

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS

S



Organización de las Naciones
Unidas para la Alimentación
y la Agricultura



Organización
Mundial de la Salud

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma, Italia - Tel: (+39) 06 57051 - Correo electrónico: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

REP23/MAS Corrigendum*

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS

Cuadragésimo sexto período de sesiones

Roma (Italia), 27 de noviembre – 2 de diciembre de 2023

INFORME DE LA 42.^a REUNIÓN DEL COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

*13-16 de junio de 2023, reunión plenaria presencial, y
20 de junio de 2023, reunión virtual de aprobación del informe*

* Véase el Apéndice II

ÍNDICE

Resumen y estado de los trabajos	página iii
Lista de abreviaciones	página vi
Lista de documentos de sesión	página vii
Informe de la 42. ^a reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras	página 1
<u>Temas del programa</u>	<u>Párrafos</u>
Introducción	1
Apertura de la reunión	2-3
Aprobación del programa (tema 1 del programa)	4
Cuestiones remitidas al Comité por la Comisión del Codex Alimentarius y otros órganos subsidiarios (tema 2 del programa)	5-8
Ratificación de las disposiciones sobre métodos de análisis y planes de muestreo en las normas del Codex (tema 3 del programa)	9-57
Reuniones 15. ^a y 16. ^a del Comité del Codex sobre Contaminantes de los Alimentos (CCCF)	11, 31-34
Quincuagésima tercera reunión del Comité del Codex sobre Higiene de los Alimentos (CCFH)	12
Quincuagésima tercera reunión del Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios (CCFA)	13-14
Cuadragésima séptima reunión del Comité del Codex sobre Etiquetado de los Alimentos (CCFL)	15-18
Cuadragésima tercera reunión del Comité del Codex sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales (CCNFSDU)	19-22
Quinta reunión del Comité del Codex sobre Especies y Hierbas Culinarias (CCSCH)	23-25
Vigésima cuarta reunión del Comité Coordinador FAO/OMS para África (CCAFRICA)	26
Vigésima segunda reunión del Comité Coordinador FAO/OMS para Asia (CCASIA)	27-28
Décima sexta reunión del Comité Coordinador FAO/OMS para América del Norte y el Pacífico Sudoccidental (CCNASWP)	29-30
Otras propuestas	35-46
Otros asuntos	47-56
Examen de los métodos de análisis en CXS 234 (tema 4 del programa)	58-68
Conjunto manejable de grasas y aceites (tema 4.1 del programa)	59-60
Conjunto manejable de cereales, legumbres y leguminosas (tema 4.2 del programa)	61-63
Conjunto manejable de frutas y hortalizas elaboradas (tema 4.3 del programa)	64-65
Otros asuntos	66-68
Documento de información: <i>Directrices sobre la incertidumbre en la medición</i> (CXG 54-2004) (tema 5 del programa)	69-74
Revisión de las <i>Directrices generales sobre muestreo</i> (CXG 50-2004) (tema 6 del programa)	75-81
Documento de debate sobre los criterios para seleccionar métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III (tema 7 del programa)	82-95
Informe de una reunión entre organizaciones sobre métodos de análisis (tema 8 del programa)	96-98
Otros asuntos y trabajos futuros (tema 9 del programa)	99-101
Fecha y lugar de la próxima reunión (tema 10 del programa)	102

Apéndices

Apéndice I: Lista de participantes.....	página 17
Apéndice II: Métodos de análisis y planes de muestreo (ratificados y recomendados para aprobación o revocación, cambios de redacción y consideraciones para el Grupo de trabajo por medios electrónicos sobre cereales, legumbres y leguminosas)	página 25
Apéndice III: Documentos de información Procedimientos para la estimación de la incertidumbre en la medición	página 88
Apéndice IV: Revisión de las <i>Directrices generales sobre muestreo</i> (CXG 50-2004)	página 108
Apéndice V: Guía para seleccionar métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III.....	página 150

RESUMEN Y ESTADO DE LOS TRABAJOS

Parte responsable	Objetivo	Texto/Tema	Código/Referencia	Trámite	Párrafo
Miembros CCEXEC84 CAC46	Aprobación/ Revocación/ Enmienda	Disposiciones sobre métodos de análisis, criterios de rendimiento y planes de muestreo en normas del Codex	CXS 234-1999 CXS 193-1995	-	57 i), 60, 63, 65
Miembros CCEXEC84 CAC46	Aprobación	<i>Directrices generales sobre muestreo</i>	CXG 50-2004	8	81 i)
CCEXEC84 CAC46	Revocación	<i>Métodos de análisis generales para los contaminantes</i>	CXS 228-2001	-	57 ii)
CCSCH7	Adopción de medidas/ Respuesta	Métodos de análisis para las disposiciones de las normas relativas a diversas especias y hierbas culinarias/ Glosario de términos	CXS 234-1999	-	23-25
CCAFRICA25	Adopción de medidas/ Respuesta	Eliminación o mantenimiento de los métodos AOAC 935.47 y AOAC 939.09b	CXS 350-2022 y CXS 234-1999	-	26, 57 iii)
CCNASWP17 GTp sobre la ratificación	Adopción de medidas	Procedimiento normalizado de actuación revisado para la detección de kavalactonas y flavokavainas en productos de kava frescos y secos mediante cromatografía en capa fina de alto rendimiento en la <i>Norma regional para los productos a base de kava que se utilizan como bebida mezclados con agua</i>	CXS 234-1999 CXS 336R-2020	-	30, 57 iii)
CCCF17	Adopción de medidas	Evaluar las disposiciones sobre planes de muestreo en la <i>Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos</i>	CXS 193-1995		31
	Examen/ Actualización	Suma de componentes mediante la adición del nuevo ejemplo	CXS 193-1995	-	34, 57 iv)
	Información/ Adopción de medidas	Proporcionar criterios numéricos de rendimiento para los métodos de detección de aflatoxinas utilizando el concepto de la suma de componentes para todos los productos pertinentes a fin de sustituir los criterios numéricos de rendimiento existentes	CXS 193-1995	-	34
CCAFRICA25 CCASIA23 Todos los comités pertinentes	Adopción de medidas/ Información	Examen y actualización de los métodos de análisis de la Norma general sobre los métodos de análisis y de muestreo	CXS 234-1999 Norma regional para productos de arroz cocido envuelto en hojas de plantas	- -	26, 27, 57 iii); 81 iii)

Parte responsable	Objetivo	Texto/Tema	Código/Referencia	Trámite	Párrafo
CCASIA23	Adopción de medidas	Estudios de validación del método de extracción a fin de establecer el rendimiento del procedimiento de extracción de aceite del arroz	CXS 234-1999	-	28; 57 iii)
Secretaría del Codex	Publicación	Documento de información: <i>Directrices sobre la incertidumbre en la medición</i>	CXG 54-2004	- -	74 ii)
		Documento de información: Orientación sobre la selección de métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III en el documento titulado "Orientación general respecto al proceso de presentación, examen y ratificación de métodos a efectos de su inclusión en la norma CXS 234"	-	-	95
Miembros GTP sobre la ratificación CCMAS43 CCFH54 CCNFSDU44	Examen/ Actualización/ Información	Ejemplos de métodos que cumplen los criterios numéricos de rendimiento como los métodos de detección de plomo, cadmio y aflatoxinas en ciertos cereales y productos a base de cereales, incluidos los alimentos para lactantes y niños pequeños	CXS 234-1999		11, 34
		Métodos de análisis de alimentos irradiados	CXS 231-2001	-	12
	Adopción de medidas/ Información	Métodos de análisis para las disposiciones de la Norma para preparados complementarios	CXS 234-1999		21
		Examen/ Actualización	Métodos de determinación del contenido de humedad de la leche en polvo		
EE. UU. GTP sobre la ratificación CCMAS43	Adopción de medidas/ Ratificación	Criterios numéricos de rendimiento para los métodos de detección de ácido benzoico, sorbatos, calcio y estaño en frutas y hortalizas elaboradas	CXS 234-1999	-	64
GTe (EE. UU.) GTP sobre la ratificación CCMAS43 CCFA54	Adopción de medidas/ Información	Métodos de análisis relacionados con los nitratos y los nitritos	CXS 192-1995	-	13, 57 vii)
GTe (EE. UU.) GTP sobre la ratificación CCMAS43 CCFL48	Adopción de medidas/ Información	Etiquetado precautorio de alérgenos: Métodos de análisis	-	-	15-17, 57 vii)

Parte responsable	Objetivo	Texto/Tema	Código/Referencia	Trámite	Párrafo
Brasil CCMAS43	Elaboración/ Debate	Documento de debate para considerar la armonización de los nombres y formatos de los principios	CXS 234-1999	-	50, 57 vi)
Chile y Brasil CCMAS43	Elaboración/ Debate	Documento de debate para analizar el mejor enfoque para determinar el lugar en que debían presentarse los factores de conversión del nitrógeno	CXS 234-1999	-	53, 57 vi)
GTe (Uruguay, Brasil) CCMAS43	Elaboración/ Debate	Documento de debate sobre la enumeración de métodos de Tipo IV en la norma CXS 234 cuando se mencione un método de Tipo I para el mismo producto y la misma disposición	CXS 234-1999	-	56, 57 vii)
GTe (Canadá) GTp sobre la ratificación CCMAS43	Examen/ Actualización	Conjunto manejable de cereales, legumbres y leguminosas	CXS 234-1999	-	63
GTe (Noruega) GTp sobre la ratificación CCMAS43	Examen/ Actualización	Pescado y productos pesqueros	CXS 234-1999	-	66 ii) a)
GTe (Alemania) GTp sobre la ratificación CCMAS43	Examen/ Actualización	Jugos de fruta	CXS 234-1999	-	66 ii) b)
GTe (Nueva Zelandia y Alemania) Miembros CCMAS43	Elaboración/ Debate	Documento de información (libro electrónico con aplicaciones de los planes de muestreo)	CXG 50-2004	-	81 ii)

LISTA DE ABREVIACIONES

AOAC	AOAC Internacional (anteriormente conocida como la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales)
AOCS	Sociedad Americana de Químicos de Aceites
CAC	Comisión del Codex Alimentarius
CCAFRICA	Comité Coordinador FAO/OMS para África
CCASIA	Comité Coordinador FAO/OMS para Asia
CCCF	Comité del Codex sobre Contaminantes de los Alimentos
CCEXEC	Comité Ejecutivo de la Comisión del Codex Alimentarius
CCFA	Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios
CCFH	Comité del Codex sobre Higiene de los Alimentos
CCFL	Comité del Codex sobre Etiquetado de los Alimentos
CCFO	Comité del Codex sobre Grasas y Aceites
CCMAS	Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras
CCNASWP	Comité Coordinador FAO/OMS para América del Norte y el Pacífico Sudoccidental
CCNFSDU	Comité del Codex sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales
CCSCH	Comité del Codex sobre Especies y Hierbas Culinarias
ELISA	ensayo de inmunoabsorción enzimática
FAO	Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura
FIL	Federación Internacional de Lechería
GT	grupo de trabajo
GTe	grupo de trabajo por medio electrónicos
GTP	grupo de trabajo presencial
ISO	Organización Internacional de Normalización
NFCISO	Oficina Nacional de Inocuidad de la Cadena Alimentaria (Hungría)
NM	nivel máximo
OMS	Organización Mundial de la Salud
REU	Oficina Regional para Europa y Asia Central
UE	Unión Europea

LISTA DE DOCUMENTOS DE SESIÓN

CRD N.º	Tema del programa	Presentado por:
01	División de competencias	UE (División de competencias entre la Unión Europea y sus Estados miembros)
02	2, 3, 4.1, 4.2 y 4.3	Informe del GTp sobre la ratificación
03	6	Revisión de las directrices generales sobre muestreo preparadas por el GTe
04	5	Anteproyecto de documento de información sobre la incertidumbre en la medición
05	3	Coordinador regional en nombre del CCNASWP
06	3	Información presentada por la AOAC, la ISO y la FIL
07	3	FIL e ISO
08	4.1	GTe del conjunto manejable de grasas y aceites
09	2	Chile, Uruguay
10	3	Chile, Ghana, UE, Uruguay
11	4,1	Chile, Ghana
12	4,2	Chile, Colombia, Ghana, Nigeria, Perú, Uruguay
13	4,3	Chile, Ghana, Nigeria, Perú, Uruguay
14	3	Argentina, Brasil, Uruguay
15	5	Chile, Ghana, Nigeria, Perú, Uruguay
16	6	Ghana, Nigeria, Perú, Tailandia, Uruguay
17	7	Chile, Ghana, Uruguay
18	3, 5 y 6	Senegal
19	3	Asociación Internacional de Ciencia y Tecnología Cerealeras
20	1, 2, 3, 4.1, 4.2, 4.3, 5, 6 y 7	Kenya
21	4.1, 4.2, 5, 6 y 7	Uganda
22	6	Eurachem
23	4,2, 4,3	Tailandia
24	8	Informe de la reunión entre organizaciones
25	6	Informe de la reunión del GT sobre la revisión de las directrices generales sobre muestreo

INTRODUCCIÓN

1. El Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (CCMAS) celebró su 42.^a reunión del 13 al 16 de junio de 2023 y aprobó de manera virtual el informe el 20 de junio de 2023, atendiendo a la amable invitación del Gobierno de Hungría. La reunión fue presidida por el Dr. Attila Nagy, Director de la Oficina Nacional de Inocuidad de la Cadena Alimentaria (NFCSO), y la Dra. Zsuzsa Farkas, científica de datos relacionados con la cadena alimentaria del Digital Food Institute, que desempeñó las funciones de Vicepresidenta. Asistieron a la reunión 49 Estados miembros y una organización miembro, 13 organizaciones observadoras y Palestina. La lista de participantes figura en el Apéndice I.

APERTURA DE LA REUNIÓN

2. La reunión fue inaugurada por el Dr. Márton Nobilis, Secretario de Estado del Ministerio de Agricultura de Hungría, que dio la bienvenida a los delegados y destacó la importancia de que el Comité siguiera trabajando para encontrar métodos de análisis y muestreo armonizados y fiables que permitieran mejorar los sistemas de laboratorio y garantizar una mejor inocuidad de los alimentos. También se dirigieron al Comité el Sr. Nabil Gangi, de la Oficina Regional para Europa y Asia Central (REU) de la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO), el presidente en nombre de la Organización Mundial de la Salud (OMS) y el Sr. Steve Wearne, Presidente de la Comisión del Codex Alimentarius

División de competencias

3. El CCMAS tomó nota de la división de competencias entre la Unión Europea (UE) y sus Estados miembros, de conformidad con el párrafo 5 del artículo II del Reglamento de la Comisión del Codex Alimentarius.

APROBACIÓN DEL PROGRAMA (tema 1 del programa)¹

4. El CCMAS aprobó el programa provisional como programa de la reunión.

CUESTIONES REMITIDAS AL COMITÉ POR LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS Y OTROS ÓRGANOS SUBSIDIARIOS (tema 2 del programa)²

5. El CCMAS:
 - tomó nota de los asuntos presentados a título informativo por la Comisión del Codex Alimentarius y el Comité Ejecutivo de la Comisión y de las cuestiones planteadas por el Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios (CCFA), el Comité del Codex sobre Grasas y Aceites (CCFO), el Comité del Codex sobre Contaminantes de los Alimentos (CCCF), el Comité del Codex sobre Higiene de los Alimentos (CCFH) y el Comité del Codex sobre Etiquetado de los Alimentos (CCFL) que requerían la adopción de medidas y que se considerarían en el marco del tema 3 (Ratificación de las disposiciones sobre métodos de análisis y planes de muestreo en las normas del Codex);
 - tomó nota de la labor en curso en el CCCF relativa a los planes de muestreo para la detección de metilmercurio en el pescado;
 - alentó a los miembros y observadores a que, con ocasión del 60.^o aniversario del Codex, planificaran y ejecutaran actividades para dar a conocer el Codex, recabaran apoyo político de alto nivel para la labor de este último y consideraran la posibilidad de convocar un acto regional para conmemorar el 60.^o aniversario;
 - alentó a los miembros y observadores a aprovechar las oportunidades de contribuir a los debates que se llevan a cabo en el Comité Ejecutivo y la Comisión (es decir, la puesta en práctica de las Declaraciones de principios referentes a la función que desempeña la ciencia en el proceso decisorio del Codex y la medida en que se tienen en cuenta otros factores; el futuro del Codex; las nuevas fuentes de alimentos y sistemas de producción, y el seguimiento del uso de las normas del Codex) presentando sus respuestas a las cartas circulares correspondientes.
6. La Secretaría del Codex también presentó las novedades relativas a la publicación de los textos del Codex, el nuevo sitio web del Codex y la manera en que estas iniciativas estaban relacionadas con la Meta 3 del Plan estratégico del Codex para 2020-25, "Incrementar los efectos mediante el reconocimiento y uso de las normas del Codex".

¹ CX/MAS 23/42/1.

² CX/MAS 23/42/2.

7. Para el CCMAS, el nuevo sitio web será especialmente importante porque le permitirá asociar documentos relacionados a los textos que elabora el Comité y colaborar en la elaboración de una base de datos para los *Métodos de análisis y de muestreo recomendados* (CXS 234-1999) y las aplicaciones de libro electrónico para las *Directrices generales sobre muestreo* (CXG 50-2004). Se recomendó que se examinaran en profundidad estas innovaciones digitales con vistas a garantizar que satisfacen las necesidades de todos los usuarios.
8. La Secretaría del Codex propuso llevar a cabo un estudio de delimitación de alcance sobre la elaboración de una base de datos para la norma CXS 234 con las delegaciones del Comité que estuvieran interesadas. Ello garantizaría desde el principio que el proyecto tomara en consideración la experiencia del usuario final, así como las necesidades del CCMAS y de la comunidad del Codex en general.

RATIFICACIÓN DE LAS DISPOSICIONES SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y PLANES DE MUESTREO EN LAS NORMAS DEL CODEX (tema 3 del programa)³

9. El CCMAS consideró las recomendaciones sobre los métodos de análisis y de muestreo propuestos para ratificación y otras cuestiones conexas presentadas en el documento CRD02.
10. El Comité tomó las siguientes decisiones, que también se presentan en el Apéndice II.

Décima quinta reunión del Comité del Codex sobre Contaminantes de los Alimentos (CCCF)

Revisión de los métodos de contaminantes: criterios de rendimiento para el plomo y el cadmio

11. El CCMAS aceptó:
 - los criterios numéricos de rendimiento (Apéndice II, Parte A) y, en consecuencia, acordó:
 - que se revocaran los *Métodos de análisis generales para los contaminantes* (CXS 228-2001) y los métodos de la norma CXS 234 para la detección de plomo y cadmio en los productos a los que se aplican los criterios de rendimiento (Cuadro II del Apéndice I del documento CRD02);
 - seguir examinando los métodos del Cuadro II del Apéndice I del documento CRD02 y otros métodos a fin de encontrar ejemplos de métodos disponibles que cumplieran los criterios;
 - pedir a la Secretaría del Codex que publicara una carta circular para solicitar ejemplos de métodos e información sobre dichos métodos que pudieran cumplir los criterios numéricos de rendimiento con vistas a someterlos al examen del Grupo de trabajo presencial (GTp) sobre la ratificación y del CCMAS en su 43.^a reunión.

Quincuagésima tercera reunión del Comité del Codex sobre Higiene de los Alimentos (CCFH)

Revisión de los métodos de análisis para alimentos irradiados que figuran en los *Métodos generales para la detección de alimentos irradiados* (CXS 231-2001) y su incorporación a la norma CXS 234

12. El CCMAS acordó:
 - que no se ratificaran en esa ocasión los métodos enumerados en la norma CXS 231 debido a que no se disponía de la información suficiente sobre ellos ni sobre su aplicación y que, en consecuencia, se mantuvieran los métodos en la norma CXS 231;
 - que se recopilara más información sobre los métodos mediante una carta circular;
 - que la información y los métodos se presentaran al GTp sobre la ratificación y al CCMAS en su 43.^a reunión para que los volvieran a examinar.

