / 0,573	3 / 0,755	2 / 0,936
9 - 15	0,65	----	----	2 / 1,81
	2,5	----	----	2 / 1,33
	6,5	----	----	3 / 1,01
16 - 25	0,65	----	----	2 / 1,81
	2,5	----	----	3 / 1,44
	6,5	----	----	4 / 1,11
26 - 50	0,65	----	2 / 1,58	3 / 1,91
	2,5	----	3 / 1,17	4 / 1,53
	6,5	----	3 / 0,825	5 / 1,20
51 - 90	0,65	----	3 / 1,69	5 / 2,05
	2,5	----	4 / 1,28	6 / 1,62
	6,5	----	5 / 0,919	8 / 1,28
91 - 150	0,65	----	4 / 1,80	6 / 2,08
	2,5	----	5 / 1,39	8 / 1,68
	6,5	----	6 / 0,991	10 / 1,31
151 - 280	0,65	----	5 / 1,88	8 / 2,13
	2,5	----	7 / 1,45	10 / 1,70
	6,5	----	9 / 1,07	13 / 1,34
281 - 500	0,65	2 / 1,42	7 / 1,95	10 / 2,16
	2,5	3 / 1,01	9 / 1,49	14 / 1,75
	6,5	4 / 0,641	12 / 1,11	18 / 1,38
501 - 1 200	0,65	3 / 1,69	8 / 1,96	14 / 2,21
	2,5	4 / 1,11	11 / 1,51	19 / 1,79
	6,5	5 / 0,728	15 / 1,13	25 / 1,42
1 201 - 3 200	0,65	4 / 1,69	11 / 2,01	21 / 2,27
	2,5	5 / 1,20	15 / 1,56	28 / 1,84
	6,5	7 / 0,797	20 / 1,17	36 / 1,46
1 320 - 10 000	0,65	6 / 1,78	16 / 2,07	27 / 2,29
	2,5	8 / 1,28	22 / 1,61	36 / 1,86
	6,5	11 / 0,877	29 / 1,21	48 / 1,48
10 001 - 35 000	0,65	7 / 1,80	23 / 2,12	40 / 2,33
	2,5	10 / 1,31	32 / 1,65	54 / 1,89
	6,5	14 / 0,906	42 / 1,24	70 / 1,51
35 001 - 150 000	0,65	9 / 1,83	30 / 2,14	54 / 2,34
	2,5	13 / 1,34	42 / 1,67	71 / 1,89
	6,5	17 / 0,924	55 / 1,26	93 / 1,51
150 001 - 500 000	0,65	12 / 1,88	44 / 2,17	54 / 2,34
	2,5	18 / 1,38	61 / 1,69	71 / 1,89
	6,5	24 / 0,964	82 / 1,29	93 / 1,51
De 500 001 en adelante	0,65	17 / 1,93	59 / 2,18	54 / 2,34
	2,5	25 / 1,42	81 / 1,70	71 / 1,89
	6,5	33 / 0,995	109 / 1,29	93 / 1,51

4.3.3.2 Planes de muestreo por variables (método σ), NCA = 0,65 % (véanse el Cuadro 18 y las figuras 13 y 14)

Cuadro 18: Probabilidad de aceptación del lote, planes de muestreo por variables, método σ , NCA = 0,65 %

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal			
	Código de letra E, NCA = 0,65%, n= 3, K =1,69 P ₉₅ = 0,32% P ₅₀ =4,55% P ₁₀ = 18,6%	Código de letra F, NCA = 0,65%, n= 4, K =1,80 P ₉₅ = .0,36% P ₅₀ =3,6% P ₁₀ = 13,2%	Código de letra G, NCA = 0,65%, n= 5, K =1,88 P ₉₅ = 0,45% P ₅₀ =3% P ₁₀ = 9,41%	Código de letra H, NCA = 0,65%, n= 7, K =1,95 P ₉₅ = .0,49% P ₅₀ =2;56% P ₁₀ = 7,46%
0%	100%	100%	100%	100%
0,65%	91,5%	91,4%	91,2%	92,1%
1%	86,5%	85,4%	84%	84,1%
2%	73,5%	69,4%	65,1%	60,8%
3%	62,9%	56,4%	50%	42,7%
4%	54,2%	46,1%	38,6%	29,9%
5%	46,9%	37,8%	29,9%	20,9%
6%	40,7%	31,2%	23,3%	14,7%
7%	35,5%	25,8%	18,3%	10,4%
8%	31,1%	21,5%	14,4%	7,4%
9%	27,3%	17,9%	11,4%	5,3%
10%	24%	15%	9%	3,8%
15%	12,9%	15%	2,9%	0,8%
17 %	10%	4,5%	1,9%	0,4%
20%	7,1%	2,8%	1%	0%
25%	3,9%	1,2%	0,3%	0%
30%	2,2%	0,5%	0%	0%
35%	1,2%	0,2%	0%	0%
40%	0,6%	0,1%	0%	0%
45%	0,3%	0%	0%	0%
50%	0,2%	0%	0%	0%
60%	0%	0%	0%	0%

Cuadro 18 (continuación)

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal				
	Código de letra J, NCA = 0,65%, n= 11, K =2,01 P ₉₅ = 0,36% P ₅₀ =2,22% P ₁₀ = 5,1%	Código de letra K, NCA = 0,65%, n= 16, K =2,07 P ₉₅ = 0,64% P ₅₀ =1,92% P ₁₀ = 4,03%	Código de letra L, NCA = 0,65%, n= 23, K =2,12 P ₉₅ = 0,7% P ₅₀ =1,7% P ₁₀ = 3,24%	Código de letra M, NCA = 0,65%, n= 30, K =2,14 P ₉₅ = 0,74% P ₅₀ =1,6% P ₁₀ = 2,88%	Código de letra N, NCA = 0,65%, n= 44, K =2,17 P ₉₅ = 0,77% P ₅₀ =1,5% P ₁₀ = 2,36%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
0,65%	94,2%	95,1%	95,6%	97%	98,1%
1%	85,3%	84,7%	83,4%	84,6%	85%
2%	55,8%	47,4%	37,8%	31,8%	22%
3%	33,4%	22,5%	13%	7,8%	2,8%
4%	19,5%	10%	4,1%	1,6%	0,3%
5%	11,3%	4,5%	1,3%	0,3%	0%
6%	6,5%	2%	0,4%	0,1%	0%
7%	3,8%	0,9%	0,1%	0%	0%
8%	2,2%	0,4%	0%	0%	0%
9%	1,3%	0,2%	0%	0%	0%
10%	0,8%	0,1%	0%	0%	0%
15%	0,1%	0%	0%	0%	0%
16%	0%	0%	0%	0%	0%

Figura 13: Curva CO, plan de muestreo por variables, método σ , NCA = 0,65 %, n = 3 a 11

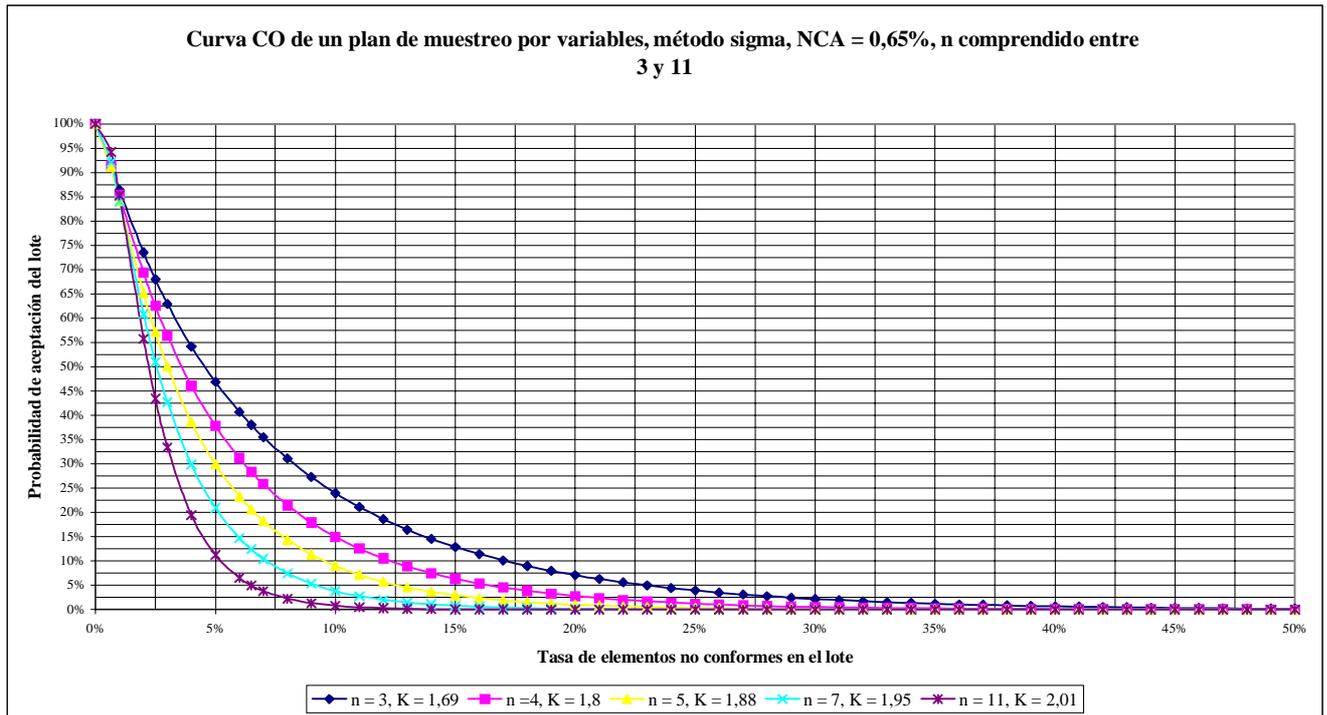
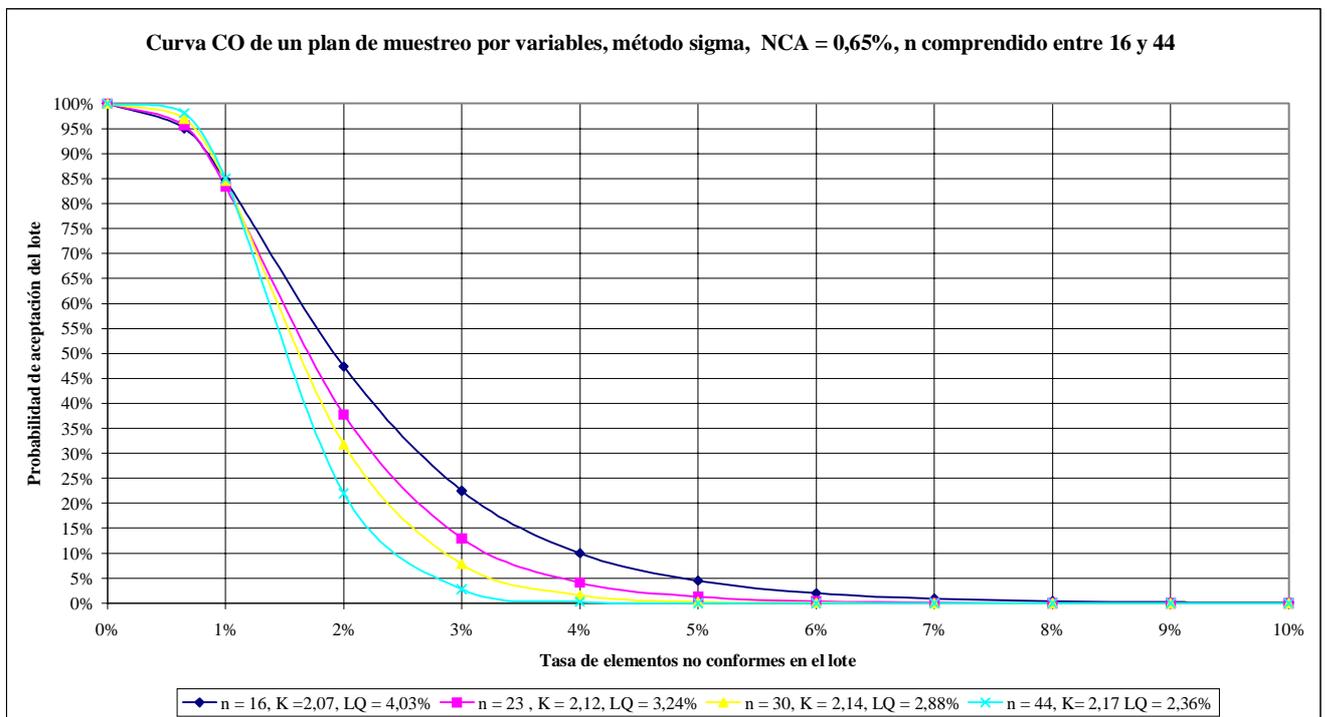