Quincuagésima tercera reunión del Comité del Codex sobre Aditivos Alimentarios (CCFA)

Métodos de análisis relacionados con los nitratos y los nitritos

13. El CCMAS señaló que el Comité debía seguir considerando la respuesta que daría al CCFA y convino en establecer un Grupo de trabajo por medio electrónicos (GTe) presidido por los Estados Unidos de América (EE. UU.) y que trabajara en inglés, para que:
 - estableciera criterios numéricos de rendimiento para la determinación de iones de nitrato y nitrito en las matrices de alimentos que figuran en el Anexo 2 del Apéndice 5 del documento CX/FA 21/52/7;

³ CX/MAS 23/42/2; CX/MAS 23/42/2-Add.1; CX/MAS 23/42/3 y CX/MAS 23/42/3-Add.1.

- examinara los métodos contenidos en el Anexo 1 del Apéndice 5 del documento CX/FA 21/52/7 y determinara si estos métodos cumplían los criterios numéricos de rendimiento establecidos para las matrices que figuran en el Anexo 2 del Apéndice 5 de dicho documento;
 - examinara si los métodos permiten detectar los iones de nitrato y los de nitrito y de hacerlo, si los métodos detectan cada ion por separado o solo en conjunto;
 - debatiera si los distintos sistemas de detección (por separado o en conjunto) podrían influir en la precisión y exactitud de los métodos.
14. El CCMAS acordó que el informe y las recomendaciones del GTe se considerarían en la 43.^a reunión del Comité.

Cuadragésima séptima reunión del Comité del Codex sobre Etiquetado de los Alimentos (CCFL)

Etiquetado de alérgenos alimentarios y etiquetado precautorio de alérgenos: métodos de análisis y muestreo

15. El CCMAS señaló que no estaba en condiciones de dar una respuesta al CCFL en ese momento y acordó establecer un GTe presidido por los EE. UU. y copresidido por el Reino Unido que trabajaría en inglés, para que elaborara un documento de debate sobre las buenas prácticas para la selección de métodos analíticos validados y para la validación de dichos métodos.
16. En el documento de debate se debería considerar lo siguiente en relación con los alérgenos que figuran en el Cuadro 11 del informe de la FAO y la OMS titulado *Risk Assessment of Food Allergens Part 2: Review and Establish Threshold Levels in Foods for the Priority Allergens* (Evaluación de los riesgos de los alérgenos alimentarios. Parte 2: Examinar y establecer niveles de umbral en los alimentos para los alérgenos prioritarios):
- el establecimiento de una terminología y de definiciones normalizadas y armonizadas para los métodos de análisis de alérgenos;
 - la definición de los métodos de análisis disponibles en la actualidad y su estado de validación para las proteínas alergénicas prioritarias enumeradas en el Apéndice I del documento CX/FL 23/47/5 y la indicación del ámbito de aplicación validado (matrices alimentarias, alimentos elaborados) de estos métodos;
 - la información necesaria para la evaluación y validación de los métodos, por ejemplo, los anticuerpos utilizados (en el caso del ensayo de inmunoabsorción enzimática [ELISA]); la reacción cruzada; la aplicabilidad, selectividad y estabilidad (solidez) de los ensayos; los procedimientos de calibración; la sensibilidad; el intervalo de cuantificación; el límite de detección y el límite de cuantificación; la exactitud y veracidad; la eficiencia de la extracción; la precisión; la robustez; la aplicabilidad, la recuperación y la practicabilidad, y si informa del contenido de proteína total. Los requisitos de validación para el análisis de proteínas alergénicas en los alimentos, como la exactitud y la veracidad, la eficiencia de la extracción, la precisión, la robustez, la aplicabilidad, la recuperación y la practicabilidad;
 - los métodos de confirmación para los casos de posible reacción cruzada analítica y ejemplos de ello, como la posibilidad de realizar una segunda confirmación del ELISA, la detección basada en ADN o las técnicas de espectrometría de masas;
 - la referencia a otros documentos de orientación sobre “buenas prácticas”, como los procedimientos de validación de las organizaciones de normalización y los textos del Codex pertinentes.
17. El CCMAS acordó que el GTe no abordaría la cuestión de los planes de muestreo y señaló que estos se tratan en las *Directrices generales sobre muestreo* (CXG 50-2004).

18. Uno de los observadores indicó que la definición de “alérgeno alimentario” acordada por el CCFL en su 47.^a reunión también englobaba otras reacciones inmunitarias específicas, como la enfermedad celíaca, que se define como una enfermedad intestinal crónica mediada por el sistema inmunitario en individuos genéticamente predispuestos debido a la exposición a proteínas del gluten en la dieta que provienen del trigo y todas las especies del género *Triticum*, el centeno, la cebada y el triticale, y que en la Norma relativa a los alimentos para regímenes especiales destinados a personas intolerantes al gluten (CXS 118-1979) se aborda esta cuestión, y pidió que se tuviera en cuenta esta norma al atender la solicitud del CCFL.

Cuadragésima tercera reunión del Comité del Codex sobre Nutrición y Alimentos para Regímenes Especiales (CCNFSDU)

Métodos de análisis para las disposiciones de la Norma para preparados complementarios (CXS 156-1987)

19. El CCMAS observó que el GTP no había atendido la petición del CCNFSDU (párr. 1 del documento CX/MAS 23/42/3).

20. La Secretaría del Codex aclaró que la petición del CCNFSDU era posterior a la revisión de la *Norma para preparados complementarios* (CXS 156-1987), que consta de dos partes dedicadas a i) los preparados complementarios para lactantes de más edad y ii) productos para niños pequeños. La norma vigente CXS 234 contiene métodos de análisis para ciertas disposiciones relativas a los preparados complementarios y el CCMAS debería considerar si estos métodos también se podrían aplicar a productos para niños pequeños. La norma revisada elaborada por el CCNFSDU ha sido enviada para su aprobación definitiva por la Comisión del Codex Alimentarius en su 46.º período de sesiones y, una vez aprobada, el CCMAS podría considerar la petición.
21. El CCMAS acordó considerar esta cuestión en su próxima reunión.

Métodos de la Norma para preparados para lactantes y preparados para usos medicinales especiales destinados a los lactantes (CXS 72-1981) para determinar el contenido de vitamina B12, aminoácidos totales (excepto la taurina y el triptófano) y triptófano

22. El CCMAS ratificó los métodos propuestos (Apéndice III del documento CRD02).

Quinta reunión del Comité del Codex sobre Especies y Hierbas Culinarias (CCSCH)

23. El CCMAS:

- no ratificó los métodos propuestos por el CCSCH y acordó devolverlos al Comité para que los volviera a considerar;
- solicitó al CCSCH que respondiera a las preguntas siguientes a fin de ayudar al CCMAS a ratificar los métodos, a saber:

Norma para raíces, rizomas y bulbos secos: jengibre seco o deshidratado (CXS 343-2021); Norma para partes florales secas: clavos de olor (CXS 344-2021), Norma para hojas secas: albahaca seca (CXS 345 2021).

1. La norma ISO 927 se considera un método de Tipo I para los insectos muertos secos, pero de Tipo IV para los insectos vivos. ¿Existe algún motivo que justifique tal diferencia de clasificación?
2. La norma MPM-V8 se considera un método de Tipo IV para detectar la presencia de excrementos de mamíferos y otros animales; sin embargo, la ISO 927 parece englobar esta categoría y se considera un método de Tipo I en otras partes de la tabla. ¿Existe algún motivo para seleccionar un método de Tipo IV para esta disposición?

Norma para partes florales secas: azafrán (CXS 351-2021)

1. Las disposiciones relativas a la intensidad del sabor, la intensidad del aroma y la intensidad del color recurren a la norma ISO 3632-2 y se consideran de Tipo IV. Habida cuenta de que esta norma ISO es específica para el azafrán, ¿existe algún motivo para que se considere de Tipo IV y no de Tipo I?

Norma para chiles y paprika secos o deshidratados (CXS 353-2022)

1. Para la disposición relativa a los insectos vivos, se mencionan dos métodos y ambos se consideran de Tipo I. ¿Son idénticos estos métodos? De no serlo, uno se debe ratificar como método de Tipo I y el otro se debe eliminar.

Proyecto de Norma para especias derivadas de frutas y bayas secas (Parte A: pimienta de Jamaica, bayas de enebro y anís estrellado)

1. Se enumeran métodos de Tipo I y de Tipo IV para las disposiciones relativas a los insectos muertos enteros y los fragmentos de insectos. Si bien se permite enumerar métodos de Tipo I y de Tipo IV, debería haber un motivo convincente para hacerlo. ¿Sería posible explicar el motivo de esta solicitud?
2. En la disposición relativa a la suciedad y la suciedad ligera, hay algunos comentarios entre paréntesis que piden indicar ahí todos los tipos de suciedad, por ejemplo, ¿excrementos de mamíferos? No queda claro si este texto debería haber sido eliminado.

Comparación entre diferentes normas del CCSCH

1. En la *Norma para raíces, rizomas y bulbos secos: jengibre seco o deshidratado* (CXS 343-2021), norma la ISO 927 se considera un método de Tipo IV para excrementos de mamíferos y otros animales, pero en la *Norma para semillas secas: nuez moscada* (CXS 352-2022), se la considera un método de Tipo I para la misma disposición. ¿Hay algún motivo para que el mismo método se clasifique de forma distinta para la misma disposición?
2. En algunas normas la disposición aparece como “moho visible” y en otras como “visible moho”. ¿Tiene algún significado esta diferencia o podría utilizarse un único nombre para la disposición de forma coherente en todas las normas?
3. Existen algunas diferencias entre las normas respecto de los grupos de disposiciones. Un ejemplo de

ello es el proyecto de Norma para el cardamomo pequeño seco, donde hay una disposición referente a los insectos enteros vivos o muertos, mientras que en la *Norma para raíces, rizomas y bulbos secos: jengibre seco o deshidratado* (CXS 343-2021), las disposiciones se refieren por separado a los insectos enteros muertos y los insectos vivos. ¿Son intencionadas estas diferencias?

24. A la pregunta de si existía algún conjunto de definiciones o términos que pudieran ayudar al CCMAS cuando se examinan los métodos para detectar sustancias extrañas a efectos de su ratificación, la Secretaría del Codex aclaró que el CCSCCH había elaborado un glosario de términos para su uso interno, que se puede consultar en el documento CX/SCH 17/3/10.
25. El CCMAS acordó que pediría al CCSCCH que confirmara la disponibilidad de dicho glosario.

Vigésima cuarta reunión del Comité Coordinador FAO/OMS para África (CCAFRICA)

Métodos de análisis y muestreo para las disposiciones de la Norma para carnes secas (CXS 350-2022)

26. El CCMAS acordó:
- ratificar los métodos de análisis (Apéndice II, Parte 1);
 - preguntar al CCAFRICA si la eliminación de los métodos AOAC 935.47 y AOAC 939.09b para la detección de cloruro había sido deliberada o si los métodos se habrían tenido que seguir considerando de Tipo III. El CCMAS había solicitado al CCAFRICA que estableciera un único método de Tipo II de entre múltiples métodos presentados para la detección del cloruro y que mantuviera el resto de los métodos como de Tipo III⁴;
 - no ratificar el plan de muestreo y solicitar al CCAFRICA que elaborara un plan de muestreo acorde con las *Directrices generales sobre muestreo* revisadas (CXG 50-2005).

Vigésima segunda reunión del Comité Coordinador FAO/OMS para Asia (CCASIA)

Métodos de análisis y muestreo para las disposiciones del proyecto de Norma regional para productos de soja fermentados con *Bacillus spp.*

27. El CCMAS:
- ratificó los métodos de análisis para las disposiciones (Apéndice II, Parte 1);
 - no ratificó el plan de muestreo y acordó solicitar al CCASIA que elaborara un plan de muestreo para la *Norma regional para productos de soja fermentados con Bacillus spp.*, de conformidad con las *Directrices generales sobre muestreo* revisadas (CXG 50-2004) y tomó nota de la aclaración de la Secretaría del Codex referente a que la falta de planes de muestreo en las normas para productos no impediría la aprobación ni la publicación de las normas.

Norma regional para productos de arroz cocido envuelto en hojas de plantas

28. El CCMAS:
- ratificó los métodos de análisis para la determinación del índice de peróxido como métodos de Tipo IV (Apéndice II, Parte 1);
 - señaló que no existían datos de validación relativos al paso de extracción de aceite a partir del arroz que permitieran determinar el rendimiento (por ejemplo, la recuperación o la precisión) y acordó solicitar al CCASIA que realizara los estudios de validación correspondientes a fin de determinar el rendimiento (por ejemplo, la recuperación o la precisión) del procedimiento de extracción y que remitiera los datos al CCMAS para que los examinara y reconsiderara la clasificación.

Décima sexta reunión del Comité Coordinador FAO/OMS para América del Norte y el Pacífico Sudoccidental (CCNASWP)

Métodos de análisis para las disposiciones del Proyecto de norma regional para el jugo fermentado de fruto de noni

29. El CCMAS:
- ratificó los métodos de análisis para la determinación de la escopoletina y el ácido deacetilasperulosídico como métodos de Tipo IV (Apéndice II, Parte 1);
 - ratificó los métodos AOAC 983.17/EN 12143/IFUMA 8/ISO 2173 para determinar el grado Brix (sólidos solubles) como métodos de Tipo IV, ya que, en la 41.^a reunión del CCMAS, se había determinado que eran idénticos y que se debía esperar a que concluyera el estudio dirigido por la

⁴ REP21/MAS, párr. 12 ii).

Unidad de Aplicación y Facilitación para reconsiderar su clasificación⁵.

Procedimiento normalizado de actuación revisado para la detección de kavalactonas y flavokavainas en productos de kava frescos y secos mediante cromatografía en capa fina de alto rendimiento en la Norma regional para los productos a base de kava que se utilizan como bebida mezclados con agua (CXS 336R-2020)

30. El CCMAS:

- no ratificó el procedimiento normalizado de actuación porque no describía cómo hacer la determinación final;
- solicitó al CCNASWP que introdujera más modificaciones a fin de abordar la falta de instrucciones sobre los pasos de la determinación final y la evaluación respecto de una especificación.

Décima sexta reunión del Comité del Codex sobre Contaminantes de los Alimentos (CCCF)

Disposiciones sobre planes de muestreo en la Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos (CXS 193-1995)

31. El CCMAS:

- ratificó el plan de muestreo (véase el Apéndice II, Parte 1; Planes de muestreo para determinar el contenido total de aflatoxinas en ciertos cereales y productos a base de cereales, incluidos los alimentos para lactantes y niños pequeños);
- solicitó al CCCF que evaluara los planes de muestreo de la norma CXS 193, incluido el que se acababa de ratificar, a fin de determinar si los planes todavía figuraban en la revisión de las *Directrices generales sobre muestreo* (CXG 50-2004).

Criterios de rendimiento: suma de componentes

32. El CCMAS tomó nota de que el GTp había aceptado el enfoque de la suma de componentes, pero que la nota a pie de página se había eliminado porque creaba un conjunto de múltiples criterios numéricos de rendimiento en cada nivel máximo (NM). En cambio, se utilizó una proporción de isómeros 1:1:1:1 como base para calcular un único conjunto de criterios numéricos utilizando el enfoque de la suma de componentes, ya que esto estaba implícito en una opción proporcionada en la nota a pie de página original.

33. El CCMAS señaló que el documento de información sobre la suma de componentes (y la orientación contenida en el *Manual de procedimiento*) permitía abordar la suma de componentes caso por caso y el documento de información ofrece ejemplos. Se solicitó que se actualizara dicho documento a fin de que reflejara este nuevo ejemplo.

34. El CCMAS:

- ratificó los criterios numéricos de rendimiento revisados propuestos por el GTp (Apéndice II, Parte 1);
- pidió a la Secretaría del Codex que publicara una circular para solicitar información sobre ejemplos de métodos que cumplieran los criterios numéricos de rendimiento;
- acordó informar al CCCF sobre la justificación de los criterios numéricos de rendimiento revisados y recomendarle que proporcionara dichos criterios para los métodos de detección de las aflatoxinas utilizando el concepto de la suma de componentes para todos los productos pertinentes, a fin de sustituir a los criterios numéricos existentes en la norma CXS 193;
- acordó actualizar el documento de información sobre la suma de componentes añadiendo el siguiente texto al final del documento:

“si los componentes incluidos en la definición de NM no están presentes en proporciones constantes y cuando la inclusión de factores de ponderación de los componentes individuales da como resultado unos valores de límite de detección y límite de detección o un intervalo mínimo aplicable que no pueda validarse, se debe utilizar el NM/n para determinar el criterio relativo al límite de detección (por ejemplo, $1/5 \cdot NM/n$) y al límite de detección (por ejemplo, $2/5 \cdot NM/n$) o al intervalo mínimo aplicable (por ejemplo, $NM/n \pm 2S_R$), donde n es el número de componentes incluidos en la definición de NM”.

Otras propuestas

Método de análisis para la determinación del contenido de humedad en la leche en polvo

⁵ Véase el párrafo 13 del documento REP21/MAS para obtener información sobre el estudio dirigido por la Unidad de Aplicación y Facilitación.

35. El CCMAS recordó que en su 41.^a reunión no se había podido lograr un consenso sobre el método ISO 5537|IDF 26 para la determinación del contenido de humedad en la leche en polvo, que esta cuestión se volvería a considerar en su 42.^a reunión y que sería necesario disponer de datos sobre rendimiento para evaluar la sustitución de un método de Tipo I enumerado en la norma CXS 234⁶.
36. El CCMAS señaló que el Uruguay, la Argentina y el Brasil habían presentado una propuesta alternativa junto con los datos sobre rendimiento para someterla a la consideración del GTp (CX/MAS 23/42/3, Apéndice II, Anexo 2). La propuesta era que el CCMAS ratificara el método descrito en la norma CX/MAS 23/42/3, Apéndice II, Anexo II como método de Tipo I para la determinación del contenido de humedad en la mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo, la mezcla con bajo contenido de grasa de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo, los permeados lácteos en polvo, las leches en polvo y las cremas en polvo y los sueros de leche en polvo.
37. El CCMAS señaló que el GTp no podía lograr un consenso sobre este asunto, pero había propuesto que el método se considerara de Tipo IV. Teniendo en cuenta que en el *Manual de procedimiento* no se impide tener un método de Tipo IV cuando ya existe un método de Tipo I para la misma combinación de disposición y producto, esto solo se debería hacer de forma excepcional y plenamente justificada.
38. El CCMAS procedió a considerar esta propuesta.
39. Las delegaciones que estaban a favor de la propuesta manifestaron las opiniones siguientes, algunas de las cuales fueron una reiteración de opiniones expresadas en reuniones anteriores del Comité, a saber:
- el método ISO|IDF tenía limitaciones de uso, especialmente porque el equipo y los utensilios no se encontraban disponibles comúnmente, eran costosos y, por lo tanto, no eran accesibles para muchos países;
 - el CCMAS no debería solamente considerar los datos de rendimiento, sino también estudiar la aplicabilidad, la disponibilidad y el costo de los métodos en consonancia con los criterios de selección de métodos establecidos en el Manual de procedimiento;
 - la consideración del método como método de Tipo IV permitiría a los países utilizarlo si el método ISO|IDF no estuviera disponible, en consonancia con uno de los principios del Codex para garantizar la inclusividad;
 - los datos de rendimiento que se habían generado en estudios realizados por varios laboratorios acreditados en América del Sur mostraron que el método es adecuado para sus fines y que cumple los criterios para ser seleccionado como un método en la norma CXS 234;
 - el método se podría ratificar como método de Tipo IV en el entendimiento de que se trataría de una situación muy específica con respecto a la accesibilidad del método ISO|IDF y que se podría introducir una nota a pie de página para explicar este punto. Ello sería similar al enfoque adoptado en el examen del Conjunto manejable de grasas y aceites (véase el tema 4 del programa).
40. Las delegaciones contrarias a la propuesta en este momento manifestaron las opiniones siguientes:
- que ya había un método validado por una organización de normalización disponible, esto es, ISO 5537|IDF 26;
 - que el equipo ya se encontraba disponible en muchos países de todo el mundo y que se disponía de instrucciones para la construcción del equipo si el costo de adquisición suponía un obstáculo;
 - que si se ratificara el método propuesto en el documento CX/MAS 23/42/3 Add.1, Apéndice II, Anexo 2, se necesitaría más tiempo para examinar los datos de rendimiento a fin de confirmar que el método era aplicable a todas las matrices determinadas y se debería examinar el ámbito de aplicación del método. Algunas de las matrices eran ricas en lactosa y el método podría no ser aplicable a estas matrices;
 - que el método era similar al método IDF 26A:1993, que había sido retirado por la organización de normalización;
 - que el método había sido revocado a petición del CCMMP porque se había determinado que su reproducibilidad no era aceptable y se sustituyó por métodos de Tipo I. Se podría considerar excepcionalmente como método de Tipo I si surgieran dificultades con la calibración del equipo;
 - que el método debía considerarse en la 43.^a reunión del CCMAS con vistas a determinar las

⁶ REP21/MAS, párrs. 36-41.

consecuencias y las implicaciones de incluir el método como método de Tipo IV;

- que era importante disponer de una buena reproducibilidad para la determinación del contenido de humedad, puesto que afectaba a otros parámetros como la determinación de proteínas.