Figura 14: Curva CO, plan de muestreo por variables, método σ , NCA = 0,65 %, n = 16 a 44



4.3.3.3 Planes de muestreo por variables (método σ), NCA = 2,5 % (véanse el Cuadro 19 y las figuras 15 y 16)

Cuadro 19: Probabilidad de aceptación del lote, planes de muestreo por variables, método σ , NCA = 2,5 %

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal				
	Código de letra D, NCA = 2,5%, n= 3, K =1,17 P ₉₅ = 1,38% P ₅₀ =12,1% P ₁₀ = 35%	Código de letra E, NCA = 2,5%, n= 4, K =1,28 P ₉₅ = 1,5% P ₅₀ =10% P ₁₀ = 27,4%	Código de letra F, NCA = 2,5%, n= 5, K =1,39 P ₉₅ = 1,65% P ₅₀ =8,23% P ₁₀ = 21,4%	Código de letra G, NCA = 2,5%, n= 7, K =1,45 P ₉₅ = 1,91% P ₅₀ =7,35% P ₁₀ = 16,8%	Código de letra H, NCA = 2,5%, n= 9, K =1,49 P ₉₅ = 2,07% P ₅₀ =6,81% P ₁₀ = 14,2%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
1%	97,7%	98,2%	98,2%	99%	99,4%
2%	73,5%	93,9%	93,1%	94,5%	95,5%
3%	93,7%	88,5%	86,4%	87,3%	87,9%
4%	84,3%	82,7%	79%	78,7%	78,3%
5%	79,5%	76,7%	71,6%	69,7%	67,9%
6%	74,7%	70,9%	64,4%	60,9%	57,7%
7%	70,2%	65,2%	57,6%	52,7%	48,3%
8%	65,8%	59,9%	51,3%	45,3%	39,9%
10%	57,7%	50%	40,4%	32,8%	26,6%
15%	40,9%	31,3%	21,5%	13,7%	8,7%
20%	28,5%	19%	10%	5,4%	2,6%
25%	19,5%	11,3%	5,5%	2%	0,7%
30%	13,2%	6,5%	2,6%	0,7%	0,2%
35%	8,7%	3,7%	1,2%	0,2%	0%
40%	5,6%	2%	0,6%	0,1%	0%
45%	3,5%	1%	0,2%	0%	0%
50%	2,1% %	0,5%	0,1%	0%	0%
60%	0,7%	0,1%	0%	0%	0%
65%	0,4%	0%	0%	0%	0%
70%	0,2%	0%	0%	0%	0%
75%	0,1%	0%	0%	0%	0%
80%	0%	0%	0%	0%	0%
	0%	0%	0%	0%	0%

Cuadro 19 (continuación)

Tasas de defectos en los lotes	Probabilidad de aceptación del lote Plan de inspección normal				
	Código de letra I, NCA = 2,5%, n= 11, K =1,51 P ₉₅ = 2,23% P ₅₀ =6,55% P ₁₀ = 12,8%	Código de letra J, NCA = 2,5%, n= 15, K =1,56 P ₉₅ = 2,38% P ₅₀ =5,94% P ₁₀ = 10,8%	Código de letra K, NCA = 2,5%, n= 22, K =1,61 P ₉₅ = 2,51% P ₅₀ =5,37% P ₁₀ = 9,23%	Código de letra L, NCA = 2,5%, n= 32, K =1,65 P ₉₅ = 2,62% P ₅₀ =5% P ₁₀ = 7,82%	Código de letra M, NCA = 2,5% n= 42, K =1,67 P ₉₅ = 2,73% P ₅₀ =4,75% P ₁₀ = 7,11%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
1%	99,7%	99,9%	99,9%	99,9%	99,9%
2%	96,4%	97,2%	98,1%	98,3%	99,4%
3%	89,1%	89,3%	89,8%	90,4%	91,4%
4%	78,8%	77%	74,5%	71,6%	69,9%
5%	67,3%	62,9%	56,5%	50%	43,5%
6%	55,9%	49,2%	39,8%	29,5%	22,8%
7%	45%	37,2%	26,5%	16,2%	10%
8%	36,4%	27,4%	16,8%	8,3%	4,3%
9%	28,7%	19,8%	10,3%	4%	1,6%
10%	22,4%	14%	6,2%	1,9%	0,6%
11%	17,4%	10%	3,6%	0,8%	0,2%
13%	10%	4,7%	1,2%	0,2%	0%
15%	5,8%	2,1%	0,4%	0%	0%
20%	1,3%	0,3%	0%	0%	0%
25%	0,3%	0%	0%	0%	0%
30%	0,1%	0%	0%	0%	0%
31%	0%	0%	0%	0%	0%

Figura 15: Curva CO, plan de muestreo por variables, método σ , NCA = 2,5 %, n = 3 a 9

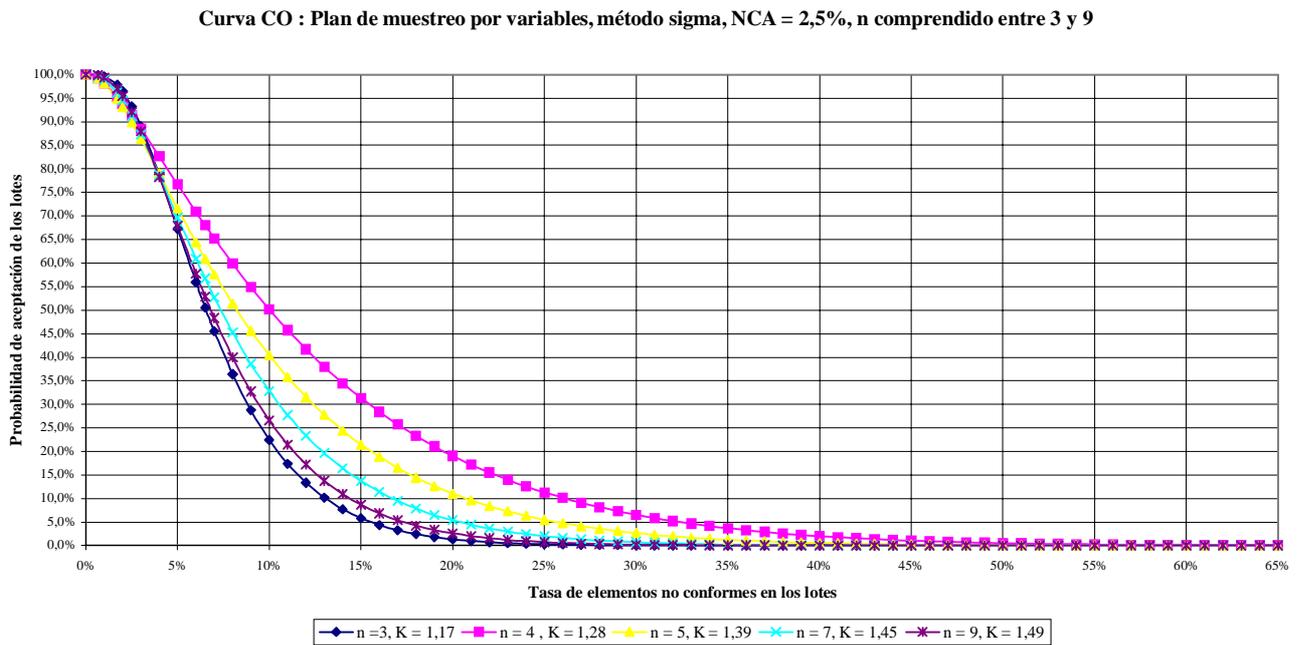
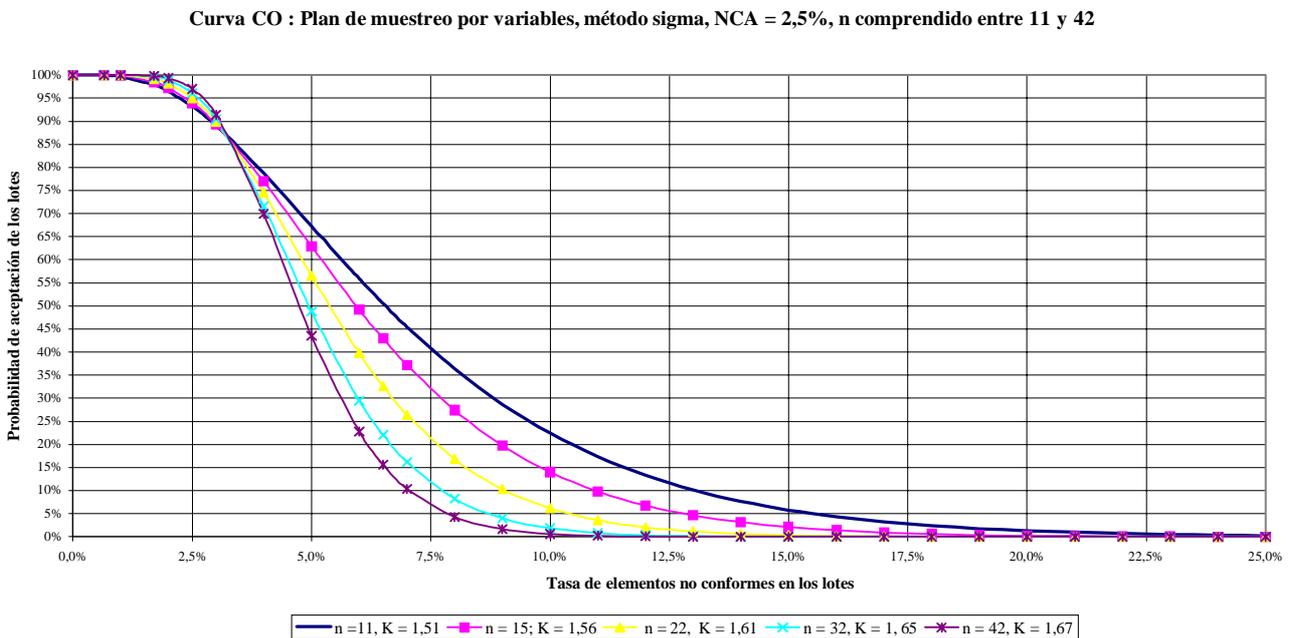