41. El observador de la FIL reiteró las declaraciones formuladas en la 41.^a reunión del CCMAS en relación con la historia del método, la disponibilidad inmediata y el costo limitado del equipo en el mercado y señaló que no debería haber impedimento alguno para utilizar el método ISO|IDF.
42. Teniendo en cuenta que no había ninguna norma estricta que impidiera ratificar un método de Tipo IV si había uno de Tipo I, que los datos sobre rendimiento se habían presentado para su examen e indicaban que el método era adecuado para sus fines, el CCMAS aceptó ratificar el método como método de Tipo IV para las matrices determinadas en el Apéndice II, Parte 1.6. Se añadió una nota a pie de página en la que se explicaba que el método descrito en la norma CXS 234 se consideraba de Tipo IV “debido a la accesibilidad al equipo y la calibración del método ISO 5537|IDF 26”.
43. El CCMAS acordó que examinaría el método para los permeados lácteos y los sueros de leche en polvo en su próxima reunión y solicitó a los países que presentaran más datos para respaldar este examen. El ámbito de aplicación del método también se modificó en consecuencia.
44. El CCMAS acordó que la Secretaría del Codex publicaría una circular para solicitar más información y datos sobre la aplicabilidad del método para los permeados lácteos y los sueros de leche en polvo a fin de someterlos a la consideración del GTP sobre la ratificación y del CCMAS en su 43.^a reunión.

Propuestas formuladas por las organizaciones observadoras

Determinación del contenido de lactosa y de materias grasas en la norma CXS 234 y actualización del método ISO|IDF para ciertos tipos de leche y de productos lácteos

45. El CCMAS:
- ratificó el método ISO 22662|IDF 198 como método de Tipo II para la determinación del contenido de lactosa en los permeados lácteos en polvo (Apéndice II, Parte 1);
 - aprobó las modificaciones propuestas en el Apéndice XI del documento CRD02 para la leche y los productos lácteos.

Disposiciones relativas a la fibra dietética en la norma CXS 234

46. El CCMAS señaló que la propuesta se había retirado y que se presentaría otra al CCNFSDU para su consideración y posible remisión al CCMAS.

OTROS ASUNTOS

47. El CCMAS señaló que se habían planteado varias cuestiones generales durante las deliberaciones del GTE en relación con los conjuntos manejables (tema 4) y en los debates mantenidos por el GTP y que el Comité debería considerar la forma de abordar estas cuestiones:
48. El CCMAS tomó las siguientes decisiones en relación con las cuestiones generales:

Debate y decisión sobre los nombres y el formato utilizados para los principios determinados en la norma CXS 234

49. Se observó que el mismo principio a menudo se identificaba de formas diferentes y que no había acuerdo sobre la información que debía figurar en el principio.
50. El CCMAS acordó que el Brasil preparara un documento de debate para considerar la armonización de los nombres y el formato de los principios determinados en la norma CXS 234 (una actualización del documento CXS/MAS 17/38/6, Anexo 3), así como la forma de armonizar los nombres de las disposiciones (por ejemplo, “contenido de humedad” o “humedad”).
51. Uno de los observadores señaló que al considerar los nombres de los principios en la norma CXS 234, se debería tener en cuenta el espacio disponible en la base de datos y recordó que los nombres de las disposiciones deberían estar en consonancia con la norma para productos.

Incorporación de los factores de conversión del nitrógeno en la norma CXS 234

52. El CCMAS recordó que se había tomado la decisión de que el Comité no debía establecer factores de conversión, lo cual era responsabilidad de los comités sobre productos, pero señaló que se necesitaba un enfoque coherente respecto del lugar en que se debían presentar estos factores, ya fuera en la norma CXS 234 o dejándolo únicamente en la norma para productos.
53. El CCMAS acordó que Chile y el Brasil prepararan un documento de debate para analizar el mejor enfoque

para determinar el lugar en que debían presentarse los factores de conversión del nitrógeno.

Equivalencia de los métodos de Tipo I

54. El CCMAS señaló que en su 43.^a reunión podría considerar si se debiera elaborar un documento de debate para estudiar la cuestión.

Lista de métodos de Tipo IV en la norma CXS 234 cuando se menciona un método de Tipo I para el mismo producto y la misma disposición

55. El CCMAS recordó que en esta reunión se había adoptado un enfoque para tener tanto un método de Tipo I como de Tipo II, siempre que hubiera un motivo que lo justificara. Utilizar dicho enfoque requeriría hacer cambios en el documento de información: "Orientación general respecto al proceso de presentación, examen y ratificación de métodos para su inclusión en la norma CXS 234", para describir esta situación.
56. El CCMAS acordó establecer un GTe presidido por el Uruguay y copresidido por el Brasil, que trabajara en inglés, para que elaborara un documento de debate dirigido a:
- determinar en la norma CXS 234 todos los productos y las disposiciones en los que se mencionen métodos tanto de Tipo I como de Tipo IV;
 - evaluar los motivos de los métodos de Tipo I y de Tipo IV mencionados;
 - examinar los criterios y los enfoques aplicables para los casos en que puedan coexistir métodos de Tipo I y de Tipo IV;
 - en caso necesario, formular recomendaciones para introducir cambios en el documento de información y la norma CXS 234.

Conclusiones

57. El CCMAS acordó:
- i. presentar los métodos de análisis y los planes de muestreo para su aprobación o revocación por la Comisión del Codex Alimentarius en su 46.^o período de sesiones (Apéndice II, partes 1 y 2);
 - ii. solicitar a la Comisión, en su 46.^o período de sesiones, que revocara la norma sobre *Métodos de análisis generales para los contaminantes* (CXS 228-2001);
 - iii. informar a los comités pertinentes de las decisiones adoptadas en la reunión (párrs. 11, 12, 13, 15-17) y remitir las peticiones pertinentes al CCSC (párrs. 23 y 25), el CCAFRICA (párr. 26), el CCNASWP (párr. 30), el CCCF (párr. 31-34) y el CCASIA (párr. 27 y 28);
 - iv. actualizar el documento de información sobre la suma de componentes mediante la adición del nuevo ejemplo (párr. 34) e informar al CCCF de esta decisión;
 - v. solicitar a la Secretaría del Codex que publicara las circulares mencionadas en los párrafos 11, 12, 34 y 44;
 - vi. solicitar al Brasil y Chile que elaboraran los documentos de debate mencionados en los párrafos 50 y 53 para someterlos a la consideración del CCMAS en su 43.^a reunión;
 - vii. establecer los siguientes GTe para que formularan recomendaciones y elaboraran documentos de debate para su consideración por el CCMAS en su 43.^a reunión:
 - a. un GTe presidido por los EE. UU., que trabajara en inglés (véase el párr. 13),
 - b. un GTe presidido por los EE. UU. y copresidido por el Reino Unido, que trabajara en inglés (véase el párr. 16),
 - c. un GTe presidido por el Uruguay y copresidido por el Brasil (véase el párr. 56);
 - viii. restablecer el GTP sobre la ratificación, presidido por los EE.UU., los Países Bajos, Hungría y Australia, pendiente de confirmación, y que trabajara en inglés, para que se reuniera antes de la próxima reunión con objeto de considerar todos los métodos de análisis y muestreo presentados por los comités del Codex a efectos de su ratificación, incluidas las propuestas relativas a los conjuntos manejables: cereales, legumbres y leguminosas; frutas y hortalizas elaboradas; pescado y productos pesqueros, y jugos de frutas (véase el tema 4 del programa); los métodos aplazados en esta reunión y cualesquiera otros asuntos remitidos por otros comités del Codex o presentados por los miembros y los observadores.

EXAMEN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS EN LA NORMA CXS 234 (tema 4 del programa)

58. El CCMAS recordó que las recomendaciones formuladas por los GTe sobre los tres conjuntos manejables: grasas y aceites; cereales, legumbres y leguminosas, y frutas y hortalizas elaboradas, habían sido

considerados por el GTp sobre la ratificación. El CCMAS consideró las recomendaciones presentadas en el documento CRD02.

CONJUNTO MANEJABLE DE GRASAS Y ACEITES (tema 4.1 del programa)⁷

59. El CCMAS:

- ratificó los métodos propuestos (Apéndice X, CRD02) incluida la nota a pie de página relativa al método AOCS Cc 12-59 y su clasificación como método de Tipo IV, incluso aunque exista un método de Tipo I para el mismo producto y disposición;
- señaló que, aunque el GTe había emprendido la revisión de los métodos relacionados con las disposiciones de la Norma para los aceites de oliva y aceites de orujo de oliva (CXS 33-1981) (CRD08), el examen de estos métodos se había suspendido en espera de la revisión que el CCFO estaba llevando a cabo de dicha norma (CXS 33-1981), en consonancia con la decisión adoptada por el CCMAS en su 41.^a reunión;
- señaló que, con estas conclusiones, el trabajo de examen de los métodos para el conjunto manejable de grasas y aceites había concluido y dio las gracias a los Países Bajos y al presidente y los miembros del GTe por su labor.

Conclusiones

60. El CCMAS acordó presentar los métodos de análisis para su aprobación o revocación por la Comisión del Codex Alimentarius en su 46.^o período de sesiones (Apéndice II, partes 1 y 2).

CONJUNTO MANEJABLE DE CEREALES, LEGUMBRES Y LEGUMINOSAS (tema 4.2 del programa)⁸

61. El CCMAS tomó nota de que el GTe sobre el conjunto manejable de cereales, legumbres y leguminosas había:

- concluido el examen de ciertos métodos de análisis cuya ratificación había sido recomendada por el GTp (Apéndice XI, Grupo 1 – CRD02);
- determinado los métodos que requerían medidas complementarias adicionales (Apéndice XI, Grupo 2 – CRD02). Se llamó la atención sobre la necesidad de disponer de métodos adecuados validados internacionalmente para sustituir a los métodos CAC/RM;
- acordado no adoptar ninguna medida relacionada con los nuevos métodos propuestos por las organizaciones de normalización como actualizaciones o sustituciones de los métodos ya contenidos en la norma CXS 234 (Apéndice XI, Grupo 3 – CRD02), ya que la consideración de las propuestas de nuevos métodos no formaba parte del ámbito de competencia del GTe.

62. Asimismo, el CCMAS:

- señaló que se deberían revocar los métodos propuestos para la detección de aflatoxinas en los cacahuetes (maníes) (crudos o destinados a ulterior elaboración) debido a que ya existían criterios numéricos de rendimiento para los métodos aprobados y publicados en la *Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos* (CXS 193-1995). Sin embargo, se convino que el CCCF debía actualizar estos criterios de rendimiento y que el GTp sobre la ratificación podría considerarlo;
- confirmó que el GTe debía seguir considerando los métodos para la quinua (un pseudocereal) teniendo en cuenta los datos de validación que se presentaran para examen.

Conclusiones

63. El CCMAS acordó:

- presentar los métodos de análisis para su aprobación o revocación (Apéndice II, partes 1 y 2);
- volver a convocar el GTe, presidido por el Canadá, que trabajaría en inglés, para seguir examinando los métodos determinados en el Apéndice II, Parte 3, y
- que se presentaran nuevos métodos de conformidad con la "Orientación general respecto al proceso de presentación, examen y ratificación de métodos para su inclusión en la norma CXS 234," a fin de

⁷ CL 2022/60/OCS-MAS; CX/MAS 23/42/4 (observaciones de: Brasil, Canadá, Chile, Colombia, Egipto, Filipinas, Iraq, Kenya, Noruega, Perú, Tailandia, Unión Europea, Sociedad Americana de Químicos de Aceites (AOCS) y Comisión Internacional de Métodos Uniformes para el Análisis del Azúcar [CIMUADA]).

⁸ CL 2023/13-MAS; CX/MAS 23/42/5; CX/MAS 23/42/5-Add.1(REV) (observaciones de: Australia, Brasil, Egipto, Filipinas, Iraq, Jamaica, Paraguay, Singapur, Unión Europea AACC International).

someterlos al examen del GTp sobre la ratificación. Las propuestas de nuevos métodos se debían presentar en respuesta a la circular que distribuiría la Secretaría del Codex.

CONJUNTO MANEJABLE DE FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS (tema 4.3 del programa)⁹

64. El CCMAS señaló:

- que los métodos para determinar el contenido de ácido benzoico, sorbatos, calcio y estaño en frutas y hortalizas elaboradas se mantendrían en la norma CXS 234 mientras los EE.UU. elaboraban los criterios numéricos de rendimiento para su consideración por el GTp sobre la ratificación y el CCMAS en su 43.^a reunión;
- que la labor del GTe había concluido y dio las gracias a los EE.UU. y al Presidente y los miembros del GTe por su trabajo;
- que el método para determinar el contenido de plomo en ciertas frutas y hortalizas elaboradas debía eliminarse del cuadro de métodos sometidos a la consideración del CCMAS (Apéndice XI, CRD02), puesto que el Comité había acordado criterios numéricos de rendimiento (véase el párrafo 11) para sustituir el método de análisis.

Conclusiones

65. El CCMAS acordó presentar los métodos de análisis para su aprobación y revocación por la Comisión del Codex Alimentarius en su 46.^o período de sesiones (Apéndice II, partes 1 y 2).

Otros asuntos

66. En vista de la finalización del examen de los conjuntos manejables de las grasas y aceites y de las frutas y hortalizas elaboradas, el CCMAS acordó:

- i. empezar a examinar los métodos en el conjunto manejable del pescado y los productos pesqueros y en el de los jugos de frutas;
- ii. establecer dos GTe:
 - a. uno presidido por Noruega y que trabajara en inglés, para que examinara el conjunto manejable de pescado y productos pesqueros;
 - b. otro presidido por Alemania y que trabajara en inglés, para que examinara el conjunto manejable de los jugos de frutas.

67. El CCMAS recordó que la labor de examen de los métodos de la norma CXS 234 consistía en eliminar incongruencias, hacer correcciones de redacción, comprobar que los métodos seguían siendo adecuados para sus fines y revisar la clasificación. Con vistas a facilitar la labor, el GTe no debería considerar nuevos métodos a menos que sea para encontrar métodos que sustituyan a los que ya no sean adecuados para sus fines.

68. El CCMAS recordó a los miembros y observadores:

- que podían presentar nuevos métodos para las disposiciones de las normas a los comités sobre productos activos para que los consideraran y los presentaran al CCMAS como parte del proceso de ratificación;
- que si el Comité quedaba suspendido *sine die*, los nuevos métodos se podían presentar directamente al CCMAS para su examen por el GTp sobre la ratificación.

DOCUMENTO DE INFORMACIÓN: DIRECTRICES SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN (CXG 54-2004) (tema 5 del programa)¹⁰

69. Alemania, que ejercía la presidencia del GTe, presentó el tema y recordó que el CCMAS, en su 39.^a reunión (2018), había acordado iniciar nuevos trabajos relacionados con la revisión de las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* (CXG 54-2004). En el proceso de revisión, el CCMAS, en su 40.^a reunión (2019), había acordado mantener el contenido de las Directrices en lo esencial en relación con la incertidumbre en la medición y proporcionar más información y explicaciones para facilitar su comprensión y aplicación en un documento de información. El primer borrador se presentó al CCMAS en su 41.^a reunión (2021) y fue revisado posteriormente por Alemania basándose en los comentarios aportados en dicha reunión con vistas a elaborar

⁹ CL 2023/48-MAS; CX/MAS 23/42/6; CX/MAS 23/42/6-Add.1 (observaciones de: Australia, Brasil, Colombia, Egipto, Iraq, Paraguay, Unión Europea y Consejo Mundial del Tomate Elaborado).

¹⁰ CL 2023/14-MAS; CX/MAS 23/42/7; CX/MAS 23/42/7-Add.1 (observaciones de Australia, el Brasil, el Canadá, Chile, Egipto, Filipinas, Iraq, el Japón, Mauricio, Nueva Zelanda, Paraguay, Singapur, la UE y la CIMUADA).

una nueva versión, que figura en el Apéndice I del documento CX/MAS 23/42/7. Los principales cambios introducidos fueron los siguientes:

- se efectuaron cambios de redacción en todo el documento; en la Sección 2 se añadió un análisis del método de Monte Carlo (con un ejemplo);
- al final de la Sección 3 se añadió una nueva nota referente al caso de que la precisión dependa de la concentración;
- al final de la Sección 5 se añadió un párrafo referente a la necesidad de realizar un estudio de verificación;
- al final de la Sección 7 se añadió una nueva nota referente al submuestreo;
- el párrafo referente a los intervalos de confianza para las estimaciones de la desviación estándar se reescribió para aclarar la sintaxis de Excel y las expresiones matemáticas subyacentes;
- al principio de la Sección 9 se añadió un breve párrafo en el que se resumían los tipos de procedimientos descritos en la norma ISO 5725-3 revisada y la nueva norma ISO TS 23471;
- se actualizaron las referencias.

70. La Delegación también explicó que, atendiendo a la solicitud de observaciones por medio de la circular CL 2023/14-MAS, el documento se volvió a revisar sobre la base de los comentarios presentados en respuesta a dicha circular, que se puede consultar en el documento CRD04. Los principales cambios introducidos fueron los siguientes:

- otros cambios de redacción, como la adición de encabezados de sección para aclarar la estructura del documento (por ejemplo, en la Sección 2, Enfoque de abajo hacia arriba: aproximación lineal y Enfoque de arriba hacia abajo: método de Monte Carlo);
- se corrigieron las referencias (por ejemplo, las fechas de publicación de las normas ISO);
- en la Sección 3 se añadió una nota referente al sesgo y a los materiales de referencia certificados;
- en la Sección 7 se añadió una nota referente a la norma ISO 19036;
- en la Sección 9.4 se añadió una nueva subsección sobre la contribución del submuestreo y la heterogeneidad a la incertidumbre. La sección sobre variabilidad fundamental es ahora una subsección de la Sección 9.4;
- se añadió una nueva sección sobre los procedimientos para determinar las contribuciones a la incertidumbre que faltan en las estimaciones de la incertidumbre en la medición derivadas de los datos de precisión obtenidos en estudios colaborativos (Sección 9.5).