Figura 16: Curva CO, plan de muestreo por variables, método σ , NCA = 2,5 %, n = 11 a 42



4.3.4 Reglas y procedimientos de transición entre niveles de inspección distintos

(Véase el artículo 19 de la norma ISO 3951)

En algunas ocasiones, la transición a una inspección reforzada, que puede determinar el rechazo de los lotes inspeccionados es obligatoria. No obstante, la transición a una inspección reducida para un nivel inferior al NCA cuando la calidad media del proceso es estable, es facultativa, a discreción de la autoridad competente. Si aplicando las tablas de inspección se deduce que hay pruebas suficientes de que la variabilidad se ajusta a los criterios estadísticos, se puede pasar del método s al método σ utilizando el valor de σ en lugar de s (para más detalles, véanse la cláusula 2.2 y el Anexo A de la norma ISO 3951).

Por supuesto, la variación del nivel de inspección implicará el cambio del plan de muestreo (tamaño de la muestra, número de aceptación).

A no ser que se determine otra cosa, al principio del control se aplicará la inspección normal, que se prolongará a lo largo del proceso hasta que se requiera una inspección reforzada o, por el contrario, esté justificada la aplicación de una inspección reducida.

La inspección reforzada se aplicará cuando de 5 lotes sucesivos no se acepten 2 lotes presentados para la inspección normal inicial. La inspección reforzada podrá abandonarse cuando en la primera inspección reforzada se hayan aceptado 5 lotes sucesivos; se vuelve luego, a la inspección normal.

Se podrá proceder a una inspección reducida cuando en la inspección normal se hayan aceptado 10 lotes sucesivos en las condiciones siguientes:

- esos 10 lotes se habrían aceptado si el NCA se hubiera definido como el valor inmediatamente inferior al establecido por el plan (véanse los cuadros 2 y 3 de la norma ISO 3951 : 1989);
- la producción se somete a control estadístico;
- los usuarios de los planes consideran conveniente la inspección reducida;

Es obligatorio interrumpir la inspección reducida y reanudar la inspección normal si en la primera inspección de los lotes se registra una de las condiciones siguientes:

- no se acepta un lote;
- la producción experimenta retrasos o irregularidades;
- otras condiciones (cambio de proveedor, empleados o máquinas...) que determinan la necesidad de volver a una inspección normal.

4.4 PLANES DE MUESTREO SIMPLE PARA UN CONTROL DEL PROMEDIO

4.4.1 Desviación normal desconocida

Este tipo de control se realiza mediante una prueba cuyo objetivo es asegurar que, como promedio, el contenido de la característica analizada sea al menos igual a la cantidad indicada en la etiqueta del producto o a la cantidad establecida por un reglamento o un código de prácticas (p.ej. peso neto, volumen neto,...).

Descripción de la prueba

n es el tamaño de la muestra utilizada para la prueba, expresado en número de elementos

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$ es el promedio muestral de los n elementos de la muestra

$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$ es la desviación normal de los valores de los elementos de la muestra.

α es el nivel de relevancia de la prueba, es decir, la probabilidad de que se concluya erróneamente que el contenido medio de la característica controlada es inferior al valor establecido cuando, en realidad, es igual o superior.

t_α es el valor de t en la distribución de Student con $n-1$ grados de libertad correspondiente al nivel de relevancia α ²⁷.

M es el valor establecido para el promedio del lote.

Reglas de decisión

El lote se aceptará si:

²⁷ α se establece en general en 5% ó 0,5%.

$$\bar{x} \geq M - \frac{t_{\alpha} \times s}{\sqrt{n}}$$

y se rechazará en caso contrario.

En la tabla que figura a continuación se indican los valores de t en la distribución de Student para algunos tamaños de muestra seleccionados y para un α de 5 % y 0,5 %.

Número de muestras	Valor t ($\alpha = 5\%$)	Valor t ($\alpha = 0,5\%$)
5	2,13	4,60
10	1,83	3,25
15	1,76	2,98
20	1,73	2,86
25	1,71	2,80
30	1,70	2,76
35	1,69	2,73
40	1,68	2,71
45	1,68	2,69
50	1,68	2,68

4.4.2 Desviación normal conocida

Descripción de la prueba

n es el tamaño de la muestra utilizada para la prueba, expresado en número de elementos

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

es el promedio muestral de los n elementos de la muestra

σ es la desviación normal conocida.

α es el nivel de relevancia de la prueba, es decir, la probabilidad de que se concluya erróneamente que el contenido medio de la característica controlada es inferior al valor establecido cuando, en realidad, es igual o superior.

u_{α} es el valor de la distribución normal correspondiente al nivel de relevancia α ²⁸ ($u_{0,05} = 1,645$, $u_{0,005} = 2,576$).

M es el valor establecido para el promedio del lote.

Reglas de decisión

El lote se aceptará si:

$$\bar{x} \geq M - \frac{u_{\alpha} \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

y se rechazará en caso contrario.

²⁸

α se establece en general en 5% ó 0,5%.

SECCIÓN 5: LA SELECCIÓN DE PLANES DE MUESTREO PARA LA INSPECCIÓN POR VARIABLES DE PRODUCTOS A GRANEL: DESVIACIÓN NORMAL CONOCIDA

(ver ISO/FDIS 10725 e ISO 11 648-1)

5.1 CONSIDERACIÓN GENERAL

Normalmente, los planes de muestreo que se describen en la sección 5.1 deberían aplicarse solamente a una serie continua de lotes de una sola procedencia. Sin embargo, los planes que describen a continuación pueden aplicarse cuando se han recogido datos de lotes aislados de una procedencia, que describen la desviación normal de la característica de calidad durante un período largo de tiempo.

En este proyecto de norma se aborda la necesidad de planes de muestreo por variables, para situaciones en que la estimación de la media del lote respecto de una única característica de calidad es el principal factor en la determinación de la aceptabilidad del lote. Los planes de muestreo en esta norma abordan situaciones en que se da una distribución normal de la característica de calidad. Sin embargo, los usuarios no deberían preocuparse excesivamente de una desviación respecto de la normalidad, ya que la distribución del promedio general de la muestra suele ser muy cercana a la distribución normal, salvo que los tamaños de muestra sean demasiado pequeños.

La norma puede aplicarse a:

- *una serie continua de lotes*
- *lotes aislados (en que el valor de cada desviación normal de la característica de calidad se considera conocida y estable; por ejemplo, cuando un lote aislado con respecto al comprador puede ser parte de una serie continua de lotes producidos por el proveedor)*
- cuando la característica de calidad especificada χ es medible en una escala continua
- cuando la característica de calidad es estable y se conoce la desviación normal
- a una variedad de productos a granel, incluidos líquidos, sólidos (gránulos o polvo), emulsiones y suspensiones
- cuando se especifica un solo límite de especificación (sin embargo, en circunstancias especiales, la norma es aplicable cuando se especifican límites de especificación dobles)

5.2 PROCEDIMIENTOS DE MUESTREO NORMALIZADOS PARA LA INSPECCIÓN DE LOTES INDIVIDUALES

Los procedimientos incluidos en cada paso se pueden resumir como sigue:

- **Selección de un plan de muestreo**

La selección de un plan de muestreo incluye los siguientes pasos, especialmente para la inspección de productos a granel:

- El establecimiento de *desviaciones normales, costes, tipo de riesgo del productor, tipo de riesgo del consumidor y distancia de discriminación (ver definiciones en 2.2.12)*

Si los diagramas de control tanto de la desviación normal de la muestra compuesta (S_c) como de la desviación normal de la muestra de ensayo (S_r) no contienen puntos “fuera de control” y si ninguna otra prueba suscita dudas de su estabilidad, se puede considerar que todas las desviaciones normales son estables. Los métodos para la confirmación y nuevo cálculo de las desviaciones normales, incluida la utilización de diagramas de control, se exponen en la cláusula 12 de la ISO/CD 10725-2.3.

- La especificación del *valor o valores de aceptación*

Valor de aceptación

Cuando se especifica un límite de especificación inferior, el valor de aceptación inferior se determina mediante la ecuación:

$$\bar{x}_L = m_A - 0.562D$$

Cuando se especifica un límite de especificación superior, el valor de aceptación superior se determina mediante la ecuación:

$$\bar{x}_U = m_A + 0.562D$$

en que m_A es el riesgo del productor

D es la distancia de discriminación.