71. La Secretaría del Codex aclaró que los documentos de información no seguían el procedimiento de trámites, a diferencia de las normas o las directrices del Codex y que, por ello, la Comisión del Codex Alimentarius no había aprobado dichos documentos y seguían estando disponibles para uso interno del Comité o para consulta pública en la página web del Codex, previo acuerdo del Comité. También señaló que los documentos de información se podían considerar documentos dinámicos sujetos a revisión siempre que fuera necesario. Por consiguiente, en el futuro podrían realizarse nuevas actualizaciones de este documento si fuera necesario.

72. El CCMAS manifestó su apoyo general al documento de información revisado en el documento CRD04.

73. Atendiendo a la petición de incluir una frase referente al método de Monte Carlo como enfoque alternativo apropiado para comprobar una estimación ya existente de la incertidumbre en la medición en determinadas circunstancias, se señaló que dicho método podría ser adecuado siempre y cuando todos los componentes diferentes de la incertidumbre en la medición se hubieran incluido debidamente en la ecuación o modelo. A raíz de esta explicación, se convino en incluir dos frases adicionales para indicar que i) el método de Monte Carlo se podía utilizar para comprobar las estimaciones de la incertidumbre en la medición obtenidas anteriormente por medio de una aproximación lineal, pero que ii) si no se podía garantizar que todas las fuentes importantes de incertidumbre se hubieran incorporado en la ecuación o modelo, se sugería recurrir al enfoque de arriba hacia abajo.

Conclusiones

74. El CCMAS aceptó:

- i. las revisiones realizadas al documento de información presentado en el documento CRD04 con la inclusión de las tres frases mencionadas en el párrafo 73;

- ii. publicar el documento de información en la página web del CCMAS¹¹ (Apéndice III).

REVISIÓN DE LAS DIRECTRICES GENERALES SOBRE MUESTREO (CXG 50-2004) (tema 6 del programa)¹²

75. Nueva Zelandia, que ejercía la presidencia del GTe, y también en nombre de la copresidencia, ejercida por Alemania, presentó el tema y resumió la labor realizada en la revisión de las directrices. La presidencia del GTe y el GTP explicó que las Directrices revisadas reflejaban los enfoques científicos y estadísticos del momento para la elaboración y evaluación de planes de muestreo.
76. La Presidencia del GTe recordó que las directrices aprobadas en 2004 se consideraban muy largas y difíciles de entender y aplicar y que, por lo tanto, resultaban poco útiles. Asimismo, los planes de muestreo de las normas para productos no reflejaban las directrices CXG 50. En vista de ello, el CCMAS, en su 39.^a reunión (2018), había acordado revisar las Directrices para proporcionar un enfoque de fácil utilización dirigido a permitir la elaboración de planes de muestreo para las disposiciones de las normas del Codex. Explicó que la revisión englobaba, entre otras cosas: planes de muestreo de aceptación para la inspección de lotes homogéneos aislados en los que los riesgos para los consumidores y los productores estuvieran controlados; planes de muestreo de aceptación para el control del porcentaje de elementos no conformes en lotes homogéneos por atributos o por variables, para productos a granel o elementos individuales; algunas orientaciones sobre asuntos relacionados con la elaboración de planes para productos a granel y otras cuestiones como el muestreo físico, la reinspección y los lotes heterogéneos. Los apéndices de las directrices revisadas contienen una guía por pasos para la selección de planes de muestreo y una explicación de los planes de muestreo de ISO. La Presidencia informó al CCMAS de que las directrices habían sido revisadas varias veces desde que la Comisión del Codex aprobara los nuevos trabajos en su 41.^o período de sesiones (2018), a través de las reuniones del CCMAS, el GTe y seminarios web, y de que habían sido aprobadas en el trámite 5 por la Comisión en su 45.^o período de sesiones (2021). Los presidentes del GTe, Nueva Zelandia y Alemania, revisaron las directrices sobre la base de los comentarios recibidos en respuesta a la circular CL 2023/15-MAS, en el documento CRD03. Dio las gracias a Alemania, a los miembros del Codex y a las organizaciones de normalización por su interés y ayuda en la revisión de las directrices.
77. La Presidencia del GTe también recordó que, además de la revisión de las directrices, la siguiente fase de los trabajos comprendería la elaboración de un documento de información de apoyo, a saber, un libro electrónico, y varias aplicaciones sobre planes de muestreo, para facilitar la comprensión y aplicación de las directrices revisadas. Explicó que el documento de información se ultimaría durante 2023-24 y que se presentaría al CCMAS en su 43.^a reunión, para su finalización. En el documento de información se proporcionarían ejemplos más detallados sobre la incertidumbre en la medición y algunos ejemplos prácticos de planes de muestreo, entre otras cosas.
78. Con objeto de finalizar las directrices, el CCMAS acordó establecer un grupo de trabajo en la reunión bajo la presidencia de Nueva Zelandia con la ayuda de Alemania, que se encargaría de abordar algunas cuestiones pendientes surgidas a raíz de los comentarios presentados en respuesta a la circular CL 2023/15-MAS.
79. Tras el debate mantenido en el grupo de trabajo durante la reunión, el CCMAS acordó considerar las directrices revisadas en el documento CRD25. El CCMAS señaló cuatro ámbitos clave de revisión y otros cambios que se resumen en el documento CRD25. Además, el Comité tomó las decisiones siguientes:
80. El CCMAS:
 - armonizó la terminología referente a los planes de muestreo de productos a granel con la de los planes de muestreo establecidos en la *Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos* (CXS 193-1995) y, al hacerlo, ajustó algunos términos para que fueran más generales, inclusivos y coherentes con el ámbito de aplicación de las Directrices revisadas, por ejemplo, eliminó los detalles relativos al tamaño de muestra, ya que varía dependiendo del producto que se esté analizando, además de la referencia a la molienda, porque era específica para las micotoxinas, e incluyó la expresión “dispositivo apropiado” como medio para preparar las muestras en las definiciones de “porción analítica” y “muestra de laboratorio”, etc.;
 - incluyó una frase en el Apéndice I para dejar claro que los ejemplos tienen la finalidad de ayudar en la elaboración de los planes de muestreo y que no constituyen recomendaciones definitivas;
 - corrigió algunas discrepancias en los cuadros del Apéndice II de las directrices revisadas;

¹¹ <https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/committees/committee/related-information-documents/es/?committee=CCMAS>

¹² CL 2023/15-MAS; CX/MAS 23/42/8; CX/MAS 23/42/8-Add.1 (observaciones de: Australia, Brasil, Ecuador, Egipto, Filipinas, Iraq, Japón, Mauricio, Uganda).

- señaló que se eliminarían todas las referencias de las directrices revisadas, de conformidad con el enfoque adoptado para los textos definitivos del Codex.

Conclusiones

81. El CCMAS acordó:
- i. remitir las *Directrices generales sobre muestreo* (CXG 50-2004) revisadas a la Comisión del Codex Alimentarius en su 46.º período de sesiones para su adopción en el trámite 8 (Apéndice IV);
 - ii. restablecer el GTe, presidido por Nueva Zelandia y copresidido por Alemania, que trabajaba en inglés, para que siguiera trabajando en el documento de información, esto es, el libro electrónico, con las aplicaciones sobre planes de muestreo, para someterlo a la consideración del CCMAS en su 43.ª reunión;
 - iii. informar a los comités del Codex pertinentes de las *Directrices generales sobre muestreo* (CXG 50-2004) revisadas, solicitarles que examinaran sus planes de muestreo en vista de las directrices revisadas y recordarles que los planes de muestreo debían elaborarse según fuera necesario, en cumplimiento de las *Directrices generales sobre muestreo* y no mediante una referencia a la directrices CXG 50.

DOCUMENTO DE DEBATE SOBRE LOS CRITERIOS PARA SELECCIONAR MÉTODOS DE TIPO II DE ENTRE MÚLTIPLES MÉTODOS DE TIPO III (tema 7 del programa)¹³

82. El observador de la AOAC, que hablaba en nombre de Suiza, recordó que el CCMAS había acordado que se debían elaborar las reglas para seleccionar los métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III en la norma CXS 234. Explicó el proceso que se había seguido para elaborar el documento y recordó que el CCMAS, en su 41.ª reunión, había aceptado distribuir las reglas propuestas para seleccionar los métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III con objeto de recabar comentarios al respecto y de que fueran revisadas ulteriormente por Suiza y consideradas por el CCMAS en su 42.ª reunión. El documento vigente se había revisado teniendo en cuenta los comentarios recibidos en respuesta a la circular CL 2022/23-MAS.
83. Asimismo, explicó que las reglas propuestas habían sido probadas en combinaciones específicas de producto y disposición con múltiples métodos de Tipo III incluidos en la norma CXS 234 y por el GTe sobre la revisión del conjunto manejable de las grasas y los aceites. Además, informó de que en la reunión del GTP sobre la ratificación celebrada antes de la reunión del CCMAS, se había acordado que el Japón y la AOAC prepararían criterios adicionales para garantizar que los métodos que se seleccionaran fueran los más viables para utilizar en la mayoría de los laboratorios y que no requirieran la utilización de reactivos peligrosos en la sección dedicada a los requisitos previos para la inclusión en las normas del Codex relativas a métodos químicos o físicos de Tipo III.
84. Propuso que el CCMAS considerara la siguiente propuesta:
- “Se preferirá el método que sea viable en la mayoría de los laboratorios (por ejemplo, la utilización de instrumentos más convencionales, etc.) y el que no requiera reactivos peligrosos (por ejemplo, metales pesados o cloruro orgánico)”.*

Debate

85. Se manifestaron diversas opiniones sobre el criterio adicional de que se prefiriera el método viable en la mayoría de los laboratorios. Aunque se respaldó la propuesta, también se plantearon preguntas sobre su vaguedad y sobre la forma de determinar qué métodos son los más viables y quién tomaría dicha determinación.
86. El CCMAS mantuvo un largo debate sobre las propuestas de sustituir “viabilidad” por “practicabilidad” y “aplicabilidad”, que también se usaban en el *Manual de procedimiento*. Sin embargo, quedaron dudas sobre la necesidad de repetir criterios que ya se trataban en el apartado “Criterios generales para la selección de métodos de análisis” del *Manual de procedimiento*. El CCMAS también recordó que la finalidad del documento era proporcionar la orientación necesaria para seleccionar métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III. Se podía suponer que los múltiples métodos de Tipo III se habían seleccionado atendiendo a los criterios generales para la selección de métodos de análisis establecidos en el *Manual de procedimiento* y que, como tales, se los consideraba adecuados para sus fines, ya aprobados por la Comisión e incluidos en la norma CXS 234 y que, por lo tanto, no se necesitaban otros criterios.
87. Al señalar que la finalidad del documento era proporcionar la orientación necesaria para seleccionar un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III en la norma CXS 234, el CCMAS convino en eliminar del documento la sección en cuestión, puesto que ya figuraba en el apartado “Criterios generales para la

¹³ CX/MAS 23/42/9.

selección de métodos de análisis” del Manual de procedimiento.

88. En consecuencia, también se modificó el Cuadro 1 para que se centrara únicamente en los métodos de Tipo II y se añadió a la sección sobre las consideraciones para seleccionar métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III la nota a pie de página 1 que prevé flexibilidad en la aplicación de los criterios de selección.
89. El CCMAS también tomó las siguientes decisiones en vista del debate mencionado:
- modificar el título del documento por “Orientaciones para seleccionar métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III”, ya que el documento contenía orientaciones que podían utilizarse para seleccionar métodos de Tipo II y no un conjunto rígido de reglas para hacerlo, y utilizar este término donde procediera en todo el documento;
 - modificar el título de la sección “Reglas de decisión para seleccionar un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III” por “Consideraciones para seleccionar un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III”, ya que las cuestiones planteadas en esta sección son más consideraciones que reglas fijas;
 - el CCMAS también señaló que estas consideraciones no seguían un orden de prioridad.
90. El CCMAS tomó nota de una propuesta para sustituir dos criterios relacionados con la selectividad y los mejores datos sobre precisión (si la diferencia de precisión es relevante para la cuestión planteada) por un criterio relativo a la practicabilidad y aplicabilidad del método en condiciones normales de laboratorio. También se observó que el calificativo “relevante” era subjetivo y que debería sustituirse por “significativo”; que era más apropiado el término “exactitud” que “precisión” y que también se debería añadir la “recuperación” como criterio para seleccionar un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III.
91. Los miembros que no estaban de acuerdo con estas propuestas indicaron lo siguiente:
- los parámetros de rendimiento mensurables no se pueden sustituir por la practicabilidad y la aplicabilidad del método, a pesar de que también son criterios importantes para considerar a la hora de seleccionar un método de Tipo II de entre varios métodos de Tipo III debido a las capacidades diferentes de los países y las regiones;
 - no sería apropiado considerar la “practicabilidad y la aplicabilidad” en la fase de selección de un método de Tipo II porque ya se tienen en cuenta cuando un método pasa a ser de Tipo III;
 - la recuperación ya se había considerado en la selección de métodos de Tipo III y, para la selección de un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III, la precisión era más importante que la exactitud, puesto que al elegir entre los métodos el que sería el método en disputa, la precisión sería más importante para obtener resultados coherentes;
 - la exactitud ya se consideraba en el criterio en el que se utiliza un material de referencia certificado.
92. Uno de los observadores señaló que “relevante” sería un supuesto más razonable que “significativo”, ya que sería difícil definir una diferencia significativa que incluyera consideraciones estadísticas y de equivalencia, lo cual implicaba tal cantidad de trabajo que posiblemente no se podría llevar a cabo en el CCMAS.
93. Uno de los miembros indicó además que la mayoría de los parámetros mencionados ya estaba considerada en el *Manual de procedimiento* en relación con la selección de métodos, pero que, sin embargo, no se estaba debatiendo sobre la selección de un método de referencia que se pudiera utilizar, sino sobre la selección de un método de referencia de Tipo II de entre múltiples métodos del Tipo III para resolver una disputa comercial y que, por consiguiente, era importante que fuera lo más preciso posible para dicha discriminación, las varias matrices, la selectividad y los materiales de referencia certificados empleados para apoyar su exactitud.
94. Atendiendo a las consideraciones anteriores, el CCMAS acordó mantener los criterios sobre selectividad y precisión y el término “relevante” por ser más práctico, e incluir una consideración adicional sobre el hecho de que el método debía ser viable y aplicable en condiciones normales de laboratorio.

Conclusiones

95. El CCMAS aceptó que se incluyeran las Orientaciones para la selección de métodos de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III en su forma modificada (Apéndice V) en el documento de información del CCMAS titulado “Orientación general respecto al proceso de presentación, examen y ratificación de métodos para su inclusión en la norma CXS 234”.

INFORME DE LA REUNIÓN ENTRE ORGANIZACIONES SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS (tema 8 del programa)

96. El observador de la Convención de la Farmacopea de los Estados Unidos, en calidad de Presidente de la reunión entre organizaciones, presentó el informe de la reunión y destacó las diversas cuestiones examinadas

en ella con respecto a la labor del CCMAS y otros asuntos conexos, por ejemplo, el estado de los progresos realizados en la revisión de los métodos en la norma CXS 234; otras cuestiones relacionadas con el CCMAS, como la selección de un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III, e información actualizada sobre los actos y trabajos llevados a cabo por las organizaciones de normalización, que se describen en el documento CRD24.

97. El CCMAS observó que varias de las cuestiones planteadas en el documento CRD24 se habían examinado en los temas correspondientes del programa.

Conclusiones

98. El CCMAS agradeció a los miembros de la reunión entre organizaciones su valiosa contribución a la labor del Comité.

OTROS ASUNTOS Y TRABAJOS FUTUROS (tema 9 del programa)

99. El CCMAS señaló que no había otros asuntos que tratar.
100. La Secretaría del Codex señaló que podría ser útil que el Comité iniciara un debate sobre su propio futuro y que estudiara nuevas esferas de trabajo que pudieran requerir la atención del CCMAS, especialmente las relacionadas con la finalización de los trabajos sobre las *Directrices generales sobre muestreo* (CXG 50-2004) y las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* (CXG 54-2004). Invitó a los delegados a reflexionar sobre las cuestiones que podrían someterse a debate en la 43.ª reunión del CCMAS y a considerar la posibilidad de examinar otros textos del Comité con vistas a determinar si seguían siendo adecuados para sus fines, si se debían revisar o si se debían revocar.

Conclusiones

101. El CCMAS tomó nota de la propuesta de la Secretaría del Codex.

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

102. Se informó al CCMAS de que su 43.ª reunión se había programado provisionalmente del 13 al 17 de mayo de 2024 en Budapest. Los arreglos definitivos estaban pendientes de la confirmación del país anfitrión y de la Secretaría del Codex.

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

CHAIRPERSON – PRÉSIDENT - PRESIDENTE

Dr Attila Nagy
Director
National Food Chain Safety Office
Budapest

CHAIR'S ASSISTANT – ASSISTANTE DU PRÉSIDENT – ASISTENTE DEL PRESIDENTE

Dr Zsuzsa Farkas
Food data analyst
University of Veterinary Medicine
Budapest

**MEMBERS NATIONS AND MEMBER ORGANIZATIONS
ÉTATS MEMBRES ET ORGANISATIONS MEMBRES
ESTADOS MIEMBROS Y ORGANIZACIONES MIEMBROS**

ALGERIA - ALGÉRIE - ARGELIA

Mrs Yasmina Benaichouche
Directrice des laboratoires d'essai et d'analyse de
qualité
Ministère du commerce et de la Promotion des
Exportations.
Alger

ARGENTINA - ARGENTINE

Mr Jonatan Osvaldo Pietronave
Jefe de Área
Instituto Nacional de Alimentos (INAL)
Ciudad Autónoma de Buenos Aires

AUSTRALIA - AUSTRALIE

Mr Richard Coghlan
Senior Technical Expert
National Measurement Institute
North Ryde

Ms Tanya Daniels
Deputy Sector Manager
National Association of Testing Authorities,
Australia
Sydney

Dr Mark Lewin
Technical and Development Manager
National Measurement Institute
North Ryde

Ms Susan Maddalena
Assistant Director
Department of Agriculture, Fisheries and Forestry
ACT

Mr Neil Shepherd
Sector Manager, Life Sciences
National Association of Testing Authorities,
Australia
Victoria

AUSTRIA - AUTRICHE

Mr Thomas W. Kuhn
Head of Institute
Austrian Agency for Health and Food Safety
Vienna

BELGIUM - BELGIQUE - BÉLGICA

Mr Rudi Vermeylen
Expert
Belgian Federal Agency for the Safety of the food
chain
Brussels

BELIZE - BELICE

Mr Luis Ugarte

BRAZIL - BRÉSIL - BRASIL

Ms Ligia Lindner Schreiner
Health Regulation Expert
Brazilian Health Regulatory Agency - Anvisa
Brasília

Mrs Eugênia Azevedo Vargas
Federal Agricultural Inspector
Laboratory of the State of Minas Gerais - MAPA

Mrs Fernanda Maciel Rebelo
Health Regulation Expert
Brazilian Health Regulatory Agency - Anvisa
Brasília

Ms Ana Claudia Marquim Firmo De Araujo
Health Regulation Expert
Brazilian Health Surveillance Agency - ANVISA
Brasília-DF

Mr Nilton Silva
Analyst and researcher in health and technology
Fundação Ezequiel Dias
Belo Horizonte

CANADA - CANADÁ

Dr Thea Rawn
Research Scientist
Health Canada
Ottawa

Ms Faith Chou
Food Chemistry Specialist
Canadian Food Inspection Agency
Ottawa

Mr Jean-Francois Fiset
Chief, Food Research Division
Bureau of Chemical Safety
Ottawa

Mr Jeffrey Van De Riet
National Manager, Food Chemistry
Canadian Food Inspection Agency
Ottawa

CHILE - CHILI

Mrs Soraya Sandoval Riquelme
Head of Subdepartment of Metrology
Ministerio de Salud
Santiago

CHINA - CHINE

Dr Jing Xiao
Researcher
China National Center for Food Safety Risk
Assessment
Beijing

Dr Yu Wei
Associate Researcher
China National Center for Food Safety Risk
Assessment
Beijing

Dr Jiangge Zheng
Research Assistant
China National Center for Food Safety Risk
Assessment
Beijing

CZECH REPUBLIC - RÉPUBLIQUE TCHÈQUE – REPÚBLICA CHECA

Dr Dana Triska
Head of Food Chain Unit
Ministry of Agriculture of the Czech Republic
Prague 1

DOMINICA - DOMINIQUE

Dr Natalia Lugay
Agriculture Officer II (Temp)
Ministry of Agriculture, Fisheries, Blue and Green
Economy
Roseau

Ms Indira Constant
Laboratory Technician
Dominica Bureau of Standards
Roseau

ECUADOR - ÉQUATEUR

Eng Carla Rebeca Moreno Valarezo
Directora de Inocuidad de Alimentos
Agencia de Regulación y Control Fito y
Zoosanitario
Quito

EGYPT - ÉGYPTE - EGIPTO

Eng Mariam Barsoum Onsy Barsoum
Food Standards Specialist
Egyptian Organization for Standardization and
Quality (EOS)
Cairo

Eng Ahmed Eltoukhy
Scientific and Regulatory Affairs Manager
International Co. for Agro Industrial Projects
(Beyti)
Cairo

EUROPEAN UNION - UNION EUROPÉENNE – UNIÓN EUROPEA

Ms Judit Krommer
Administrator
European Commission
BRUSSELS

Mr Franz Ulberth
Scientific Expert
European Commission
Geel

FRANCE - FRANCIA

Mr Jean-Luc Deborde
Responsable d'établissement
Service Commun des Laboratoires DGCCRF –
DGDDI
ILLKIRCH

GERMANY - ALLEMAGNE - ALEMANIA

Dr Gerd Fricke
Vice President
Federal Office of Consumer Protection and Food
Safety
Berlin

Mr Bertrand Colson
Scientist
Quodata
Dresden

Dr Petra Gowik
Head of Unit
BVL - The Federal Office of Consumer Protection
and Food Safety
Berlin

Dr Steffen Uhlig
CEO
Quo data
Dresden

Mr Stephan Walch
Executive Director
CVUA
Karlsruhe

GHANA

Ms Janet Agyaben
Principal Research Officer
Quality Control Company Ltd (COCOBOD)
Accra

Dr Paul Ayiku Agyemang
Head of Research
Ghana Cocoa Board
Accra

Mr Derry Dontoh
Head, Mycotoxins and Histamine Laboratory
Ghana Standards Authority
Accra

Mr Joel Cox Menka Banahene
Principal Research Officer
Quality Control Company Ltd (COCOBOD)
Tema

HONDURAS

Mr Sergio Enamorado
Director Nacional de Alimentos y Bebidas
Agencia de Regulación Sanitaria (ARSA)
Tegucigalpa

HUNGARY - HONGRIE - HUNGRÍA

Ms Kitti Annamária Bognár
Food safety officer
Ministry of Agriculture
Budapest

Dr Ákos Jozwiak
research director
University of Veterinary Medicine
Budapest

Ms Fanny Becsey
Food safety officer
Ministry of Agriculture
Budapest

Dr Barbara Bóné
Head of Coordination and Audit Unit
Ministry of Agriculture
Budapest

Ms Noémi Kiss
pesticide evaluation expert
National Food Chain Safety Office
Budapest

Dr Csilla Németh
Head of authorization unit
National Food Chain Safety Office
Budapest

Mr Tamás Racskó
Federation Secretary
Federation of Hungarian Food Industries
Budapest

Ms Ágnes Stier
pesticide evaluation expert
National Food Chain Safety Office
Budapest

INDONESIA - INDONÉSIE

Mrs Ratri Alfitasari
Standardization Analyst
National Standardization Agency of Indonesia
Jakarta

JAMAICA - JAMAÏQUE

Ms Allison Richards
Inspector/ Codex Secretariat Member
Bureau of Standards Jamaica/ National
Compliance & Regulatory Authority
Kingston

JAPAN - JAPON - JAPÓN

Dr Hidetaka Kobayashi
Coordinator, Risk and Crisis Management
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
Tokyo

Ms Ai Kanehama
Deputy Director
Ministry of Health, Labour and Welfare
Tokyo

Mr Hiroshi Kitazono
Assistant Director
Ministry of Health, Labour and Welfare
Tokyo

Mr Takahiro Mori
Associate Director
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
Tokyo

Dr Kayo Takimura
Director, Office of International Food Safety
Ministry of Health, Labour and Welfare
Tokyo

Dr Takahiro Watanabe
Section Chief
National Institute of Health Sciences
Kawasaki

MALAYSIA - MALAISIE - MALASIA

Mrs Norakmar Ismail
Research Officer
Department of Veterinary Services Malaysia
Sepang

MONGOLIA - MONGOLIE

Ms Khurandaabaatar Delger
Chemist
State Central Veterinary Laboratory

MOROCCO - MAROC - MARRUECOS

Mr Abdelaziz El Idrissi Boutaher
Chef du SCPI
ONSSA
Casablanca

Mr Mounir Rahlaoui
Chef de Division laboratoire Microbiologie
MOROCCO FOODEX-EACCE
Casablanca

NETHERLANDS - PAYS-BAS - PAÍSES BAJOS

Mr Paul Bontenbal
Senior Inspector
Dutch food and consumer product safety authority
Utrecht

Mrs Nilüfer Sezer
Project Leader Authenticity & Nutrients
Wageningen University & Research
Wageningen

Mr Yannick Weesepeel
Researcher Authenticity and Fast Detection
Methods
Wageningen University & Research
Wageningen

NEW ZEALAND - NOUVELLE-ZÉLANDE - NUEVA ZELANDIA

Ms Susan Morris
Principal Adviser
Ministry for Primary Industries
Wellington

Mr Roger Kissling
Statistician
Fonterra Co-operative Group Ltd

NIGERIA - NIGÉRIA

Dr Charles Uchenna Nwachukwu
Director
National Agency for Food and Drug Administration
and Control
Lagos

NORWAY - NORVÈGE - NORUEGA

Mrs Hilde Johanne Skår Norli
Senior Advisor
Norwegian Food Safety Authority
Oslo

OMAN - OMÁN

Eng Abeer Al-Aamri
Food Specialist
MAFWR

PAKISTAN - PAKISTÁN

Dr Uzma Maqbool
Deputy Chief Scientist
Nuclear Institute for Agriculture & Biology (NIAB),
Pakistan Atomic Energy Commission (PAEC)
Faisalabad

**PAPUA NEW GUINEA - PAPOUASIE-
NOUVELLE GUINÉE - PAPUA NUEVA GUINEA**

Ms Hilda Sim
Quality Control Chemist
National Agriculture Research Institute
Port Moresby

Mr Randy Kepino
Chemist
National Agriculture Research Institute
Port Moresby

PARAGUAY

Prof Mauricio Armando Rebollo González
Técnico
INTN Paraguay
Asunción

PERU - PÉROU - PERÚ

Ms Jenny Esperanza Huamán Tupac
Coordinadora Titular de la Comisión Técnica de
Métodos de Análisis y Toma de Muestra
INACAL
Lima

PHILIPPINES - FILIPINAS

Ms Christmas Oblepias
Co-Chairperson, NCO Sub-Committee on
Methods of Analysis and Sampling (SCMAS)
Food and Drug Administration
Muntinlupa

Ms Danica Angeline Dimaya
Chemist III
National Meat Inspection Service
Quezon City

POLAND - POLOGNE - POLONIA

Mr Szymon Jasiński
Expert
Agricultural and Food Quality Inspection
Poznań

Ms Urszula Kopysc
Junior specialist
National Institute of Public Health NIH - National
Research Institute
Warsaw

PORTUGAL

Dr Elsa Margarida Gonçalves
Researcher
Instituto Nacional de Investigação Agrária e
Veterinária, I.P. (INIAV)
Lisboa

QATAR

Dr Aneez Yossoff
Laboratory Specialist
MOPH

**REPUBLIC OF KOREA - RÉPUBLIQUE DE
CORÉE - REPÚBLICA DE COREA**

Dr Hyejeong Kim
Senior Scientific Officer
Ministry of Food and Drug Safety

Dr Soyoung Chun
Scientific Officer
Ministry of Food and Drug Safety

Dr Won Tae Jeong
Scientific Officer
Rural Development Administration

Dr Dong Jin Kang
Scientific Officer
National Agricultural Products Quality
Management Service

Mr Youngjun Kim
Codex Researcher
Ministry of Food and Drug Safety

Dr Chang-won Park
Senior Researcher
Korea Food Research Institute

Dr You-shin Shim
Principal researcher
Korea Food Research Institute

Dr Junghyuck Suh
Senior Scientific Officer
Ministry of Food and Drug Safety

**SAUDI ARABIA - ARABIE SAOUDITE -
ARABIA SAUDITA**

Mr Abdulaziz Al Qaud
Products Registration Support Expert
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

Abdullah Al Tamim
Head of Toxins & organic contaminants section
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

Mr Mamdouh Al-jabri
Monitoring Expert
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

SERBIA

Ms Marija Vujic-stefanovic
Deputy CEO of Genetical and Physcial Chemical
Analisis
SP Laboratorija A.D. Member of Hamilton Group
Bečej

Ms Milica Rankov
Director of Customer support Dpt.
SP Laboratorija A.D. Member of Hamilton Group
Bečej

SINGAPORE - SINGAPOUR - SINGAPUR

Mr Ken Lee
Branch Head
Singapore Food Agency
Singapore

SPAIN - ESPAGNE - ESPAÑA

Mrs Ana López-Santacruz Serraller
Directora del Centro Nacional de Alimentación
Organismo Autónomo Agencia Española de
Seguridad Alimentaria y Nutrición (AESAN OA)-
Ministerio de Consumo
Majadahonda (Madrid)

SWEDEN - SUÈDE - SUECIA

Mr Joakim Engman
Chemist, Team Manager
Swedish Food Agency
Uppsala

Ms Maria Gunnarsson
Principal Regulatory Officer
Swedish Food Agency
Uppsala

Mrs Carmina Ionescu
Codex Coordinator
Swedish Food Agency
Uppsala

THAILAND - THAÏLANDE - TAILANDIA

Mr Paisarn Dunkum
Secretary General, Food and Drug Administration
Food and Drug Administration, Ministry of Public
Health
Nonthaburi

Mr Phichet Banyati
Deputy Director General of Department of Medical
Sciences
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mrs Uma Boriboon
Medical Scientist, Expert Level
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mr Lertchai Lertvut
Director of Food Division
Food and Drug Administration, Ministry of Public
Health
Nonthaburi

Ms Rungrassamee Mahakhaphong
Standard Officer
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Ladyao Chatuchak

Mrs Sitanun Poonpolsub
Director of International Affairs Division
Food and Drug Administration
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mrs Lekha Prasartthong
Deputy Director General
Department of Medical Sciences
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mr Wattanasak Sornrung
Director of Import and Export Inspection Division
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mr Sirichai Sunya
Medical Scientist
Ministry of Public Health
Nontaburi

Mr Somchai Wongsamoot
Veterinarian, Expert Level
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Pathumthani

UNITED KINGDOM - ROYAUME-UNI – REINO UNIDO

Mr David Franklin
Team Leader
Food Standards Agency

Dr Duncan Arthur
Public Analyst
Scientific Services Limited
Wolverhampton

Mrs Selvarani Elahi
UK Deputy Government Chemist
LGC Limited

Mrs Bhavna Parmar
Senior Scientific Advisor
Food Standards Agency

UNITED STATES OF AMERICA – ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE – ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA

Dr Patrick Gray
Chemist
US Food and Drug Administration
College Park, MD

Dr Gregory Noonan
 Director
 Food and Drug Administration
 College Park, MD

Dr Timothy Norden
 Chief Scientist
 United States Department of Agriculture
 Kansas City

Mrs Heather Selig
 International Issues Analyst
 U.S. Codex Office
 Washington

URUGUAY

Mrs Laura Flores
 Senior Consultant
 Technological Laboratory of Uruguay
 Montevideo

VIET NAM

Mrs Thi Hong Nuong Bui
 Official
 Vietnam Foo
 Hanoi

Mr Huu Dung Nguyen
 Director
 VIN
 Hanoi

Mr Xuan Duong Nguyen
 Advisor
 Vinacert Certification and Inspection Joint Stock
 Company
 Hanoi

Mrs Thi Mai Huong Nguyen
 Official
 Directorate for Standards, Metrology and quality

Mrs Thi Minh Ha Nguyen
 Vietnam National Codex Committee
 Hanoi

Mrs Hoang Thi Sam
 Deputy Head
 Food Association
 Hanoi

OBSERVER COUNTRY - PAYS OBSERVATEUR - PAÍS OBSERVADOR

PALESTINE - PALESTINA

Mr Hashem Jaas
 Head of Residue Analysis Unit
 Ministry of Health

**OBSERVERS - OBSERVATEURS -
 OBSERVADORES
 INTERGOVERNMENTAL ORGANIZATIONS
 ORGANISATIONS
 INTERGOUVERNEMENTALES
 ORGANIZACIONES
 INTERGUBERNAMENTALES**

INTER-AMERICAN INSTITUTE FOR COOPERATION ON AGRICULTURE (IICA)

Mrs Lorena Medina
 Especialista SAIA
 IICA
 Quito

NON-GOVERNMENTAL ORGANIZATIONS ORGANISATIONS NON GOUVERNEMENTALES ORGANIZACIONES NO GUBERNAMENTALES

AACC INTERNATIONAL

Mr Paul Wehling
 Standard Methods Review Director
 Cereals and Grains Association
 St Paul, MN

Dr Anne Bridges
 Scientific Director
 AACC International
 Malvern

AOAC INTERNATIONAL (AOAC)

Mr Darryl Sullivan
 Liaison
 AOAC INTERNATIONAL
 Rockville

Mr Erik Konings
 Past President
 AOAC INTERNATIONAL

Dr Katerina Mastovska
 Chief Science Officer
 AOAC INTERNATIONAL

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY (AOCS)

Scott Bloomer
 CSO
 American Oil Chemists' Society
 Urbana

ASSOCIATION OF EUROPEAN COELIAC SOCIETIES (AOECS)

Mrs Hertha Deutsch
 Codex and Regulatory Affairs
 AOECS
 Vienna

Ms Tunde Koltai
 Board director
 Association of European Coeliac Societies
 Brussels

INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR CEREAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (IACST)

Claudio Cornaggia
 ICC Delegate
 ICC International Association for Cereal Science
 and Technology
 Vienna

Dr Alessandra Fratianni
 ICC Technical Co-Director
 ICC-International Association for Cereal Science
 and Technology

Markus Lacorn
 ICC Delegate
 ICC International Association for Cereal Science
 and Technology
 Wien

CHAMBRE DE COMMERCE INTERNATIONALE (ICC)

Ms Valentina Narducci
 ICC Technical Co-Director
 ICC

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF/FIL)

Mr Philippe Trossat
 Head of Cecalait activities
 Actalia Cecalait
 Poligny

Ms Aurelie Dubois Lozier
 Science and Standards Programme Manager
 International Dairy Federation
 Brussels

Mr Richard Johnson
 Lead Chemist
 Fonterra Co-operative Group Ltd.

Dr Anabel Mulet Cabero
 Science Officer
 International Dairy Federation
 Brussels

INTERNATIONAL FRUIT AND VEGETABLE JUICE ASSOCIATION (IFU)

Dr David Hammond
 Chair Legislation Commission
 International Fruit and Vegetable Juice
 Association (IFU)
 Paris

INTERNATIONAL SPECIAL DIETARY FOODS INDUSTRIES (ISDI)

Mr Dustin Starkey
 Director Research & Development, Nutrients &
 Bioanalytical, Global Analytical & Food Safety
 Abbott Nutrition
 Brussels

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO)

Mrs Sandrine Espeillac
 Committee Manager for ISO/TC 34
 ISO
 Vernier, Geneva

NORDIC-BALTIC COMMITTEE ON FOOD ANALYSIS (NMKL)

Dr Eystein Oveland
 NMKL Executive Director
 NMKL
 Bergen

UNITED STATES PHARMACOPEIAL CONVENTION (USP)

Mrs Kristie Laurvick
 Senior Manager - Food Standards
 USP
 Chesterfield

Dr Richard Cantrill
 IAM Chair
 USP
 Chesterfield

CCMAS SECRETARIAT

Mrs Krisztina Bakó-Frányó
 Officer
 National Food Chain Safety Office
 Budapest

Ms Dorottya Gerlei
 Officer
 National Food Chain Safety Office
 Budapest

CODEX SECRETARIAT

Ms Verna Carolissen Mackay
 Food Standards Officer
 Joint FAO/WHO Food Standards Programme
 Food and Agriculture Organization of the U.N.
 (FAO)
 Rome

Ms Gracia Brisco
 Food Standards Officer
 Joint FAO/WHO Food Standards Programme
 Food and Agriculture Organization of the U.N.
 (FAO)
 Rome

Mr Jaewoo Park
 Food Standards Officer
 Joint FAO/WHO Food Standards Programme
 Food and Agriculture Organization of the U.N.
 (FAO)
 Rome

Mr David Massey
 Special Advisor
 Joint FAO/WHO Food Standards Programme
 Food and Agriculture Organization of the U.N.
 (FAO)
 Rome

APÉNDICE II***Parte 1. MÉTODOS DE ANÁLISIS Y PLANES DE MUESTREO PRESENTADOS PARA SU APROBACIÓN POR LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS EN SU 46.º PERÍODO DE SESIONES**

- 1.1. COMITÉ DEL CODEX SOBRE NUTRICIÓN Y ALIMENTOS PARA RÉGIMENES ESPECIALES (CCNFSDU)
- 1.2. VIGÉSIMA CUARTA REUNIÓN DEL COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA ÁFRICA (CCAFRICA)
- 1.3. COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA ASIA (CCASIA)
- 1.4. COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA AMÉRICA DEL NORTE Y EL PACÍFICO SUDOCCIDENTAL (CCNASWP)
- 1.5. COMITÉ DEL CODEX SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF)
- 1.6. LECHE Y PRODUCTOS LÁCTEOS
- 1.7. GRASAS Y ACEITES
- 1.8. CEREALES, LEGUMBRES Y LEGUMINOSAS
- 1.9. FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

Parte 2. MÉTODOS DE ANÁLISIS PRESENTADOS PARA SU REVOCACIÓN POR LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS EN SU 46.º PERÍODO DE SESIONES

- 2.1 COMITÉ DEL CODEX SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF)
- 2.2 GRASAS Y ACEITES
- 2.3 CEREALES, LEGUMBRES Y LEGUMINOSAS
- 2.4 FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS
- 2.5 LECHE Y PRODUCTOS LÁCTEOS

Parte 3. CONJUNTO MANEJABLE DE CEREALES, LEGUMBRES Y LEGUMINOSAS PARA SOMETER A LA CONSIDERACIÓN DEL GTe

* Se han introducido correcciones en este apéndice mediante la eliminación de duplicaciones; la adición de notas a pie de página relativas a los métodos para la valoración en grasas animales especificadas y para la materia insaponificable en aceites vegetales especificados, y, además, métodos para su revocación de normas de productos específicos que se habían omitido inadvertidamente.

PARTE 1

MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO PRESENTADOS PARA SU APROBACIÓN POR LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS EN SU 46.º PERÍODO DE SESIONES

(Métodos y criterios de rendimiento presentados para su inclusión en la norma CXS 234-1999: los cambios se indican en letra **negrita** o subrayada).