- **Extracción de incrementos del lote**

Debería utilizarse un dispositivo adecuado de muestreo junto con el muestreo representativo para lograr n_i incrementos (i es el incremento del rango i)

- **Preparación de una o más muestras compuestas**

Se suman los n incrementos para obtener n_c muestras compuestas (un procedimiento recomendado y económico es la preparación de muestras *duplicadas* combinando todos los incrementos impares, para obtener la primera muestra compuesta; y todos los incrementos pares, para obtener la segunda muestra compuesta)

- **Preparación de muestras de ensayo**

Se preparan n_i muestras de ensayo, de masa y tamaño de partícula especificados a partir de cada muestra compuesta, utilizando procedimientos adecuados de aplastamiento/molienda, y de división y mezclado de la muestra

- **Extracción de porciones de ensayo para su medición**

De cada muestra de ensayo se extraen n_m porciones de ensayo de masa especificada

- **Medición de la característica de calidad especificada de las porciones de ensayo**

Se realiza una sola medición en cada porción de ensayo, para obtener $n_c \cdot n_i \cdot n_m$ mediciones por lote

- **Determinación de la aceptabilidad de un lote**

El promedio general de la muestra (\bar{x}) se calcula a partir de los n_c promedios de muestra compuesta (que se calculan a partir de los n_i promedios de muestras de ensayo que, a su vez, se calculan a partir de los n_m resultados de las mediciones)

◦ Cuando se especifica un solo límite de especificación inferior:

Aceptar el lote si $\bar{x} \geq \bar{x}_L$

Rechazar el lote si $\bar{x} < \bar{x}_L$

◦ Cuando se especifica un límite de especificación superior:

Aceptar el lote si $\bar{x} \leq \bar{x}_U$

Rechazar el lote si $\bar{x} > \bar{x}_U$

◦ Cuando se especifican límites de especificación dobles:

Aceptar el lote si $\bar{x}_L \leq \bar{x} \leq \bar{x}_U$

Rechazar el lote si, $\bar{x} < \bar{x}_L$, o $\bar{x} > \bar{x}_U$

SECTION 6: BIBLIOGRAFÍA

1. Micro-organisms in Foods. 2. Sampling for microbiological análisis: Principles and specific applications; International Commission on Microbiological Specifications for Foods, ICMSF, 1986, ISBN 0-632-015 67-5.
2. Cochran, WG: Sampling Techniques, 3rd Edition, Wiley, New York, 1977
3. Duncan, AJ: Quality Control and Industrial Statistics, 5th Edition, Irwin, Homewood, IL, 1986
4. Montgomery, DC: Introduction to Statistical Quality Control, 4th Edition, Wiley, New York, 2000
5. NMKL No 12: Guide on Sampling for Analysis of Foods, 2002

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN (En el Trámite 5 del Procedimiento)

Introducción

Es importante y es un requisito del ISO/IEC 17025:1999 que los analistas estén al corriente de la incertidumbre asociada con todo resultado analítico y estimen esa incertidumbre. La incertidumbre en la medición puede calcularse mediante diversos procedimientos. Para los fines del Codex es necesario que los laboratorios de análisis de alimentos sean en control¹, utilicen métodos sometidos a ensayos en colaboración, siempre que estén disponibles², y verifiquen la aplicación de dichos métodos antes de utilizarlos habitualmente. Esos laboratorios tienen pues a su disposición una variedad de datos analíticos de los que pueden servirse para estimar la incertidumbre en sus mediciones.

Terminología

La definición aceptada de “incertidumbre en la medición” es la siguiente:

"Parámetro, asociado con el resultado de una medición, característico de la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente a lo que se mide."

NOTAS:

1. El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica (o un determinado múltiplo de ella), o la mitad de la anchura de un intervalo con un grado de confianza declarado.
2. La incertidumbre de la medición comprende, en general, muchos elementos. Algunos de ellos pueden evaluarse a partir de la distribución estadística de los resultados de una serie de mediciones y caracterizarse mediante desviaciones típicas experimentales. Los demás elementos, que también pueden caracterizarse mediante desviaciones típicas, se evalúan a partir de supuestas distribuciones de las probabilidades, basadas en la experiencia o en otra información.
3. Queda entendido que el resultado de una medición es la mejor estimación posible del valor de lo que se mide, y que todos los elementos de la incertidumbre, incluidos los que derivan de efectos sistemáticos, como por ejemplo los asociados con correcciones y normas de referencia, contribuyen a la dispersión.

Recomendaciones

Se hacen las siguientes recomendaciones a los gobiernos:

1. Para los fines del Codex deberá utilizarse la expresión “incertidumbre en la medición”.
2. Es necesario estimar la incertidumbre en la medición asociada con todos los resultados analíticos, que deberá ponerse a disposición de los usuarios (clientes) de los resultados, cuando se solicite.
3. La incertidumbre en la medición de un resultado analítico puede estimarse mediante diversos procedimientos, en particular los descritos por la ISO (1) y el EURACHEM (2). En esos documentos se recomiendan procedimientos basados en un enfoque por componentes, datos sobre validación de métodos, datos sobre control interno de la calidad y datos sobre pruebas de aptitud. No es necesario emprender una estimación de la incertidumbre en la medición [o “confiabilidad de la medición”]aplicando el enfoque por componentes de la ISO cuando los otros tipos de datos están

¹ Como especificado en las Directrices del Codex GL 27-1997 "Directrices para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos".

² Cuando no es posible realizar estudios inter-laboratorios, se debería encontrar un sustituto satisfactorio para la reproducibilidad, tal como la reproducibilidad intra-laboratorio, o una aproximación tal como el criterio de Horwitz.

disponibles y se utilizan para estimar la incertidumbre. En muchos casos se puede determinar la incertidumbre general mediante un estudio entre cierto número de laboratorios (en colaboración), mediante una serie de matrices de la UIQPA/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) o mediante los Protocolos ISO 5725 (4).

Referencias

1. “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”, ISO, Geneva, 1993.
2. EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty In Analytical Measurement (Second Edition), EURACHEM Secretariat, BAM, Berlin, 2000. Puede bajarse gratuitamente de <http://www.eurachem.ul.pt/>
3. “Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies”, ed. W. Horwitz, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 331-343.
4. “Precision of Test Methods”, Geneva, 1994, ISO 5725. Las ediciones anteriores se publicaron en 1981 y 1986.

ESTADO DE RATIFICACIÓN DE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO

- A. Comité del Codex sobre Grasas y Aceites
- B. Comité del Codex sobre Productos del Cacao y el Chocolate
- C. Comité del Codex sobre Leche y Productos Lácteos
- D. Comité del Codex sobre Pescado y Productos Pesqueros
- E. Grupo de Acción Intergubernamental Especial sobre Zumos (Jugos) de Frutas y Hortalizas
- F. Métodos generales para la detección de alimentos irradiados
- G. Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios y Contaminantes de los Alimentos
- H. Comité del Codex sobre Frutas y Hortalizas Elaboradas

A. COMITÉ DEL CODEX SOBRE GRASAS Y ACEITES

Proyecto de Norma para Grasas para Untar y Mezclas de Grasas para Untar (en el Trámite 6)

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Grasas para Untar y Mezclas de Grasas para Untar	Plomo	UIQPA 2.632, AOAC 994.02 o ISO 12193: 1994 (en revisión) o AOCS Ca 18c-91.	Espectrofotometría de absorción atómica (horno de grafito)		II	R
	Arsénico	AOAC 986.15	EAA	Sujeto a la finalización de las disposiciones para el arsénico	II	RT
	Contenido de grasa de leche	UIQPA 2.310, AOAC 990.27 o AOCS Ca 5c-87 (97)	Gravimetría seguida por cromatografía de gases	El CCFO deberá proporcionar los cálculos sobre el método aplicado al ácido butírico	I	RT
	Vitamina A	AOAC 992.04	CLAR		II	R
	Vitamina D	AOAC 981.17	CLAR		II	R
	Vitamina E	UIQPA 2.432 o ISO 9936: 1997	CLAR		II	R

B. COMITÉ DEL CODEX SOBRE PRODUCTOS DEL CACAO Y EL CHOCOLATE**Proyecto de Norma para el Chocolate y los Productos del Chocolate (en el Trámite 8)**

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Chocolate y Productos del Chocolate	Materia grasa de la leche	IOCCC 5-1962 AOAC 945.34; 925.41B; 920.80	Titulometría/destilación		I	R
Chocolate y Productos del Chocolate	Grasas vegetales distintas de la manteca de cacao		Véase más abajo		I	R

1. Determinación del núcleo y del revestimiento del chocolate relleno

Todos los métodos aprobados para el tipo de chocolate utilizado para el revestimiento y los métodos aprobados para el tipo de relleno.

2. Determinación de la grasa vegetal distinta de la manteca de cacao en el chocolate y los productos del chocolate

Los métodos de análisis siguientes son los mejores disponibles a la fecha. Se requiere su mejoramiento sistemático. Se deberá presentar la documentación que identifique el tipo de mezcla comercial de grasas vegetales distintas de la manteca de cacao cuando lo exijan las autoridades competentes.

Detección de las grasas vegetales distintas de la manteca de cacao en el chocolate

Detección de la composición de esteroides en las grasas vegetales refinadas agregadas al chocolate por el método AOCS Ce 10/02 (02).

Determinación cuantitativa de las grasas vegetales distintas de la manteca de cacao [†]

Determinación de los triacilglicerol (C50, C52, C54) presentes en la manteca de cacao y en las grasas vegetales distintas de la manteca de cacao por GC-FID in *J. Amer. Oil Chem. Soc.* (1980), **57**, 286-293. En el chocolate con leche, es necesario corregir el resultado para la materia grasa de leche.

• Interpretación:

Cuando se conoce el tipo de grasas vegetales distintas de la manteca de cacao, la cantidad de grasas vegetales distintas de la manteca de cacao se calcula de acuerdo con el método *J. Amer. Oil Chem. Soc.* (1980), **57**, 286-293.

Cuando se conoce el tipo de grasas vegetales distintas de la manteca de cacao, se calcula de acuerdo con el método *J. Amer. Oil Chem. Soc.* (1982), **61 (3)**, 576-581.

[†] El objetivo de este método es determinar las grasas vegetales equivalente a la manteca de cacao, es decir triglicéridos del tipo **SOS**. Otras grasas **vegetales** se pueden agregar solamente en cantidades muy limitadas para evitar que perjudiquen a las propiedades físicas del **chocolate**. Se pueden determinar estas grasas por métodos convencionales, tales como el análisis de ácidos grasos y de triacilglicerol.