1.1 COMITÉ DEL CODEX SOBRE NUTRICIÓN Y ALIMENTOS PARA REGÍMENES ESPECIALES (CCNFSDU)

Métodos de análisis para las disposiciones de la Norma para preparados para lactantes y preparados para usos medicinales especiales destinados a los lactantes (CXS 72-1981)

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Preparados para lactantes	<u>Vitamina B12</u>	<u>AOAC 2014.02</u>	<u>Cromatografía de líquidos con detección ultravioleta</u>	<u>III</u>
	<u>Aminoácidos totales (excepto la taurina y el triptófano)</u> <u>Para su uso de conformidad con las notas a pie de página 3 y 4 de la Sección 3.1.3 a) de la norma CXS 72-1981</u>	<u>AOAC 2018.06/ISO 4214 IDF 254/AACC 07-50.01</u>	<u>Cromatografía de líquidos de alto rendimiento con detección ultravioleta</u>	<u>II</u>
	<u>Triptófano</u> <u>Para su uso de conformidad con las notas a pie de página 3 y 4 de la Sección 3.1.3 a) de la norma CXS 72-1981</u>	<u>AOAC 2017.03</u>	<u>Cromatografía de líquidos de alto rendimiento</u>	<u>II</u>

1.2 VIGÉSIMA CUARTA REUNIÓN DEL COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA ÁFRICA (CCAFRICA)

Métodos de análisis y de muestreo para las disposiciones de la Norma regional para la carne seca (CXS 350-2022)

Disposición	Método	Principios	Tipo
Contenido de humedad	AOAC 950.46B	Gravimetría	I
Grasa total	ISO 1443	Gravimetría	I
Nitrógeno <u>Proteína</u> * *Factor de conversión de nitrógeno a proteína = 6,25	ISO 937*	<u>Cálculo y</u> valorimetría	I
Cloruro en forma de cloruro de sodio ($\geq 1,0$ %)	ISO 1841-1	<u>Valorimetría</u> (método de Volhard)	III
Cloruro en forma de cloruro de sodio ($\geq 0,25$ %)	ISO 1841-2	<u>Valorimetría</u> (potenciometría)	II
Ceniza	ISO 936	Gravimetría	I
Actividad de agua	ISO 18787	Electrometría	II

1.3 COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA ASIA (CCASIA)

Métodos de análisis y de muestreo para las disposiciones del proyecto de Norma regional para productos de soja fermentados con Bacillus spp.

Producto	Disposición	Método	Principios	Tipo
<u>Natto</u>	<u>Contenido de humedad</u>	<u>AOAC 925.09</u>	<u>Gravimetría</u>	!
<u>Natto</u>	<u>Contenido de proteínas</u> <u>(*Factor de conversión de nitrógeno a proteína = 5,71)</u>	<u>AOAC 988.05</u>	<u>Valorimetría</u> <u>(Kjeldahl)</u>	!
<u>Natto</u>	<u>Contenido de lípidos en 4 g de muestra</u>	<u>AOAC 963.15</u>	<u>Gravimetría</u> <u>(Soxhlet)</u>	!
<u>Cheonggukjang</u>	<u>Contenido de humedad</u>	<u>AOAC 934.01</u>	<u>Gravimetría</u>	!
<u>Cheonggukjang</u>	<u>Contenido de proteínas</u> <u>(*Factor de conversión de nitrógeno a proteína = 5,71)</u>	<u>AOAC 988.05</u>	<u>Valorimetría</u> <u>(Kjeldahl)</u>	!
<u>Cheonggukjang</u>	<u>Contenido de lípidos en 5 g de muestra</u>	<u>AOAC 963.15</u>	<u>Gravimetría</u> <u>(Soxhlet)</u>	!
<u>Thua Nao</u>	<u>Contenido de humedad</u>	<u>AOAC 925.09</u>	<u>Gravimetría</u>	!
<u>Thua Nao</u>	<u>Contenido de proteínas</u> <u>(*Factor de conversión de nitrógeno a proteína = 5,71)</u>	<u>AOAC 988.05</u>	<u>Valorimetría</u> <u>(Kjeldahl)</u>	!

ANEXO A: Métodos de análisis para las disposiciones del proyecto de Norma regional para productos de arroz cocido envuelto en hojas de plantas**Determinación del índice de peróxido****Extracción de aceites del producto****Aparatos**

- a) Evaporador rotatorio
- b) Baño María

Extracción

Retirar el envase del producto y las hojas de la planta, etc., sacar la parte comestible de la muestra representativa, machacarla y ponerla en un homogeneizador o mortero de vidrio y molerla de manera continua hasta que la muestra quede totalmente triturada y bien mezclada. Ponerla luego en un frasco de boca ancha y añadir una cantidad de éter de petróleo entre dos y tres veces superior al volumen de la muestra (intervalo de ebullición: 30 °C-60 °C). Después de mezclar completamente, tapar el frasco y dejar reposar durante más de 12 horas. Filtrar toda la solución con un embudo lleno de sulfato de sodio anhidro a un matraz. Enjuagar el residuo del frasco de boca ancha con éter de petróleo. Si el filtrado no es suficientemente transparente, filtrarlo otra vez con un nuevo embudo de sulfato de sodio anhidro. Evaporar el éter de petróleo en el matraz bajo presión reducida en un evaporador rotatorio a menos de 40 °C. El residuo es la muestra de ensayo. Deberá seleccionarse un número suficiente de muestras representativas para garantizar que puedan obtenerse no menos de 8 g de la muestra de ensayo. La muestra de ensayo deberá analizarse lo antes posible.

Determinación

Producto	Disposición	Método	Principios	Tipo
<u>Arroz cocido envuelto en hojas de plantas</u>	<u>Índice de peróxido</u>	<u>ISO 3960/ AOCS Cd 8b-90</u>	<u>Valorimetría</u>	<u>IV</u>

1.4 COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA AMÉRICA DEL NORTE Y EL PACÍFICO SUDOCCIDENTAL (CCNASWP)

Métodos de análisis y de muestreo para las disposiciones del Proyecto de norma regional para el jugo fermentado de fruto de noni

Disposición	Método	Principio	Tipo
<u>Grado Brix (sólidos solubles)</u>	<u>AOAC 983.17/EN 12143 / IFUMA 8/</u> <u>ISO 2173</u>	<u>Refractometría</u>	<u>IV</u>
<u>Determinación del contenido de escopoletina</u>	<u>Anexo B*</u>	<u>Extracción en fase sólida y cromatografía en capa fina</u>	<u>IV</u>
<u>Determinación del contenido de ácido deacetilasperulosídico</u>	<u>Anexo C*</u>	<u>Cromatografía en capa fina</u>	<u>IV</u>

ANEXO B. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ESCOPOLETINA

1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

El jugo de fruto de noni se pasa por un filtro de membrana de 0,45 µm y posteriormente se purifica mediante extracción en fase sólida con 200 mg de cartuchos de extracción Waters OASIS® HLB de 6 cc (o un cartucho de extracción en fase sólida parecido), tras haberlo equilibrado primero con metanol (5 ml) y luego con agua desionizada (5 ml). A continuación, las muestras de jugo filtrado (3 ml) se cargan en el cartucho equilibrado y lavado con metanol al 5 % (MeOH) en agua desionizada (5 ml). Los cartuchos se dejan secar bajo flujo de aire durante 5 minutos y luego, se eluyen con MeOH (3 ml). El eluido de MeOH se conserva para realizar la cromatografía en capa fina. La tasa de flujo en la extracción en fase sólida de los solventes de equilibrio, lavado y elución a través del cartucho es de aproximadamente 1 gota por segundo.

2. PREPARACIÓN DE LA NORMA DE REFERENCIA

- 2.1 Se prepara una norma de referencia mediante la disolución de 0,1 mg de escopoletina en 1 ml de metanol.
- 2.2 Otra opción consiste en preparar material vegetal de referencia certificado de *Morinda citrifolia* de la misma manera que las muestras para ser analizado. El material de referencia certificado de *Morinda citrifolia* debe proceder de la misma parte de la planta de donde se han extraído las muestras que se van a analizar.

3. DETERMINACIÓN

3.1 CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA

Depositar 5 µl de las soluciones de muestra y la solución estándar de referencia en una placa de cromatografía en capa fina con base de gel de sílice 60 F254. A continuación, dejar secar las placas a 110 °C durante 15 minutos en un horno de secado. Revelar la placa con una fase móvil de diclorometano y metanol (19:1, v/v). Observar las manchas de color azul fluorescente en la placa revelada con una lámpara de luz ultravioleta de 365 nm. Determinar el contenido de escopoletina en las muestras comparando los valores del factor de retención (Rf) y los colores con la muestra estándar.

ANEXO C. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE ÁCIDO DEACETILASPERULOSÍDICO**1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS**

El jugo de fruto de noni se pasa por un filtro de membrana de 0,45 µm y se diluye con MeOH en una proporción 1:1.

2. PREPARACIÓN DE LA NORMA DE REFERENCIA

2.1 Se prepara una norma de referencia mediante la disolución de 1 mg de ácido deacetilasperulosídico en 1 ml de metanol.

2.2 Otra opción consiste en preparar material vegetal de referencia certificado de *Morinda citrifolia* de la misma manera que las muestras para ser analizado. El material de referencia certificado de *Morinda citrifolia* debe proceder de la misma parte de la planta de donde se han extraído las muestras que se van a analizar.

3. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE p-ANISALDEHÍDO

La solución de anisaldehído se prepara disolviendo 2 g de p-anisaldehído en 96 ml de etanol y agitando la disolución. A continuación, la solución se acidifica mediante la adición gota a gota de ácido sulfúrico concentrado (4 ml).

4. DETERMINACIÓN**4.1 CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA**

Depositar 5 µl de las soluciones de muestra y la solución estándar de referencia en una placa de cromatografía en capa fina con base de gel de sílice 60 F254, previamente secada a 110° C durante 15 minutos en un horno de secado. Una vez depositadas las muestras, la placa se vuelve a secar a 110° C o mediante la aplicación de calor con una pistola de calor durante 8-10 segundos. Las placas de la cromatografía en capa fina se revelan con una fase móvil de diclorometano, metanol y agua (13:6:1, v/v). Una vez finalizada la elución, la placa se deja secar al aire y se revela mediante la pulverización con una solución de anisaldehído al 2 % y ácido sulfúrico en etanol (EtOH) al 4 %; a continuación, se calienta en el horno a 110 °C durante 1-5 minutos para revelar e intensificar al máximo el color azul. El contenido de deacetilasperulosídico de las muestras se determina comparando los valores de Rf y el color con la solución estándar de referencia de la misma placa.

1.5 COMITÉ DEL CODEX SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF)

Cuadro I: Criterios numéricos de rendimiento para el plomo y el cadmio a efectos de su ratificación e inclusión en los *Métodos de análisis y de muestreo recomendados* (CXS 234-1999)

Criterios numéricos de rendimiento para el plomo y el cadmio en los alimentos

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
Agua mineral natural	plomo	0,01	0,006-0,014	0,002	0,004	44	60 %-115 %		
Preparados para lactantes, preparados para usos medicinales especiales destinados a los lactantes y preparados complementarios	plomo	0,01	0,006-0,014	0,002	0,004	44	60 %-115 %		
Leche	plomo	0,02	0,011-0,029	0,004	0,008	44	60 %-115 %		
Productos lácteos secundarios	plomo	0,02	0,011-0,029	0,004	0,008	44	60 %-115 %		
Zumos (jugos) de fruta, excepto los zumos (jugos) extraídos exclusivamente de bayas y otros frutos pequeños	plomo	0,03	0,017-0,043	0,006	0,012	44	60 %-115 %		

¹ Los ejemplos de métodos se examinarán en la 43.ª reunión del CCMAS.

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
Grasas para untar y mezclas para untar	plomo	0,04	0,022-0,058	0,008	0,016	44	60 %-115 %		
Zumo (jugo) de uva	plomo	0,04	0,022-0,058	0,008	0,016	44	60 %-115 %		
Castañas en conserva y puré de castañas en conserva	plomo	0,05	0,028-0,072	0,010	0,020	44	60 %-115 %		
Zumos (jugos) de fruta extraídos exclusivamente de bayas y otras frutas pequeñas, excepto el zumo (jugo) de uva	plomo	0,05	0,028-0,072	0,010	0,020	44	60 %-115 %		
Hortalizas de fruto, excepto los hongos y las setas	plomo	0,05	0,028-0,072	0,010	0,020	44	60 %-115 %		
Tomates en conserva	plomo	0,05	0,028-0,072	0,010	0,020	44	60 %-115 %		
Grasas y aceites comestibles	plomo	0,08	0,045-0,115	0,016	0,032	44	60 %-115 %		
Bayas y otras frutas pequeñas, excepto el arándano europeo, la grosella y el saúco	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
Crucíferas, excepto la berza común y las crucíferas de hoja	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Hortalizas de bulbo	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Frutas enlatadas	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Hortalizas enlatadas	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Frutas, excepto el arándano europeo, la grosella y el saúco	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Hortalizas leguminosas	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Carne y grasa de aves de corral	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Carne de vacuno, porcino y ovino	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Pepinos encurtidos	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Despojos comestibles de aves de corral	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Legumbres	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Raíces y hortalizas tuberosas	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
Vino de uvas cosechadas después de julio de 2019	plomo	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Vino enriquecido o licoroso de uvas cosechadas después de 2019	plomo	0,15	0,05-0,25	0,015	0,03	43	80 %-110 %		
Despojos comestibles de cerdo	plomo	0,15	0,05-0,25	0,015	0,03	43	80 %-110 %		
Despojos comestibles de vacuno	plomo	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Cereales en grano, excepto el alforfón, la cañihua y la quinua	plomo	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Arándano europeo	plomo	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Grosellas	plomo	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Saúco	plomo	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Vino (vino y vino enriquecido o licoroso) de uvas cosechadas antes de julio de 2019	plomo	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Pescado	plomo	0,3	0,13-0,47	0,03	0,06	38	80 %-110 %		

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
Hongos frescos cultivados (hongo de los prados [<i>Agaricus bisporous</i>], seta madera de roble [<i>Lentinula edodes</i>] y gírgola [<i>Pleurotus ostreatus</i>])	plomo	0,3	0,13-0,47	0,03	0,06	38	80 %-110 %		
Hortalizas de hoja, excepto la espinaca	plomo	0,3	0,13-0,47	0,03	0,06	38	80 %-110 %		
Compotas, jaleas y mermeladas	plomo	0,4	0,18-0,62	0,04	0,08	37	80 %-110 %		
Salsa picante de mango	plomo	0,4	0,18-0,62	0,04	0,08	37	80 %-110 %		
Aceitunas de mesa	plomo	0,4	0,18-0,62	0,04	0,08	37	80 %-110 %		
Sal de calidad alimentaria	plomo	1	0,5-1,5	0,1	0,2	32	80 %-110 %		
Agua mineral natural	cadmio	0,003	0,0017-0,0043	0,0006	0,0012	44	40 %-120 %		
Crucíferas, excepto las de hoja	cadmio	0,05	0,03-0,07	0,01	0,02	44	60 %-115 %		
Hortalizas de bulbo	cadmio	0,05	0,03-0,07	0,01	0,02	44	60 %-115 %		
Hortalizas de fruto, excepto los tomates y los hongos comestibles	cadmio	0,05	0,03-0,07	0,01	0,02	44	60 %-115 %		

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
Cereales en grano, excepto el alforfón, la cañihua, la quinua y el arroz	cadmio	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Hortalizas leguminosas	cadmio	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Legumbres, excepto la soja (seca)	cadmio	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Raíces y hortalizas tuberosas, excepto el apio nabo	cadmio	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Hortalizas de tallo	cadmio	0,1	0,03-0,17	0,01	0,02	44	80 %-110 %		
Hortalizas de hoja	cadmio	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Trigo (trigo tierno, trigo duro, espelta y trigo almidonero)	cadmio	0,2	0,08-0,32	0,02	0,04	41	80 %-110 %		
Chocolate con un contenido real o declarado de < 30 % de sólidos totales de cacao, expresado en extracto seco	cadmio	0,3	0,13-0,47	0,03	0,06	38	80 %-110 %		
Arroz pulido	cadmio	0,4	0,18-0,62	0,04	0,08	37	80 %-110 %		
Sal de calidad alimentaria	cadmio	0,5	0,23-0,77	0,05	0,10	36	80 %-110 %		

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
Chocolate con un contenido real o declarado de $\geq 30\%$ a $< 50\%$ de sólidos totales de cacao, expresado en extracto seco	cadmio	0,7	0,35-1,05	0,07	0,14	34	80 %-110 %		
Chocolate con un contenido real o declarado de $\geq 50\%$ a $< 70\%$ de sólidos totales de cacao, expresado en extracto seco, incluido el chocolate dulce, el chocolate gianduja, el chocolate para mesa semiamargo, el chocolate en grano y en escamas y el chocolate para mesa amargo	cadmio	0,8	0,40-1,20	0,08	0,16	33	80 %-110 %		
Chocolate con un contenido real o declarado de $\geq 70\%$ de sólidos totales de cacao, expresado en extracto seco, incluido el chocolate dulce, el chocolate gianduja, el chocolate para mesa	cadmio	0,9	0,46-1,34	0,09	0,18	33	80 %-110 %		

Producto	Disposición	NM (mg/kg)	Criterios relativos al rendimiento de los métodos						
			Intervalo mínimo aplicable (mg/kg)	Límite de detección: (mg/kg)	Límite de cuantificación: (mg/kg)	Precisión (desviación estándar relativa de la repetibilidad) (%) No más de	Recuperación (%)	Ejemplos de métodos aplicables que cumplen los criterios ¹	Principio
semiamargo, el chocolate en grano y en escamas y el chocolate amargo									
Cefalópodos	cadmio	2	1,1-2,9	0,2	0,4	29	80 %-110 %		
Moluscos bivalvos marinos (almejas, berberechos y mejillones), excepto las ostras y los ostiones	cadmio	2	1,1-2,9	0,2	0,4	29	80 %-110 %		

PLANES DE MUESTREO PARA DETERMINAR EL CONTENIDO DE AFLATOXINAS EN CIERTOS CEREALES Y PRODUCTOS A BASE DE CEREALES, INCLUIDOS LOS ALIMENTOS PARA LACTANTES Y NIÑOS PEQUEÑOS

(Para su inclusión en la norma CXS 193-1995)

Planes de muestreo y criterios de rendimiento para las aflatoxinas (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) en el maíz en grano destinado a su ulterior elaboración

Nivel máximo	15 µg/kg de AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Incrementos	Incrementos de 100 g, dependiendo del peso del lote (≥ 0,5 toneladas)
Preparación de las muestras	Molienda en seco con un molino adecuado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla n.º 20)
Peso de la muestra de laboratorio	≥5 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	25 g
Método	Seleccionado según los criterios de rendimiento establecidos en el Cuadro 3
Regla de decisión	Si la suma de los resultados analíticos de AFB1, AFB2, AFG1 y AFG2 en la muestra de laboratorio es igual o inferior a 15 µg/kg, se aceptará el lote. En caso contrario, se rechazará.

Planes de muestreo y criterios de rendimiento para las aflatoxinas (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) en la harina, la sémola y los copos de maíz

Nivel máximo	10 µg/kg de AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Incrementos	10 x 100 g
Preparación de las muestras	Molienda en seco con un molino adecuado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla n.º 20), si fuera necesario para las muestras gruesas
Peso de la muestra de laboratorio	1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	25 g
Método	Seleccionado según los criterios de rendimiento establecidos en el Cuadro 3
Regla de decisión	Si la suma de los resultados analíticos de AFB1, AFB2, AFG1 y AFG2 en la muestra de laboratorio es igual o inferior a 10 µg/kg, se aceptará el lote. En caso contrario, se rechazará.