C. COMITÉ DEL CODEX SOBRE LECHE Y PRODUCTOS LÁCTEOS

1. Métodos de análisis remitidos de nuevo al CCMMP

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Leches fermentadas	Ácido láctico	Norma FIL 150:1991 ISO 11869:1997	Potenciometría, titulación a pH 8.30	El CCMMP deberá indicar si el método de la FIL determina la acidez total o el ácido láctico, como se indica en la disposición		NR
		AOAC 937.05 AOAC 947.05	Espectrofotometría (para el ácido láctico en la leche y los productos lácteos)	El CCMMP deberá aclarar el tipo de método que solicita, ya que no puede haber dos métodos del tipo II.	II	RT
	Microorganismos que constituyen el cultivo de fermento	Norma de la FIL 149A:1997 (Anexo A)	Recuento de colonias a 25°C, 30°C, 37°C y 45°C según el organismo que se utilice como fermento	El CCMMP deberá aclarar si se ha realizado o no un estudio en colaboración y sobre el tipo de método.		NR
yogur	<i>Streptococcus thermophilus</i> y <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>Bulgaricus</i> $\geq 10^7$ cfu/g	Norma de la FIL 117B:1997 ISO 7889	Recuento de colonias a 37°C	Igual a la nota de arriba		NR
yogur	<i>Streptococcus thermophilus</i> y <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> $\geq 10^7$ cfu/g	Norma de la FIL 146:1991 ISO 9232	Ensayo de identificación	Igual a la nota de arriba		NR

2. Métodos de análisis propuestos para normas en elaboración (adelantadas a los trámites 5 u 8)

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Nata (crema) y natas (cremas) preparadas	Proteína de la leche	ISO 8968-1 Norma de la FIL20-1:2001 AOAC 991.20	Titulometría (Kjeldahl)		I	R
Sueros en polvo	Proteína de la leche	ISO 8968-1 Norma de la FIL 20-1:2001 AOAC 991.20	Titulometría (Kjeldahl modificado)		I	R
	Agua (sin incluir el agua de cristalización de la lactosa)	Norma de la FIL 26A:1993 AOAC 927.05	Gravimetría		I	R
Leches fermentadas	Proteína	ISO 8968-1 Norma de la FIL 20-1:2001 AOAC 991.20	Titulometría (Kjeldahl)		I	R
	Materia grasa de la leche	ISO 1211:1999 Norma de la FIL 1D:1996 AOAC 905.02	Gravimetría		I	R

3. Enmiendas a los métodos de análisis de normas aprobadas

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Queso cottage	Grasa de leche contenida en el extracto seco	Norma de la FIL 126A:1988 ISO 8262-3:1987	Gravimetría (Weibull-Berntrop)		I	R
Quesos, individuales	Extracto seco (sólidos totales)	NORMA de la FIL 4A:1982 ISO 5534:1985 AOAC 926.08 aplicable a todos los quesos	Gravimetría, secado a 102°C	El CCMMP deberá aclarar las diferencias entre los resultados del método anterior		NR

D. COMITÉ SOBRE PESCADO Y PRODUCTOS PESQUEROS

Proyecto de Norma para las Anchoas Secas Saladas Cocidas (en el Trámite 8)

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Anchoas Secas Saladas Cocidas	Cloruro de sodio	AOAC 937.09	Titulometría	Debería especificarse “cloruro expresado como cloruro de sodio”	II	R
	Actividad del agua	AOAC 978.18		El CCFFP deberá proporcionar aclaraciones sobre la aplicación del método propuesto a las hortalizas enlatadas		NR
	Ceniza insoluble en ácido	Descrito en el Proyecto de Norma		El CCFFP deberá proporcionar información sobre la validación del método		NR

E. GRUPO DE ACCIÓN INTERGUBERNAMENTAL ESPECIAL SOBRE ZUMOS (JUGOS) DE FRUTAS Y HORTALIZAS

Véase el tema 6 del programa, párr. 54.

F. MÉTODOS GENERALES DEL CODEX PARA LA DETECCIÓN DE ALIMENTOS IRRADIADOS

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Alimentos que contienen azúcar cristalina	Detección de alimentos irradiados que contienen azúcar cristalina	EN 13708:2001	Espectroscopia ESR		II	R
Alimentos que contienen minerales de silicato	Detección de alimentos irradiados	EN 13751:2002	Luminiscencia fotoestimulada		III	R
Hierbas aromáticas, especias y carne picada cruda	Detección de alimentos irradiados	EN 13783:2001 NMKL 137 (2002)	Técnica de filtro epifluorescente directo /Recuento aeróbico en placa (DEFT/APC)	Método de selección	III	R
Alimentos que contienen ADN	Detección de productos alimenticios irradiados	EN 13784:2001	Ensayo cometa del ADN	Método de selección	III	R
Alimentos que contienen minerales de silicato	Detección de alimentos irradiados que contienen minerales de silicato	EN 1788 :2001	Termoluminiscencia	EN 1788:1996 Actualizado	II	R

G. COMITÉ SOBRE ADITIVOS ALIMENTARIOS Y CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS

1) Aditivos alimentarios

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Alimentos individuales ¹	Sulfatos	EN 1988-1 : 1998-02 AOAC 990.28	Parte 1: Método Monier-Williams optimizado		III	R
Alimentos individuales ²	Sulfatos	EN 1988-2:1998-02 NMKL 135 (1990)	Parte 2: Método enzimático		III	R
Edulcorantes de mesa	Sacarina	EN 1376 : 1996-09 (confirmado en 2001)	Método espectrométrico		III	R
Edulcorantes de mesa	Acesulfame K	EN 1377 : 1996-09 (confirmado en 2001)	Método espectrométrico		II	R
Edulcorantes de mesa	Aspartamo	EN 1378 : 1996-09 (confirmado en 2001)	Cromatografía de líquidos de alta eficacia		II	R
Preparados de edulcorantes de mesa líquidos	Ciclamato y sacarina	EN 1379 : 1996-09 (confirmado en 2001)	Cromatografía de líquidos de alta eficacia		II	R
Todos los alimentos	Acesulfame K, Aspartamo	EN 12856 : 1999-04	Cromatografía de líquidos de alta eficacia		II	R

¹ Maíz molido, zumo (jugo) de fruta, mariscos

² Vino, manzanas desecadas, zumo (jugo) de limón, copos de patata (papa), sultanas, cerveza

	Sacarina	EN 12856 : 1999-04	Cromatografía de líquidos de alta eficacia		III ³	R
Todos los alimentos	Ciclamato	EN 12857 : 1999-04	Cromatografía de líquidos de alta eficacia		II	R
	Ciclamato	NMKL 123 (1998)	Espectrofotometría	Examinado anteriormente como tipo II	III	R
Todos los alimentos	Nitratos y/o nitritos	EN 12014-1:1997-04	Parte 1- Observaciones generales			R
Productos cárnicos	Nitratos y/o nitritos	ENV 12014-3:1998-06 Parte 3	Determinación espectrométrica del contenido de nitratos y nitritos en los productos cárnicos después de la reducción enzimática de nitratos y nitritos		III ⁴	TR
Productos cárnicos	Nitratos y/o nitritos	ENV 12014-4:1998-06 Parte 4 NMKL 165 (2000)	Método cromatográfico de intercambio de iones		III	TR

2) Contaminantes

Cereales y productos de cereales	Ocratoxina A	EN ISO 15141-1:1998-10 Parte 1	Método de cromatografía de líquidos de alta eficacia y limpieza con gel de sílice		II	R
		NMKL 143 (1997) EN ISO 15141-2:1998-10 Parte 2	Método de cromatografía de líquidos de alta eficacia y limpieza con bicarbonato		III	R

³ Método NMKL 122(1987) para sacarina en las bebidas y dulces ratificados como del tipo II (1997)

⁴ Los métodos actuales para nitritos son AOAC 973.31 del tipo II e ISO 2918.1975 del tipo IV (Deberá ser evaluado nuevamente y actualizado el próximo año)

Cereales, frutas con cáscara y productos derivados (incluidos los cacahuetes)	Suma de aflatoxinas B ₁ , B ₂ , G ₁ y G ₂	EN 12955 : 1999-07 ISO 16050 ⁵	CLAE y derivación post columna y limpieza de la columna de inmunoafinidad		III	R
--	---	--	---	--	-----	---

3) Otros Métodos

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Productos alimenticios	Nitratos/nitritos	EN 12014-1:1997-04 Parte 1: Observaciones generales		Estos métodos no corresponden a las disposiciones objeto examen en los comités del Codex. Los métodos para residuos de plaguicidas incumben al Comité sobre Residuos de Plaguicidas		NR
Hortalizas y productos vegetales	Nitratos/nitritos	EN 12014-2:1997-04 Parte 2	CLAE/IC			NR
		EN 12014-5:1997-04 Parte 5	Determinación enzimática del contenido de nitrato de las hortalizas que contienen alimentos para niños pequeños y niños de corta edad			NR
		EN 12014-7:1998-06 Parte 7	Método de flujo continuo para la determinación del contenido de nitrato en las hortalizas y productos vegetales después de la reducción del cadmio			NR

⁵ A publicarse en 2003

Alimentos grasos	Plaguicidas y BPC	EN 1528-1: 1996-10 (confirmada en 2001) Parte 1: Observaciones generales			NR
		EN 1528-2: 1996-10 Parte 2:	Extracción de la grasa, los plaguicidas y los BPC y determinación del contenido de grasa		
		EN 1528-3: 1996-10 Parte 3	Métodos de limpieza		
		EN 1528-4: 1996-10 Parte 4:	Determinación, pruebas de confirmación, mezclas		
Maíz	Fumonisin B ₁ y B ₂	EN 13585 : 2001 – 11	CLAE con limpieza de extracción en fase sólida		NR

Nota: Los métodos actuales del Codex para las aflatoxinas son los siguientes

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo
Maíz (grano)	Aflatoxinas, total	AOAC 979.18	Holaday-Velasco minicolumn	Eliminada, por no haber disposiciones	II
Maní (cacahuete) (para ulterior elaboración)	Aflatoxinas, total	AOAC 975.36	Minicolumna de Romer		III
Maní (cacahuete) (para ulterior elaboración)	Aflatoxinas, total	AOAC 979.18	Minicolumna de Holaday-Velasco		III
Maní (cacahuete) (en bruto)	Aflatoxinas, total	AOAC 991.31	Columna de inmunoafinidad (Aflatest)		II
Maní (cacahuete) (en bruto)	Aflatoxinas, total	AOAC 993.17	Cromatografía en capa fina		III

H. COMITÉ DEL CODEX SOBRE FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

1) Métodos de análisis generales para frutas y hortalizas elaboradas

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Frutas y hortalizas elaboradas	Calcio	AOAC 968.31	Titulometría	Reemplaza a CAC/RM 38-1970	II	R
Frutas y hortalizas elaboradas (excepto pepinillos)	Llenado de los envases	CAC/RM 46-1972	Peso	Retener el método actual Eliminar las referencias a “envases metálicos” y hacer referencia a ISO 90.1:1986 para la determinación de la capacidad de agua de los envases de metal	I	E
Frutas y hortalizas elaboradas	Medio de cobertura ≥ 10°Brix Frutas de baya en conserva (frambuesas, fresas)	AOAC 932.12 ISO 2173:1978	Refractometría		I	R
Frutas y hortalizas elaboradas	Cloruro de sodio	ISO 3634:1979	Potenciometría	La disposición debería decir: “cloruro expresado como cloruro de sodio”	III	R

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Frutas y hortalizas elaboradas	Determinación del peso en seco - Método I	AOAC 968.30	Peso	<p>Reemplaza a CAC/RM 36-1970. Se proponen los cambios siguientes al método AOAC:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Revisar las especificaciones de la sección 2.1 para tamices circulares para que diga: Si la cantidad total del contenido es inferior a 4.5 kg. (3 lbs) 1 kg. (2 lbs) utilizar un tamiz. - Revisar la segunda fase de la sección 3. Procedimiento, para que diga: Sin tamizar el contenido, se inclinar el tamiz unos 20° <i>aproximadamente respecto a la horizontal</i> para facilitar el drenaje - Insertar una nueva frase al final del párrafo: “<i>Debería realizarse esta determinación a 20°C±5°C.</i>” <p>Las instrucciones omiten dos pasos importantes: (1) el peso del envase entero; y (2) el peso del envase vacío y seco. Se requieren ambos pesos para calcular el porcentaje del peso escurrido (contenido de sólidos) y/o el porcentaje de líquido</p> <p>El Comité encargado de estos productos debería aclarar en qué forma deberían enmendarse las secciones 2.1 y 2.2</p>		NR
Frutas y hortalizas elaboradas	pH	AOAC 981.12 ISO 11289:1993	Potenciometría	El Comité encargado de estos productos debería identificar las disposiciones y las normas en cuestión y examinar el método ISO 1842:1991 para frutas y hortalizas elaboradas		NR
Frutas y hortalizas elaboradas	Sulfitos	EN 1988-1 : 1998-02 AOAC 990.28	Método de Monier-Williams optimizado	Método general para sulfitos ratificado en la sección G.1 anterior	III	R

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Frutas y hortalizas elaboradas	Contenido total de sólidos	AOAC 920.151	Gravimetría		I	R

2) Métodos de análisis incluidos en los proyectos de normas

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Productos acuosos de coco	Humedad	Restar el contenido total de sólidos de 100	Cálculo			NR
Productos acuosos de coco	Sólidos no grasos	Restar el contenido total de grasas del contenido total de sólidos	Cálculo			NR
Productos acuosos de coco	Contenido total de grasas	AOAC 989.05, Norma FIL/AOAC método por comprobar	Extracción con éter	Este método se aplica a la leche y el Comité debería aclarar si es aplicable a los productos de coco		NR
Productos acuosos de coco	Contenido total de sólidos	AOAC 990.20	Extracción en horno	Este método se aplica a la leche y el Comité debería aclarar si es aplicable a los productos de coco		NR
Frutas de hueso envasadas	Peso en seco	AOAC 968.30 ISO:2173:1978	Gravimetría	Método general para frutas y hortalizas elaboradas	I	R
Frutas de hueso envasadas	Sólidos solubles	AOAC 932.14C	Refractometría	Método general para frutas y hortalizas elaboradas	I	R
Encurtidos	Ácido benzoico	NMKL 103 (1984) AOAC 983.16	Cromatografía de gases	El Comité encargado de estos productos debería examinar métodos más modernos (método de CL) tales como NMKL124 (1997)	II	R
Encurtidos	Plomo	ISO 6633:1984	Espectrometría de absorción atómica sin llama		IV	RT

PRODUCTO	DISPOSICIÓN	MÉTODO	PRINCIPIO	Nota	Tipo	Estado
Encurtidos	Sorbato	NMKL 103 (1984) AOAC 983.16	Cromatografía de gases	El Comité encargado de estos productos debería examinar métodos más modernos (método de CL) tales como NMKL124 (1997)	II	R
Encurtidos	Dióxido de azufre			Véase el Método General para Sulfitos (sección G.1)		
Encurtidos	Estaño ≤ 250.0 mg/kg	ISO 2447:1998	Espectrofotometría	El Comité encargado de estos productos debería examinar si es posible aplicar el Método General del Codex AOAC 980.19 y aclarar por qué se ha propuesto este método		NR

Se ha propuesto eliminar los métodos para la determinación de **acidez, sal, peso en seco**, ya que no se especifican estas disposiciones en el Proyecto de Norma para Encurtidos.

**ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES PARA LA EVALUACIÓN
DE MÉTODOS DE ANÁLISIS ACEPTABLES****(en el Trámite 3 del Procedimiento)****ÁMBITO DE APLICACIÓN**

1. Las presentes directrices proporcionan un marco para la evaluación de métodos de análisis aceptables.
2. Estas directrices tienen por finalidad ayudar a los países a aplicar los requisitos para el comercio de productos alimenticios, con miras a proteger a los consumidores y facilitar un comercio leal.
3. Los laboratorios que participen en la evaluación deben ajustarse a las Directrices del Codex CAC/GL 27 relativas a la competencia de los laboratorios de ensayo que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos.
4. Si un método de análisis ha sido ratificado por el Codex, deberá darse preferencia a la utilización de ese procedimiento.

REQUISITOS

5. Los laboratorios que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos deberán evaluar los métodos de conformidad con los siguientes criterios:
 - exactitud
 - aplicabilidad (matriz, intervalo de concentración y preferencia dada a los métodos “generales”)
 - límites de detección y determinación, según proceda, para la determinación objeto de examen
 - linealidad
 - precisión; repetibilidad intralaboratorio (en el mismo laboratorio), reproducibilidad interlaboratorios (en el mismo laboratorio y entre laboratorios), pero obtenida a partir de datos de ensayos en colaboración, más que a partir de consideraciones sobre la incertidumbre de la medición
 - recuperación
 - selectividad (efectos de interferencia, etc.)
 - sensibilidad
6. Se describe a continuación la definición de estos conceptos y el método para las estimaciones correspondientes.

EXACTITUD**Definición****(como concepto)**

El grado de concordancia entre el resultado notificado y el valor de referencia aceptado.

Nota:

El término exactitud, cuando se aplica a un conjunto de resultados de un ensayo, conlleva una combinación de componentes aleatorios y un error sistemático o componente de sesgo común. {ISO 3534-1} Cuando el componente de error sistemático debe determinarse mediante un procedimiento que incluye el error aleatorio, el componente de error aleatorio aumenta con la propagación de las consideraciones de error y se reduce con la replicación.

(como parámetro estadístico)

El grado de concordancia entre el resultado notificado y el valor de referencia aceptado. {ISO 3534-1}

Nota:

La exactitud como parámetro estadístico se aplica al resultado final notificado de un ensayo; la exactitud como concepto se aplica a valores replicados o promediados.

Estimación

Siempre que sea posible deberá utilizarse material de referencia comprobable para determinar la exactitud del método de análisis utilizado.

[Propuesta de Suecia a CEN TC275 y GT10]

Si se utiliza material de referencia certificado para la evaluación de un método, podrá compararse el valor medio determinado con el valor medio conocido mediante el cálculo del valor z.

$$z = \frac{(X_{\text{hallado}} - X_{\text{certificado}})}{\sqrt{\frac{\sigma_{\text{hallado}}^2}{n_{\text{hallado}}} + \frac{\sigma_{\text{certificado}}^2}{n_{\text{certificado}}}}}$$

o, si no se dispone de los datos de la desviación típica del material de referencia certificado, podrán utilizarse datos del límite de confianza del 95

por ciento como estimación de la desviación típica del material de referencia certificado.

$$z = \frac{(X_{\text{hallado}} - X_{\text{certificado}})}{\sqrt{\frac{\sigma_{\text{hallado}}^2}{n_{\text{hallado}}} + \left(\frac{CI}{2}\right)^2}}$$

Un valor z dentro del intervalo $|z| \leq 2$ se considera satisfactorio.

APLICABILIDAD

Definición

Los analitos, matrices y concentraciones para los cuales puede utilizarse satisfactoriamente un método de análisis con el fin de determinar su conformidad con una norma del Codex.

Nota:

La declaración de aplicabilidad (ámbito de aplicación), además de una declaración del margen de funcionamiento satisfactorio para cada factor, puede incluir también advertencias acerca de la interferencia conocida de otros analitos, o de la inaplicabilidad a determinadas matrices y situaciones.

Estimación

Debería indicarse detalladamente los analitos, matrices y concentraciones en relación con los cuales puede aquí utilizarse satisfactoriamente el método de análisis, con el fin de determinar su conformidad con una norma del Codex. Puede incluir también advertencias acerca de la interferencia conocida de otros analitos, o de la inaplicabilidad a determinadas matrices y situaciones. Para evaluar la aplicabilidad y solidez se utiliza en general el método de Youden, un método factorial fraccionado.

LÍMITES DE DETECCIÓN Y DETERMINACIÓN

Definición: Límite de detección

El límite de detección se define convencionalmente como muestra testigo + 3σ , en que σ es la desviación típica de la señal del valor de la muestra testigo (definición de la Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (UIQPA)).

Sin embargo, una definición alternativa que permite superar la mayor parte de las objeciones al método antes mencionado (es decir, que nunca se puede superar la elevada variabilidad en el límite de medición) consiste en basarlo en el valor redondeado de la desviación típica correspondiente de la reproducibilidad cuando se encuentra fuera de control (aunque $3\sigma_R = 100\%$; $\sigma_R = 33\%$, redondeado al 50 por ciento debido a la elevada variabilidad). Tal valor guarda relación directa con el analito y con el sistema de medición y no se basa en el sistema local de medición.

Definición: Límite de determinación

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

Sin embargo, una definición alternativa que corresponde a la definición propuesta para el límite de detección es utilizar $\sigma_R = 25\%$. Este valor no difiere mucho del asignado al límite de detección, porque el límite superior del límite de detección se integra de forma indistinguible en el límite inferior del límite de determinación.