Planes de muestreo y criterios de rendimiento para las aflatoxinas (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) en el arroz descascarado

Nivel máximo	20 µg/kg de AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Incrementos	Incrementos de 100 g, dependiendo del peso del lote (≥ 0,5 toneladas)
Preparación de las muestras	Molienda en seco con un molino adecuado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla n.º 20)
Peso de la muestra de laboratorio	≥5 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	25 g
Método	Seleccionado según los criterios de rendimiento establecidos en el Cuadro 3
Regla de decisión	Si la suma de los resultados analíticos de AFB1, AFB2, AFG1 y AFG2 en la muestra de laboratorio es igual o inferior a 20 µg/kg, se aceptará el lote. En caso contrario, se rechazará.

Planes de muestreo y criterios de rendimiento para las aflatoxinas (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) en el arroz pulido

Nivel máximo	5 µg/kg de AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Incrementos	Incrementos de 100 g, dependiendo del peso del lote (≥ 0,5 toneladas)
Preparación de las muestras	Molienda en seco con un molino adecuado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla n.º 20)
Peso de la muestra de laboratorio	≥5 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	25 g
Método	Seleccionado según los criterios de rendimiento establecidos en el Cuadro 3
Regla de decisión	Si la suma de los resultados analíticos de AFB1, AFB2, AFG1 y AFG2 en la muestra de laboratorio es igual o inferior a 5 µg/kg, se aceptará el lote. En caso contrario, se rechazará.

Planes de muestreo y criterios de rendimiento para las aflatoxinas (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) en el sorgo

Nivel máximo	10 µg/kg de AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Incrementos	Incrementos de 100 g, dependiendo del peso del lote (≥ 0,5 toneladas)
Preparación de las muestras	Molienda en seco con un molino adecuado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla n.º 20)
Tamaño de la muestra de laboratorio	≥5 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	25 g
Método	Seleccionado según los criterios de rendimiento establecidos en el Cuadro 3
Regla de decisión	Si la suma de los resultados analíticos de AFB1, AFB2, AFG1 y AFG2 en la muestra de laboratorio es igual o inferior a 10 µg/kg, se aceptará el lote. En caso contrario, se rechazará.

Planes de muestreo y criterios de rendimiento para las aflatoxinas (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) en los alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños

Nivel máximo	5 µg/kg de AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Incrementos	10 x 100 g
Preparación de las muestras	Molienda en seco con un molino adecuado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla n.º 20), si fuera necesario para las muestras gruesas
Peso de la muestra de laboratorio	1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	25 g
Método	Seleccionado según los criterios de rendimiento establecidos en el Cuadro 3
Regla de decisión	Si la suma de los resultados analíticos de AFB1, AFB2, AFG1 y AFG2 en la muestra de laboratorio es igual o inferior a 5 µg/kg, se aceptará el lote. En caso contrario, se rechazará.

Planes de muestreo y criterios de rendimiento para las aflatoxinas (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) en los alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños, destinados a programas de ayuda alimentaria

Nivel máximo	10 µg/kg de AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Incrementos	10 x 100 g
Preparación de las muestras	Molienda en seco con un molino adecuado (partículas inferiores a 0,85 mm, malla n.º 20), si fuera necesario para las muestras gruesas
Tamaño de la muestra de laboratorio	1 kg
Número de muestras de laboratorio	1
Porción analítica	25 g
Método	Seleccionado según los criterios de rendimiento establecidos en el Cuadro 3
Regla de decisión	Si la suma de los resultados analíticos de AFB1, AFB2, AFG1 y AFG2 en la muestra de laboratorio es igual o inferior a 10 µg/kg, se aceptará el lote. En caso contrario, se rechazará.

Definiciones:

Lote	Cantidad identificable de un producto alimentario recibido en una entrega y que, según determina el oficial, tiene características comunes, como el origen, la variedad, el tipo de envasado, el envasador, el expedidor o las indicaciones.
Sublote	Parte designada de un lote más grande a la que se aplicará el método de muestreo. Cada sublote deberá estar físicamente separado de los demás y ser identificable.
Plan de muestreo	Se define por un procedimiento analítico para la determinación del contenido de aflatoxinas y un nivel de aceptación y rechazo. El procedimiento analítico para determinar el contenido de aflatoxinas consta de tres pasos: la selección de las muestras, la preparación de las muestras y el análisis o cuantificación de las aflatoxinas. El nivel de aceptación y rechazo es una tolerancia generalmente igual al nivel máximo del Codex.
Muestra incremental	La cantidad de producto extraído de un único sitio al azar del lote o sublote.
Muestra total	El total combinado de todas las muestras incrementales que se toman del lote o sublote. El tamaño de la muestra total ha de ser por lo menos igual al de la muestra o muestras de laboratorio juntas.
Muestra de laboratorio	La cantidad mínima de cereales en grano, cereales descascarados y productos a base de cereales molida. La muestra de laboratorio puede ser una porción de la muestra total o la muestra total entera. Si la muestra total es mayor que la muestra o muestras de laboratorio, estas se eliminarán al azar de la muestra total para que la muestra de laboratorio siga siendo representativa del sublote analizado.
Porción analítica	Una porción de la muestra de laboratorio molida. Toda la muestra de laboratorio se triturará en un molino. De la muestra de laboratorio molida se tomará aleatoriamente una porción para extraer la aflatoxina y someterla a análisis químico.

CONSIDERACIONES RELATIVAS AL DISEÑO DEL PLAN DE MUESTREO**PRODUCTO QUE SE DEBE MUESTREAR**

1. Todos los lotes de cereales en grano y productos a base de cereales que han de examinarse para determinar el contenido de aflatoxinas se deberán muestrear por separado. Los lotes mayores de 50 toneladas se dividirán en sublotes y se muestrearán por separado. Los lotes mayores de 50 toneladas deberán dividirse en sublotes de conformidad con el Cuadro 1.

Cuadro 1. División de sublotes de cereales en grano según el peso del lote: maíz en grano, sorgo, arroz pulido y arroz descascarado

Peso del lote (t)	Peso máximo o número mínimo de sublotes	Número de muestras incrementales	Peso mínimo de la muestra de laboratorio (kg)
≥ 1 500	500 toneladas	100	5
> 300 y < 1 500	3 sublotes	100	5
≥ 100 y ≤ 300	100 toneladas	100	5
≥ 50 y < 100	2 sublotes	100	5
< 50	-	3-100*	5

* Véase el Cuadro 2.

2. Considerando que el peso del lote no siempre es un múltiplo exacto del peso de los sublotes, el peso del sublote podrá superar el tamaño mencionado en un 20 % como máximo.

MUESTRA INCREMENTAL

3. El tamaño mínimo propuesto de la muestra incremental de cereales en grano y productos a base de cereales será de 100 g para los lotes ≥ 0,5 toneladas.

4. En el caso de lotes inferiores a 50 toneladas de cereales en grano y productos a base de cereales, se deberá utilizar el plan de muestreo con entre 3 y 100 muestras incrementales, dependiendo del peso del lote. En el caso de lotes muy pequeños (< 0,5 toneladas), se podrá tomar un número menor de muestras incrementales, pero la muestra total que se consiga uniendo todas las muestras incrementales también deberá pesar en ese caso 5 kg como mínimo. El Cuadro 2 se podrá utilizar para determinar el número de muestras incrementales que se han de tomar.

Cuadro 2. Número de muestras incrementales de cereales en grano que han de tomarse dependiendo del peso del lote: maíz en grano, sorgo, arroz pulido y arroz descascarado.

Peso del lote (t)	Número de muestras incrementales	Peso mínimo de la muestra de laboratorio (kg)
≤ 0,05	3	5
> 0,05 - ≤ 0,5	5	5
> 0,5 - ≤ 1	10	5
> 1 - ≤ 3	20	5
> 3 - ≤ 10	40	5
> 10 - ≤ 20	60	5
> 20 - < 50	100	5

LOTES ESTÁTICOS

5. Los lotes estáticos se pueden definir como una gran masa de cereales en grano y productos a base de cereales contenida en un único gran contenedor, como un vagón o un camión, o en múltiples pequeños contenedores, como sacos o cajas, donde los cereales en grano y los productos a base de cereales están parados en el momento en que se selecciona la muestra. Seleccionar una muestra verdaderamente aleatoria de un lote estático puede ser difícil porque es posible que no se pueda acceder a todos los contenedores del lote o sublotes.

6. Para tomar muestras incrementales de un lote estático por lo general se requiere utilizar sondas para seleccionar el producto del lote. Las sondas deberán ser específicas para el producto y el tipo de contenedor. La sonda 1) deberá ser suficientemente larga para llegar a todos los productos, 2) no deberá impedir la selección de ningún elemento de lote y 3) no modificará los elementos del lote. Como se ha mencionado anteriormente, la muestra total debe estar compuesta por muchas muestras incrementales pequeñas del producto tomadas de diferentes lugares del lote.

7. En el caso de los lotes comercializados en paquetes individuales, la frecuencia del muestreo (FM), esto es, el número de paquetes de los que se toman muestras incrementales, es una función del tamaño del lote (TL), el tamaño de la muestra incremental (TI), el tamaño de la muestra total (TT) y el tamaño del paquete individual (PI), a saber: $FM = (TL \times TI) / (TT \times PI)$.

8. La frecuencia del muestreo es el número de paquetes muestreados. Todos los tamaños deben indicarse en la misma unidad de masa, como el kg.

LOTES DINÁMICOS

9. Es más fácil producir muestras totales representativas seleccionando muestras incrementales cuando los cereales en grano y los productos a base de cereales están en circulación, conforme el lote se transfiriere de un lugar a otro. En el caso de los productos en circulación, se tomarán pequeñas muestras incrementales a lo largo de todo el flujo y se unirán para obtener una muestra total; si esta es mayor que las muestras de laboratorio necesarias, se mezclará y se dividirá para obtener la muestra de laboratorio del tamaño deseado.

10. Se comercializan muestreadores automáticos como los de corte transversal que disponen de temporizadores para hacer pasar automáticamente un vaso receptor por el flujo de producto a intervalos predeterminados y uniformes. Si no se dispone de este tipo de muestreadores, se puede designar a una persona para que pase manualmente el vaso a lo largo del canal a intervalos periódicos para tomar muestras incrementales. Tanto si se utilizan métodos automáticos como manuales, las muestras incrementales se deben tomar y mezclar a intervalos frecuentes y uniformes conforme el cereal pasa por el punto de muestreo.

11. Los muestreadores de corte transversal deben instalarse de la siguiente forma: 1) el plano de la apertura del vaso debe ser perpendicular a la dirección del flujo; 2) el vaso debe pasar por toda la superficie transversal del flujo, y 3) la apertura del vaso debe ser lo suficientemente ancha como para que pueda recoger todos los elementos de interés del lote. Como norma general, la anchura del vaso debe ser entre dos y tres veces la dimensión máxima de los elementos del lote.

12. El tamaño de la muestra total (M), expresado en kg, tomada de un lote mediante un muestreador de corte transversal es:

$$M = (A \times TL) / (T \times V),$$

donde A es la anchura de la apertura del vaso (en cm), TL es el tamaño del lote (en kg), T es el intervalo o el tiempo entre movimientos del vaso por el canal (en s) y V es la velocidad del vaso (en cm/s).

13. Si se conoce la velocidad del flujo de producto, VF (kg/s), la frecuencia del muestreo (FM) y el número de cortes que hace el vaso receptor automático se pueden calcular como una función de M, V, A y VF. $FM = (M \times V) / (A \times VF)$

EMBALAJE Y TRANSPORTE DE LAS MUESTRAS

14. Todas las muestras de laboratorio se depositarán en un contenedor limpio e inerte que las proteja adecuadamente de la contaminación, la luz solar y los daños durante el tránsito. Se tomarán todas las precauciones necesarias para evitar cambios en la composición de la muestra de laboratorio que pudieran producirse durante el transporte o almacenamiento. Las muestras se mantendrán en un lugar oscuro y fresco.

SELLADO Y ETIQUETADO DE LAS MUESTRAS

15. Todas las muestras de laboratorio tomadas para uso oficial se sellarán en el lugar donde se tomen y se marcarán. Se mantendrá un registro de cada toma de muestras que permita identificar los lotes en forma inconfundible y se indicarán la fecha y el lugar donde se toman las muestras, así como toda información adicional que pueda ser de interés para el analista.

PRECAUCIONES EN LA PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

16. Durante la preparación de las muestras se evitará la luz del sol en la medida de lo posible, ya que las aflatoxinas se descomponen gradualmente por efecto de la luz ultravioleta. También se controlarán la temperatura ambiental y la humedad relativa para no favorecer la formación de mohos y de aflatoxinas.

HOMOGENEIZACIÓN: MOLIENDA

17. Como la distribución de las aflatoxinas es en extremo heterogénea, las muestras de laboratorio se homogeneizarán moliendo la totalidad de la muestra de laboratorio que este reciba. La homogeneización es un procedimiento de reducción del tamaño de las partículas que dispersa uniformemente las partículas contaminadas en toda la muestra molida de laboratorio.

18. La muestra de laboratorio se molerá finamente y se mezclará bien con un procedimiento que produzca una homogeneización lo más completa posible. La homogeneización total significa que el tamaño de las partículas es muy pequeño y la variabilidad asociada a la preparación de la muestra se aproxima a cero. Una vez molida la muestra, es necesario limpiar el molino para prevenir la contaminación cruzada.

PORCIÓN ANALÍTICA

19. El peso recomendado de la porción analítica tomada de la muestra molida de laboratorio debe ser de aproximadamente 25 g. Si la muestra de laboratorio se prepara utilizando una pasta líquida, esta debe contener 25 g de muestra.

20. Los procedimientos para la selección de 25 g de porción analítica a partir de la muestra molida de laboratorio deberán ser un proceso aleatorio. Si la mezcla se produce durante o después de la molienda, la porción analítica de 25 g se puede seleccionar de cualquier lugar de la muestra molida de laboratorio. De lo contrario, la porción analítica de 25 g deberá ser la acumulación de varias porciones pequeñas seleccionadas de toda la muestra de laboratorio.

MÉTODOS ANALÍTICOS

21. Es conveniente adoptar un enfoque basado en criterios, que consista en establecer los criterios de rendimiento que el método analítico utilizado debe cumplir. El enfoque basado en criterios tiene la ventaja de que, al evitar establecer los detalles específicos del método utilizado, se pueden aprovechar los avances de la metodología sin tener que reconsiderar ni modificar el método específico. En el Cuadro 3 figura una lista de posibles criterios y niveles de rendimiento. Con este enfoque, los laboratorios tendrían la libertad de utilizar el método analítico más adecuado para sus instalaciones.

Cuadro 3. Criterios que deben cumplir los métodos para determinar el contenido total de aflatoxinas en los cereales, considerando que la proporción de AFB1: AFB2: AFG1: AFG2 es 1:1:1:1.

Producto	Analito	NM (µg/kg)	Límite de detección (µg/kg)	Límite de cuantificación (µg/kg)	Precisión (%)	Intervalo mínimo aplicable (µg/kg)	Recuperación (%)
Maíz en grano	AF B1+B2+G1+G2	15	≤ 3	≤ 6	< 44	8,4-21,6	60-115
	AFB1	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 – 5,4	40-120
	AFB2	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 – 5,4	40-120
	AFG1	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 – 5,4	40-120
	AFG2	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 – 5,4	40-120
Harina de maíz, papilla, sémola y copos de maíz; sorgo en grano, y alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños destinados a programas de ayuda alimentaria.	AF B1+B2+G1+G2	10	≤ 2	≤ 4	< 44	5,6-14,4	60-115
	AFB1	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4-3,6	40-120
	AFB2	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4-3,6	40-120
	AFG1	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4-3,6	40-120
	AFG2	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4-3,6	40-120
Arroz descascarado	AF B1+B2+G1+G2	20	≤ 4	≤ 8	< 44	11,2-28,8	60-115
	AFB1	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 – 7,2	40-120
	AFB2	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 – 7,2	40-120
	AFG1	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 – 7,2	40-120
	AFG2	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 – 7,2	40-120
Arroz pulido; alimentos a base de cereales para lactantes y niños pequeños	AF B1+B2+G1+G2	5	≤ 1	≤ 2	< 44	2,8-7,2	40-120
	AFB1	-	≤ 0,25	≤ 0,5	< 44	0,7 – 1,8	40-120
	AFB2	-	≤ 0,25	≤ 0,5	< 44	0,7 – 1,8	40-120
	AFG1	-	≤ 0,25	≤ 0,5	< 44	0,7 – 1,8	40-120
	AFG2	-	≤ 0,25	≤ 0,5	< 44	0,7 – 1,8	40-120

1.6 LECHE Y PRODUCTOS LÁCTEOS

(*Las notas a pie de página 13 y 14, referentes a los métodos para determinar el extracto seco magro de leche y el contenido de agua [humedad], son equivalentes a las notas a pie de página que aparecen en la norma CXS 234-1999)

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
<u>Permeados lácteos en polvo</u>	<u>Lactosa</u>	<u>ISO 22662 IDF 198</u>	<u>Cromatografía de líquidos de alto rendimiento</u>	<u>II</u>
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal	Grasa total	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6731 IDF 21 e ISO 23318 IDF 249	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6731 IDF 21, ISO 23318 IDF 249 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6731 IDF 21, ISO 23318 IDF 249 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Grasa total	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6731 IDF 21 e ISO 23318 IDF 249	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6731 IDF 21, ISO 23318 IDF 249 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6731 IDF 21, ISO 23318 IDF 249 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Grasa total	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Contenido de agua¹⁴ (humedad)	Descrito en el Anexo D*	Gravimetría (con secado a 102 °C)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 5537 IDF 26, ISO 23318 IDF 249 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 87°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	Descrito en el Anexo D*, ISO 23318 IDF 249 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 5537 IDF 26, ISO 23318 IDF 249 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 87°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche¹³	Descrito en el Anexo D*, ISO 23318 IDF 249 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Grasa total	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Contenido de agua ¹⁴ (humedad)	Descrito en el Anexo D*	Gravimetría (con secado a 102 °C)	IV