Estimación

Cuando las mediciones se efectúan a niveles bajos de analito o propiedad, por ejemplo en análisis de trazas, es importante saber cuál es la concentración más baja del analito o el valor de propiedad que el método puede detectar con seguridad. La importancia de determinar esto, y los problemas que comporta, estriba en el hecho de que la probabilidad de la detección no cambia repentinamente de cero a la unidad cuando se supera un umbral. Los problemas se han estudiado estadísticamente en detalle y se han propuesto varios criterios de decisión.

A efectos de validación normalmente basta proporcionar una indicación del nivel en el que la detección pasa a ser problemática. A tal efecto el método “muestra testigo + $3s$ ” normalmente bastará. Cuando el método se aplica con fines de verificación de la observancia de un reglamento o especificaciones, será probablemente más apropiado aplicar un criterio más exacto, como el descrito por la UIQPA y varios otros. Se recomienda que los usuarios citen cualesquiera convenciones que hayan utilizado al declarar un límite de detección.

Límite de detección (LoD) – Referencia rápida	
Qué analizar	Qué calcular a partir de los datos
a) 10 muestras testigo independientes medidas una por una.	<i>La desviación típica de la muestra ‘s’</i> de a) los valores de la muestra testigo, o b) los valores de la muestra testigo enriquecida.
o	
b) 10 muestras testigo independientes enriquecidas a la concentración más baja aceptable, medidas una por una.	Expresar el LoD como la concentración del analito correspondiente a a) el valor medio de la muestra testigo + $3s$ o b) $0 + 3s$
Este criterio prevé que podrá registrarse una señal de más de $3s$ superior al valor de la muestra testigo mucho menos del 1 por ciento de las veces y, en consecuencia, es probable que derive de alguna otra causa, como el mesurando. El método a) sólo es útil cuando la muestra testigo da una desviación típica distinta de cero. Obtener una muestra testigo auténtica puede ser difícil.	

c) 10 muestras testigo independientes enriquecidas en la concentración más baja aceptable, medidas una vez a una. *La desviación típica de la muestra 's' de los valores de la muestra testigo enriquecida*

Expresar el LoD como la concentración del analito correspondiente al valor de la muestra testigo $+4,65s$

(deriva de un ensayo de hipótesis)

La 'concentración más baja aceptable' se considera la concentración más baja en relación con la cual puede lograrse un grado de incertidumbre aceptable.

Presupone la práctica habitual de evaluar la muestra y la sustancia testigo por separado y corregir la muestra testigo mediante la sustracción de la concentración del analito correspondiente a la señal de la sustancia testigo de la concentración correspondiente a la señal de la muestra.

Si las mediciones se realizan en condiciones de repetibilidad, también se obtiene una medida de la precisión de la repetibilidad (Anexo A, A20)

El límite de determinación (LoQ) es estrictamente la concentración más baja del analito que pueda determinarse con un nivel aceptable de precisión y autenticidad de la repetibilidad. Se define también por varias convenciones como la concentración del analito correspondiente al valor de la muestra testigo más 6 ó 7 desviaciones típicas de la media de la sustancia testigo.

Nota: Ni el LoD ni el LoQ representan niveles en los que la cuantificación sea imposible. Se trata simplemente de que la magnitud de las incertidumbres conexas se aproxima a la comparabilidad con el resultado observado en la región del LoD.

Límite de determinación (LoQ) – Referencia rápida	
Qué analizar	Qué calcular a partir de los datos
<p>a) 10 muestras de control independientes medidas una a una.</p> <p>Obtener una muestra testigo auténtica puede ser difícil.</p>	<p><i>La desviación típica de la muestra 's' del valor de la muestra testigo.</i></p> <p>Expresar el LoQ como la concentración del analito correspondiente al valor de la muestra testigo:</p> <p>i) $6s$, o ii) $10s$</p>
<p>b) Enriquecer alícuotas de una muestra de control en diversas concentraciones de analito cercanas al LoD.</p> <p>Medir, una a una, 10 repeticiones independientes en cada nivel de concentración.</p> <p>Normalmente el LoQ forma parte del estudio para determinar el intervalo de trabajo. No debería determinarse por extrapolación por debajo de la muestra testigo enriquecida de concentración más baja.</p> <p>Si las mediciones se realizan en condiciones de repetibilidad, también se obtiene una medida de la precisión de la repetibilidad en esta concentración.</p>	<p>Calcular la desviación típica 's' del valor del analito en cada concentración. Trazar s como función de la concentración y asignar un valor al LoQ por inspección.</p> <p>Expresar el LoQ como la concentración más baja del analito que puede determinarse con un nivel aceptable de incertidumbre.</p>

LINEALIDAD

Definición

La capacidad de un método de análisis, dentro de un determinado intervalo, de dar una respuesta o resultados instrumentales que sean proporcionales a la calidad del analito que se habrá de determinar en la muestra de laboratorio. Esta proporcionalidad se expresa mediante una expresión matemática definida a priori. Los límites de la linealidad son los límites experimentales de concentraciones entre los que un modelo de calibración lineal puede aplicarse con un nivel de confianza conocido (generalmente aceptado como igual al 1%).

Estimación

Para todo método cuantitativo, es necesario determinar el intervalo de concentraciones del analito o valores de propiedad a los que podrá aplicarse el método. Obsérvese que esto se refiere al intervalo de concentraciones o valores de propiedad presentes en las soluciones efectivamente medidas, y no en las muestras originales. En el extremo inferior del intervalo de concentraciones los factores limitadores son los valores de los límites de detección y/o cuantificación. En el extremo superior del intervalo de concentraciones diversos efectos impondrán limitaciones en función del sistema de respuesta del instrumento.

Dentro del intervalo de trabajo puede existir un intervalo de respuesta lineal. Dentro del intervalo lineal la respuesta de la señal tendrá una relación lineal con la concentración del analito o el valor de propiedad. El amplitud de este intervalo puede establecerse durante la evaluación del intervalo de trabajo. Obsérvese que los cálculos de la regresión por sí solos son insuficientes para establecer la linealidad. Para ello, puede bastar una inspección visual de la línea y los residuales; los ensayos objetivos, como los ensayos del tipo “bondad del ajuste” son todavía mejores. En general, los controles de la linealidad requieren puntos por lo menos en 10 valores de concentración y propiedad distintos.

La evaluación de los intervalos de trabajo y lineales resultarán también útiles para planificar qué grado de calibración se requiere cuando se utilice el método diariamente. Es aconsejable analizar la varianza en todo el intervalo de trabajo. En el intervalo lineal, un punto de calibración puede ser suficiente para establecer la pendiente de la línea de calibración. En cualquier otro punto del intervalo de trabajo, será necesaria una calibración de puntos múltiples (preferiblemente 6+). La relación de la respuesta del instrumento con la concentración no tiene por qué ser perfectamente lineal para que un método sea eficaz, pero la curva debería ser repetible de día en día. Obsérvese que los intervalos de trabajo y lineales pueden ser diferentes para distintas matrices en función del efecto de las interferencias que derivan de la matriz.

Intervalos de trabajo y lineales – Referencia rápida			
Analizar	Repeticiones	Qué calcular a partir de los datos	Observaciones
1. Una sustancia testigo más materiales de referencia o muestras testigo enriquecidas en diversas concentraciones Necesita al menos 6 concentraciones más la sustancia testigo	1	Trazar la respuesta de medición (eje y) como función de la concentración del mesurando eje x). Examinar visualmente para identificar un intervalo lineal aproximado y extremos superiores e inferiores del intervalo de trabajo. Pasar luego a 2.	En condiciones ideales las distintas concentraciones deberían prepararse de forma independiente, y no a partir de alícuotas de la misma solución patrón. Ello dará una confirmación visual de si el intervalo de trabajo es o no lineal. Esta etapa es necesaria para ensayar un intervalo de trabajo, que se considere lineal y en el que esté previsto utilizar una calibración puntual única.
2. Materiales de referencia o muestras testigo enriquecidas en al menos 6 concentraciones diferentes dentro del intervalo lineal.	3	Trazar la respuesta de medición (eje y) como función de la concentración del mesurando (eje x). Examinar visualmente los valores atípicos que tal vez no se reflejen en la regresión. Calcular el coeficiente de regresión apropiado. Calcular y trazar valores residuales (la diferencia entre el valor efectivo de “y” y el valor previsto de “y” por la línea recta, para cada valor de “x”). La distribución aleatoria en torno a la línea recta confirma la linealidad. Las tendencias sistemáticas indican la falta de linealidad. Pasar luego a 3.	Es inseguro remover los valores atípicos sin antes controlar mediante la utilización de determinaciones ulteriores en concentraciones cercanas. Si la varianza de las repeticiones es proporcional a la concentración, utilizar un cálculo de regresión ponderado en lugar de una regresión no ponderada. En determinadas circunstancias podría ser mejor probar de ajustar una curva no lineal a los datos. En general, se desaconseja la utilización de funciones superiores al cuadrado.
3. Como para el LoQ (b)		Como para el LoQ. El LoQ forma efectivamente el extremo inferior del intervalo de trabajo.	Trabajar con concentraciones cada vez más pequeñas hasta que la exactitud y precisión pasen a ser inaceptables.

CARACTERÍSTICAS DE PRECISIÓN

Definiciones

El grado de concordancia entre los resultados independientes de un ensayo obtenidos en condiciones establecidas {ISO 3534-1}

Notas: {ISO 3534-1}

1. La precisión sólo depende de la distribución de los errores aleatorios y no se relaciona con el valor verdadero ni con el valor especificado.
2. El grado de precisión se expresa habitualmente en términos de imprecisión y se calcula como desviación típica de los resultados del ensayo. Una desviación típica mayor indica menos precisión.
3. Por “resultados independientes de un ensayo” se entiende los resultados obtenidos mediante un procedimiento en el que no influya ningún resultado anterior relativo al mismo objeto o a un objeto similar del ensayo. Las medidas cuantitativas de precisión dependen de forma determinante de las condiciones estipuladas. Las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad son conjuntos de condiciones extremas particulares.

Repetibilidad [reproducibilidad]: Precisión en condiciones de repetibilidad [reproducibilidad] {ISO 3534-1}

Condiciones de repetibilidad: Condiciones en que los resultados de un ensayo se obtienen mediante la aplicación del mismo método por el mismo ejecutor a elementos de ensayo idénticos y en el mismo laboratorio, utilizando el mismo equipo a breves intervalos de tiempo. {ISO 3534-1}

Condiciones de reproducibilidad: Condiciones en que los resultados de un ensayo se obtienen aplicando el mismo método a elementos de ensayo idénticos, en laboratorios distintos, con distintos operadores y utilizando equipos diferentes.

Nota:

Cuando métodos distintos dan resultados que no difieren mucho entre sí, o cuando el diseño del experimento permite el empleo de métodos diferentes, como en un estudio de competencia o un estudio de certificación del material para establecer un valor unánime en relación con un material de referencia, el término “reproducibilidad” puede aplicarse a los parámetros resultantes. Las condiciones deben indicarse expresamente.

Desviación típica de la repetibilidad [reproducibilidad]: La desviación típica de los resultados de un ensayo en condiciones de repetibilidad [reproducibilidad]. {ISO 3534-1}

Notas: {ISO 3534-1}

1. Es el grado de dispersión de la distribución de los resultados del ensayo en condiciones de repetibilidad [reproducibilidad].
2. De manera análoga, la “varianza de la repetibilidad [reproducibilidad]” y el “coeficiente de variación de la repetibilidad [reproducibilidad]” podrían definirse y utilizarse como medidas de la dispersión de los resultados del ensayo en condiciones de repetibilidad [reproducibilidad].

Límite de repetibilidad [reproducibilidad]: Valor inferior o igual al valor en que la diferencia absoluta entre dos resultados experimentales obtenidos en condiciones de repetibilidad [reproducibilidad] es de prever que sea según una probabilidad del 95 por ciento. {ISO 3534-1}

Notas:

1. El símbolo utilizado es r [R]. {ISO 3534-1}
2. Cuando se examinan dos resultados de un ensayo obtenidos en condiciones de repetibilidad [reproducibilidad], la comparación deberá efectuarse con el límite de repetibilidad [reproducibilidad]

$$r [R] = 2,8 s_r [S_R]. \text{ {ISO 5725-6, 4.1.4}}$$

3. Cuando se utilizan grupos de medidas como base para el cálculo de los límites de repetibilidad [reproducibilidad] (que ahora se llaman diferencia crítica), se necesitan fórmulas más complejas como las que figuran en ISO 5725-6:1994, 4.2.1 y 4.2.2.

Estimación

Los valores calculados de la repetibilidad y la reproducibilidad pueden compararse con los métodos existentes y una comparación previa. Si son satisfactorios, el método podrá utilizarse como método validado. Si no existe

ningún método con el cual comparar los parámetros de precisión, los valores teóricos de la repetibilidad y la reproducibilidad podrán calcularse a partir de la ecuación de Horwitz para concentraciones de hasta 120 µg/kg o la ecuación modificada a niveles inferiores a 120 µg/kg y superiores al 13,8 por ciento.

por ejemplo:

$$\begin{aligned} \sigma &= 0,22c && \text{si } c < 1,2 \times 10^{-7} \\ \sigma &= 0,02c^{0,8495} && \text{si } 1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ \sigma &= 0,01c^{0,5} && \text{si } c > 0,138 \end{aligned}$$

Definición

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

Estimación

Los métodos analíticos no siempre miden todo el analito de interés presente en la muestra. Los analitos pueden encontrarse en las muestras en formas diversas, no todas de interés para el analista. Así, el método puede estar deliberadamente diseñado para determinar sólo una forma particular del analito. No obstante, la incapacidad para determinar todo el analito presente podría indicar un problema inherente al método. En cualquier caso, es necesario evaluar la eficiencia del método para detectar todo analito presente.

Puesto que normalmente se desconoce en qué cantidad se encuentra un analito en una porción del ensayo, es difícil cerciorarse de la eficacia del método en extraerlo de la matriz. Uno de los medios para determinar la eficiencia de la extracción consiste en enriquecer porciones de ensayo con el analito en diversas concentraciones, extrayendo acto seguido las porciones enriquecidas del ensayo y medir la concentración del analito. El problema inherente a este respecto es que el analito que se introduce de esta manera posiblemente no se mantendrá tan fuerte como el que se encuentra en la matriz de la porción del ensayo de forma natural, de modo que la técnica dará una falsa elevada impresión de la eficiencia de la extracción. Se trata sin embargo del medio más habitual para determinar la eficiencia de la recuperación y se reconoce como un medio aceptable para hacerlo. No obstante, habría que tener presente la desventaja de la técnica. Otra posibilidad consistiría en realizar estudios de recuperación de materiales de referencia, en el caso de que se dispusiera de materiales adecuados. Siempre y cuando éstos se hayan producido por caracterización de materiales naturales en lugar de por caracterización de materiales sintéticos en los que se hubiera introducido el analito, el estudio de la recuperación debería representar exactamente la extracción de porciones efectivas de ensayo.

Analizar	Repeticiones	Recuperaciones – Referencia rápida Qué calcular a partir de los datos	Observaciones
Muestras testigo de la matriz o muestras sin enriquecer y enriquecidas con el analito de interés en diversas concentraciones	6	Determinar la recuperación del analito en las diversas concentraciones. Recuperación (%) = (C1-C2)/C3 X 100 En que, C1 = concentración determinada en la muestra enriquecida C2 = concentración determinada en la muestra sin enriquecer C3 = concentración del enriquecimiento	Las muestras enriquecidas deberían compararse con la misma muestra sin enriquecer para evaluar la recuperación neta del enriquecimiento. Las recuperaciones de muestras o muestras de control de la matriz enriquecidas normalmente serán mejores que las muestras efectivas en las que el analito se halla mejor ligado.
Materiales de referencia certificados (MRC)		Determinar la recuperación del analito en comparación con el valor certificado	Dependiendo de cómo se ha producido y caracterizado el MRC, puede llegarse a una recuperación de > 100 por ciento.

SELECTIVIDAD

Definición

La selectividad es el grado en que un método puede determinar un analito o analitos específicos en mezclas o matrices sin interferencias de otros componentes.

“Selectividad” es el término recomendado en química analítica para expresar el grado en que un método específico puede determinar un analito o analitos en presencia de interferencias de otros componentes. La selectividad puede graduarse. Se desaconseja el empleo del término “especificidad” para el mismo concepto, puesto que a menudo induce a confusión.

Estimación

La selectividad/especificidad son medidas que evalúan la fiabilidad de las mediciones en presencia de interferencias. La selectividad de un método normalmente se determina estudiando su aptitud para medir el analito de interés en porciones del ensayo en que se han introducido deliberadamente interferencias específicas (las que se considera que probablemente se hallan presentes en las muestras). Cuando no es evidente si las interferencias se hallan o no ya presentes, la selectividad del método puede determinarse estudiando su aptitud para medir el analito comparándolo con otros métodos o técnicas independientes.

Confirmación de la identidad y la selectividad/especificidad – Referencia rápida			
Qué se hace	Cuántas veces	Calcular/ determinar	Observaciones
Analizar muestras y materiales de referencia por medio de métodos propuestos y otros métodos independientes.	1	Utilizar los resultados de las técnicas de confirmación al evaluar la aptitud del método para confirmar la identidad del analito y su aptitud para medir el analito aislado, fuera de otras interferencias.	Decidir cuántas pruebas de apoyo se necesitan razonablemente para dar una suficiente fiabilidad.
Analizar muestras que contengan diversas presuntas interferencias en presencia de los analitos de interés.	1	Examinar el efecto de las interferencias- ¿la presencia de interferencias aumenta o inhibe la detección o cuantificación de los mesurandos?	Si la detección o cuantificación se ve inhibida por interferencias, será necesario una ulterior elaboración del método.

SENSIBILIDAD

Definición

Variación en la respuesta dividida por la variación correspondiente en la concentración de una curva típica (calibración); por. ej., la pendiente, s_i , de la curva de calibración analítica.

Nota:

Este término se utiliza indebidamente en varias aplicaciones analíticas que se refieren a menudo a la capacidad de detección, a la concentración que da el 1 por ciento de absorción en la espectroscopia de absorción atómica, y a la relación entre los valores positivos encontrados y los auténticos valores positivos conocidos en ensayos inmunológicos y microbiológicos. Deben desaconsejarse tales aplicaciones indebidas del término en la química analítica.

Notas: {UIQPA-1987}

1. Se dice que un método es sensible cuando una pequeña variación de concentración, c , o cantidad, q , determina una gran variación de la medida, x ; es decir, cuando la derivada dx/dc o dx/dq es elevada.
2. Aunque la señal s_i puede variar con la magnitud de c_i o q_i , la pendiente, s_i , normalmente es constante en una gama razonable de concentraciones. s_i puede ser también una función de c o q de otros analitos presentes en la muestra.

Estimación

Es efectivamente la pendiente de la curva de respuesta, por ejemplo, la variación de la respuesta del instrumento que corresponde a una variación en la concentración del analito. Cuando se ha establecido que la respuesta es lineal con respecto a la concentración, por ejemplo, dentro del intervalo lineal del método, y se ha determinado la intersección de la curva de respuesta, la sensibilidad es un parámetro útil para calcular y utilizar en formulas de cuantificación. A veces se emplea el término "sensibilidad" para referirse al límite de detección, pero este empleo generalmente no se recomienda.

[**Nota:** muchas de las recomendaciones detalladas que figuran en el Apéndice VII se han tomado de textos publicados, como los siguientes:

AOAC-I Peer Verified Methods, Policies and procedures, 1993, AOAC International, 2200 Wilson Blvd., Suite 400, Arlington, Virginia 22201-3301, USA.

W. J. Youden; Steiner, E. H. 'Statistical Manual of the AOAC-Association of Official Analytical Chemists', AOAC-I, Washington DC, 1975, p35.

"The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics" Eurachem Guide, 1998, <http://www.eurachem.ul.pt/guides/valid.pdf>.

Nomenclature in evaluation of analytical methods, including detection and quantification capabilities (IUPAC Recommendations 1995). *Pure & Appl. Chem.*, 1995, **67**, 1699-1723.

Detection in Analytical Chemistry – Importance, Theory and Practice. L. A. Curries, ACS Symposium Series 361, American Chemical Society, Washington DC 1988. Various chapters are recommended, particularly Ch4 (Kirchmer, C. J.) and Ch 16 (Kurtz, D. A. *et al.*)

Analytical Methods Committee, "Recommendation for the Definition, Estimation and Use of the Detection Limit", *The Analyst*, 1987, **112**, 199-204.

"Evaluation of Analytical Methods used for Regulation of Foods and Drugs", W. Horwitz, *Anal. Chem.* 1982, 54 (1), 67A - 76A.

M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125, 385-386.]