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 5537 IDF 26, ISO 23318 IDF 249 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 87°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche¹³	Descrito en el Anexo D*, ISO 23318 IDF 249 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 5537 IDF 26, ISO 23318 IDF 249 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 87°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche¹³	Descrito en el Anexo D*, ISO 23318 IDF 249 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal	Grasa total	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6734 IDF 15, ISO 23318 IDF 249 e ISO 2911 IDF 35	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de sacarosa Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6734 IDF 15, ISO 23318 IDF 249 , ISO 2911 IDF 35 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6734 IDF 15, ISO 23318 IDF 249 , ISO 2911 IDF 35 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Grasa total	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal con contenido reducido de grasas (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6734 IDF 15, ISO 23318 IDF 249 , e ISO 2911 IDF 35	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de sacarosa Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal con contenido reducido de grasas (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6734 IDF 15, ISO 23318 IDF 249 , ISO 2911 IDF 35 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal con contenido reducido de grasas (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6734 IDF 15, ISO 23318 IDF 249 , ISO 2911 IDF 35 y AOAC 991.20	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Queso	Grasa de la leche	ISO 23319 IDF 250	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Quesos, individual	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 5534 IDF 4 e ISO 23319 IDF 250	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Quesos conservados en salmuera	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 5534 IDF 4 e ISO 23319 IDF 250	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Requesón	Extracto seco sin materias grasas	ISO 5534 IDF 4 e ISO 23319 IDF 250	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (con secado a 102 °C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Requesón (para muestras con un contenido de lactosa de hasta el 5 %)	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 5534 IDF 4 e ISO 23319 IDF 250	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Requesón (para muestras con un contenido de lactosa de hasta el 5 %)	Grasa de la leche	ISO 23319 IDF 250	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Queso crema	Contenido de humedad en ausencia de grasa	ISO 5534 IDF 4 e ISO 23319 IDF 250	Cálculo a partir del contenido de materias grasas y el contenido de humedad Gravimetría (con secado a 102 °C en horno de aire forzado) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Permeados lácteos en polvo	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Productos a base de caseína alimentaria	Grasa de leche (grasa total)	ISO 23319 IDF 250	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Leches en polvo y natas (cremas) en polvo	Agua¹⁴ (humedad)	Descrito en el Anexo D*	Gravimetría (con secado a 102 °C)	IV
Leches en polvo y natas (cremas) en polvo	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mozzarella	Grasa de la leche en extracto seco, con alto contenido de humedad	ISO 5534 IDF 4 e ISO 23319 IDF 250	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Mozzarella	Grasa de la leche en extracto seco, con bajo contenido de humedad	ISO 5534 IDF 4 e ISO 23319 IDF 250	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Quesos de suero por coagulación	Grasa de la leche	ISO 23319 IDF 250	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Quesos de suero por coagulación	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 23319 IDF 250 e ISO 5534 IDF 4	Cálculo a partir del contenido de materias grasas y el contenido de materia seca Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) Gravimetría (con secado a 102 °C)	I
Leches fermentadas	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Nata (crema)	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Natas (cremas) cuyo contenido de grasa de la leche se ha reducido	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249 y AOAC 995.19	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Leches evaporadas	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Leches evaporadas	Proteína de leche en extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6731 IDF 21, ISO 23318 IDF 249 , e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	I
Leche condensada edulcorada	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Leches condensadas edulcoradas (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en extracto seco magro de leche ¹³	ISO 6734 IDF 15, ISO 23318 IDF 249 , ISO 2911 IDF 35 e ISO 8968-1 IDF 20-1	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Polarimetría Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	I
Quesos de suero por concentración (contenido de carbohidratos inferior al 5 %)	Grasa de leche (grasa total)	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Quesos de suero por concentración (contenido de carbohidratos inferior al 5 %)	Grasa de la leche en extracto seco (grasa total en el extracto seco)	ISO 23318 IDF 249 e ISO 2920 IDF 58	Cálculo a partir del contenido de materias grasas y el contenido de materia seca Gravimetría (Röse-Gottlieb) Gravimetría (con secado a 88 °C)	I
Sueros en polvo	Grasa de la leche	ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Preparados para lactantes	Grasa total	AOAC 989.05 e ISO 23318 IDF 249	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I

***Debido a la accesibilidad al equipo y la calibración del método ISO 5537|IDF 26, el método descrito en el Anexo se considera de Tipo IV**

ANEXO D. Método para determinar el contenido de humedad en condiciones normales de presión (102 °C ± 2°C)

Productos	Parámetro
Leche en polvo, nata (crema) en polvo y mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal	Contenido de humedad
<p>DESCRIPCIÓN DEL MÉTODO: DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD</p> <p>1. ÁMBITO DE APLICACIÓN</p> <p>En esta norma se especifica un método para la determinación del contenido de humedad de todos los tipos de leche en polvo, nata (crema) en polvo y mezclas de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal.</p> <p>2. DEFINICIÓN</p> <p>El contenido es la pérdida de masa determinada por el procedimiento especificado en esta norma. Se expresa como porcentaje de masa (g/100 g).</p> <p>3. PRINCIPIO</p> <p>Una porción de la muestra se seca en un horno a 102 °C ± 2 °C hasta que llegue a un peso constante y luego se pesa para determinar la pérdida de masa.</p> <p>4. EQUIPO</p> <p>Equipo habitual de laboratorio y, en particular, lo siguiente:</p> <p>4.1. Báscula analítica, capaz de pesar con una precisión de 1 mg, con una resolución mínima de 0,1 mg.</p> <p>4.2. Horno de secado, con buena ventilación y, en la medida de lo posible, con ventilación forzada, capaz de mantenerse a una temperatura de 102 °C ± 2 °C en todo el espacio de trabajo, gracias a un controlador de temperatura.</p> <p>4.3. Desecador, con gel de sílice recién desecado y un indicador higrométrico u otra sustancia desecadora eficaz.</p> <p>4.4. Placas de fondo plano, de aproximadamente 25 mm de profundidad y 50 mm de diámetro fabricadas con un material apropiado (por ejemplo, vidrio, acero inoxidable, níquel o aluminio) y dotadas de tapas que se ajusten bien y se puedan quitar con facilidad.</p> <p>5. MUESTREO</p> <p>Es importante que el laboratorio reciba una muestra verdaderamente representativa y que no haya sufrido daños o modificaciones durante el transporte o el almacenamiento.</p> <p>El muestreo no forma parte del método especificado en esta norma. En la norma ISO 707 IDF 50 se indica un método de muestreo recomendado.</p> <p>6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA DE ENSAYO</p> <p>Transferir toda la muestra a un contenedor seco y bien cerrado con una capacidad de aproximadamente el doble del volumen de la muestra. Mezclar bien volteando y sacudiendo el contenedor.</p>	

7. PROCEDIMIENTO

7.1 Preparación de la placa.

7.1.1. Calentar la cápsula destapada y su tapa (4.4) en el horno (4.2) a una temperatura controlada de $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante 1 hora.

7.1.2. Transferir la placa tapada al desecador (4.3), dejar que se enfríe hasta alcanzar la temperatura ambiente en la sala de balanzas y pesarla (4.1) con una precisión de 0,1 mg.

7.2. Muestra de ensayo

7.2.1. Depositar entre 1 g y 1,5 g de la muestra de ensayo preparada (6) en la placa, taparla y pesarla con una precisión de 0,1 mg.

7.3. Determinación

7.3.1. Destapar la cápsula y depositarla junto con la tapa en el horno (4.2) a una temperatura controlada de $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

7.3.2. Volver a tapar la placa, transferirla al desecador, dejarla enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente y pesarla con una precisión de 0,1 mg.

7.3.3. Destapar la cápsula y volverla a calentar, junto con la tapa, en el horno durante 1 hora. A continuación, repetir la operación 7.3.2.

7.3.4. Repetir este proceso hasta que la diferencia de masa entre dos mediciones del peso sucesivas no supere los 0,5 mg. Anotar la masa más baja.

8. CÁLCULO Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

8.1. Cálculo

El contenido de humedad de la muestra, expresado en g/100 g, es igual a:

$$\text{humedad} = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{(m_1 - m_0)}$$

donde,

m_0 es la masa, expresada en gramos, de la placa y la tapa (7.1.2),

m_1 es la masa, expresada en gramos, de la placa, la tapa y la muestra de ensayo antes de secarla (7.2.1),

m_2 es la masa, expresada en gramos, de la placa, la tapa y la muestra de ensayo después de secarla (7.3.4).

8.2. Expresión de los resultados analíticos

Los resultados de la muestra se expresarán con dos decimales.

1.7 GRASAS Y ACEITES

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Grasas y aceites	<u>Antioxidantes fenólicos sintéticos</u>	<u>AOCS Ce 6-86-AOCS Ce 6a-2021</u>	Cromatografía de líquidos	II
Grasas y aceites	<u>Antioxidantes fenólicos sintéticos</u>	AOAC 983.15	Cromatografía de líquidos	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	<u>AOCS Ce 2b-11 Ce 2c-66 y AOCS Ce 1i-07 / AOCS Ce 1j-07</u>	<u>Preparación de ésteres metílicos y cromatografía de gases</u>	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	<u>ISO 12966-2 e ISO 12966-4</u>	<u>Preparación de ésteres metílicos y cromatografía de gases</u>	III
Grasas animales especificadas	Composición de ácidos grasos	<u>AOCS Ce 2-66 y Ce 1j-07</u>	<u>Preparación de ésteres metílicos y cromatografía de gases</u>	II
Grasas animales especificadas	Composición de ácidos grasos	<u>ISO 12966-2 e ISO 12966-4</u>	<u>Preparación de ésteres metílicos y cromatografía de gases</u>	II III
Grasas animales especificadas	Valoración	<u>ISO 935</u>	Termometría	I
Grasas animales especificadas	Valoración	<u>AOCS Cc 12-59^a</u>	Termometría	I IV
Aceites vegetales especificados	Índice de Crismer	AOCS Cb 4-35 y AOCS Ca 5a-40	Cálculo a partir de la composición individual de ácidos grasos (cromatografía de gases de ésteres metílicos) y la turbidez	I
Aceites vegetales especificados	Reacción de Halphen	AOCS Cb 1-25	Colorimetría	I
Aceites vegetales especificados	Materia insaponificable	<u>ISO 3596/AOCS Ca 6b-53</u>	<u>Extracción con éter dietílico y gravimetría (secado a 103 °C) y valorimetría (colorimetría) y corrección para la valorimetría (colorimetría) de ácidos grasos libres^c</u>	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Aceites vegetales especificados	Materia insaponificable	<u>ISO 18609^b</u>	<u>Extracción con hexano y</u> gravimetría (secado a 103 °C) y valorimetría (colorimetría) <u>y corrección para la valorimetría (colorimetría) de ácidos grasos libres^c</u>	+ <u>IV</u>
Aceite de pescado	<u>Vitamina A^d</u>	Monografía de la Farmacopea Europea sobre el aceite de hígado de bacalao (tipo A), monografía 01/2005:1192, con punto final de cromatografía de líquidos 2.2.29	Cromatografía de líquidos	III
Aceite de pescado	<u>Vitamina A^d</u>	EN 12823-1 (Determinación de la vitamina A mediante cromatografía de líquidos de alto rendimiento – Parte 1: Medición de todo-E-retinol y 13-Z-retinol)	Cromatografía de líquidos	### <u>II</u>
Aceite de pescado	Vitamina D ^e	NMKL 167/EN 12821 (Determinación del contenido de vitamina D mediante cromatografía de líquidos de alto rendimiento – Medición del colecalciferol [D3] o ergocalciferol [D2])	Cromatografía de líquidos	### <u>II</u>

^a AOCs Cc 12-59 es el método preferido en algunas regiones. Debido a la diferencia en la aplicación práctica de AOCs Cc 12-59 en comparación con ISO 935, está clasificado como método de Tipo IV.

^b Los resultados obtenidos con la norma ISO 18609 son sistemáticamente inferiores. En caso de limitaciones debidas al clima o a normativas que prohíban el uso de éter dietílico, puede utilizarse la norma ISO 18609 en lugar de un método de Tipo I.

^c La técnica para la norma ISO 18609 es gravimétrica. La corrección para la valorimetría y colorimetría se realizará solo cuando sea necesario corregir para ácidos grasos libres.

^d En la norma respectiva sobre los aceites de pescado, CXS 329-2017, se afirma que la vitamina A se expresa como equivalentes de retinol, que toman en consideración el hecho de que los diferentes vitámeros de la vitamina A tienen actividades distintas. La norma ISO/TR 23304:2021, titulada *Food products – Guidance on how to express vitamins and their vitamers* (Productos alimenticios: Guía para expresar las vitaminas y sus vitámeros), ayuda a aclarar esta cuestión, por ejemplo, en relación con las actividades pertinentes de todas las concentraciones de todo-E-retinol y 13-Z-retinol.

^e La disposición se refiere a las vitaminas D2 y D3.

1.8 CEREALES, LEGUMBRES Y LEGUMINOSAS

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Ciertas legumbres (soja)	Contenido de humedad	ISO 665	Gravimetría (secado en horno a 103 °C)	I
Ciertas legumbres excepto la soja	Contenido de humedad	ISO 24557/AACC 44-17.01	Gravimetría (secado en horno a 130 °C)	I
Harina de maíz sin germen y sémola de maíz	Materia grasa bruta	AOAC 945.38F; y 920.39C e ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (extracción con éter)	I
Harina de maíz sin germen y sémola de maíz	Contenido de humedad	ICC 110/1	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I
Harina de maíz sin germen y sémola de maíz	Tamaño de las partículas (granulosidad)	AOAC 965.22 ¹	Gravimetría (tamizado)	I
Harina de maíz sin germen y sémola de maíz	Proteína	ICC 105/ 2 e ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Sémola de trigo duro y harina de trigo duro	Ceniza (sémola)	AOAC 923.03/ ISO 2171 e ISO 712/ ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	I
Sémola de trigo duro y harina de trigo duro	Contenido de humedad	ISO 712/ ICC 110/1	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I
Sémola de trigo duro y harina de trigo duro	Proteína (N x 5,7)	ICC 105/ 42 e ISO 712/ ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Fideos instantáneos	Índice de acidez	Descrito en la norma, se trasladará a la norma 234	Valorimetría (extracción con éter)	I
Fideos instantáneos	Contenido de humedad	Descrito en la norma, se trasladará a la norma 234	Gravimetría (secado en horno a 105 °C)	I
Maíz	Contenido de humedad	ISO 6540/ ICC 110/1	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I
Harina de mijo perla	Ceniza	AOAC 923.03/ ISO 2171 e ISO 712/ ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Harina de mijo perla	Materia grasa bruta	AOAC 945.38F; <u>Y</u> 920.39C e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Valorimetría (extracción con éter)	I
Harina de mijo perla	Fibra bruta	ISO 5498 (separación de B.5) e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (extracción y filtración)	I
Harina de mijo perla	Contenido de humedad	ISO 712/ICC 110/1	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I
Harina de mijo perla	Proteína	ISO 20483 e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Harina de sorgo	Materia grasa bruta	AOAC 945.38F; <u>Y</u> 920.39C e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (extracción con éter)	I
Harina de sorgo	Fibra bruta	ICC 113/ISO 6541 e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (separación e incineración)	I
Harina de sorgo	Contenido de humedad	ISO 712/ICC 110/1	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I
Harina de sorgo	Tamaño de las partículas (granulosidad)	AOAC 965.22 ¹	Gravimetría (tamizado)	I
Harina de sorgo	Proteína	ICC 105/4 <u>2</u> e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Harina de sorgo	Taninos	ISO 9648 e ISO 712/ICC110/1	Cálculo a partir de la humedad Espectrofotometría	I
Sorgo en grano	Materia grasa bruta	AOAC 945.38F; <u>Y</u> 920.39C e ISO 6540	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (extracción con éter)	I
Sorgo en grano	Contenido de humedad	ISO 6540	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I
Sorgo en grano	Proteína	ICC 105/4 <u>2</u> e ISO 6540	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Sorgo en grano	Taninos	ISO 9648 e ISO 6540	Cálculo a partir de la humedad Espectrofotometría	I
Productos proteínicos de soja	Ceniza	AOAC 923.03/ ISO 2171: (Método B) y AOAC 925.09	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	I
Productos proteínicos de soja	Fibra bruta	ISO 5498 y AOAC 925.09	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (separación) (extracción y filtración)	I
Productos proteínicos de soja	Contenido de humedad	AOAC 925.09	Gravimetría (horno de vacío a 98 °C-100 °C)	I
Productos proteínicos vegetales	Ceniza	AOAC 923.03/ ISO 2171 (Método B) y AOAC 925.09	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	I
Productos proteínicos vegetales	Fibra bruta	AACC 32-17-32-10.01 y AOAC 925.09	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (filtración mediante fibra cerámica)	I
Productos proteínicos vegetales	Contenido de humedad	AOAC 925.09	Gravimetría (horno de vacío a 98 °C-100 °C)	I
Harina de trigo	Acidez de la materia grasa	ISO 7305 e ISO 712/ ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (extracción)	I
Harina de trigo	Contenido de humedad	ISO 712/ ICC 110/1	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I
Harina de trigo	Tamaño de las partículas (granulosidad)	AOAC 965.22 ¹	Gravimetría (tamizado)	I
Harina de trigo	Proteína	ICC 105/ 42 e ISO 712: /ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Productos de proteína de trigo incluido el gluten de trigo	Fibra bruta ⁴	AOAC 962.09 y AOAC 925.09	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría mediante fibra cerámica (filtración mediante fibra cerámica)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
<u>Productos de proteína de trigo incluido el gluten de trigo</u>	<u>Contenido de humedad</u>	<u>AOAC 925.09</u>	<u>Gravimetría (horno de vacío a 98 °C-100 °C)</u>	I
Productos de proteína de trigo incluido el gluten de trigo	Proteína bruta ¹ : excepto las vitaminas, los minerales, los aminoácidos y los ingredientes opcionales añadidos	Gluten vital de trigo y gluten de trigo desvitalizado <u>ISO 20483 y AOAC 925.09</u>	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
		Proteína del trigo solubilizada <u>ISO 20483 y AOAC 925.09</u>	Cálculo a partir de la humedad y Kjeldahl Valorimetría (digestión de Kjeldahl) (proteína del trigo en la harina N x 5,7)	I
Productos de proteína de trigo incluido el gluten de trigo	Ceniza	AOAC 923.03/ISO 2171: método B y AOAC 925.09	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (<u>incineración a 550 °C</u>)	I
Granos de mijo perla enteros y descortezados	Ceniza	AOAC 923.03/ <u>ISO 2171</u> e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (<u>incineración a 550 °C</u>)	I
Granos de mijo perla enteros y descortezados	Materia grasa bruta	AOAC 945.38F; y 920.39C e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (extracción con éter)	I
Granos de mijo perla enteros y descortezados	Fibra bruta	ISO 5498 (separación de B.5) e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (<u>filtración mediante filtro de papel</u>)	I
Granos de mijo perla enteros y descortezados	Contenido de humedad	ISO 712/ICC 110/1	Gravimetría (<u>secado en horno a 130 °C-133 °C</u>)	I
Granos de mijo perla enteros y descortezados	Proteína	<u>ISO 20483</u> e ISO 712 / ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Harina integral de maíz	Materia grasa bruta	AOAC 945.38F; y 920.39C e ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (extracción con éter)	I
Harina integral de maíz	Contenido de humedad	ICC 110/1/ <u>ISO 6540</u>	Gravimetría (<u>secado en horno a 130 °C-133 °C</u>)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Harina integral de maíz	Tamaño de las partículas (granulosidad)	AOAC 965.22 ¹ e ISO 3310-1	Gravimetría (tamizado)	I
Harina integral de maíz	Proteína	ICC 105/42 e ICC 110/1	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
<u>Gari</u>	<u>Acidez total</u>	<u>ISO/DP 7305</u> <u>e ISO 712</u>	<u>Valorimetría (extracción con etanol)</u>	<u>!</u>
Gari	Fibra bruta	ISO 5498 e <u>ISO 712</u>	Gravimetría (separación)	I
Gari	Ceniza	ISO 2171 e <u>ISO 712</u>	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración <u>a 550 °C</u>)	I
Gari	Contenido de humedad	ISO 712	Gravimetría (<u>secado en horno a 130 °C-133 °C</u>)	I
Harina de yuca comestible	Contenido de humedad	ISO 712	Gravimetría (<u>secado en horno a 98 °C-100 °C</u>)	<u>!</u>
Harina de yuca comestible	Fibra bruta	ISO 5498 (separación de B.5)	Gravimetría (separación)	I
<u>Harina de yuca comestible</u>	<u>Ceniza</u>	<u>ISO 2171 e ISO 712</u>	<u>Cálculo a partir del contenido de humedad</u> <u>Gravimetría (incineración a 550 °C)</u>	<u>!</u>

¹ Especificaciones sobre el tamiz como en la ISO 3310/1.

1.9 FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Compotas, jaleas, mermeladas, pepinos encurtidos, salsa picante de mango, leche de coco y crema de coco)</u>	Ácido benzoico	NMKL 124	Cromatografía de líquidos <u>(UV)</u>	II
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Compotas, jaleas, mermeladas, pepinos encurtidos, salsa picante de mango, leche de coco y crema de coco)</u>	Ácido benzoico	AOAC 983.16	Cromatografía de gases <u>(ionización de llama)</u>	III
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Fresas enlatadas, pepinos encurtidos, tomates en conserva, frutos cítricos enlatados, ciertas hortalizas enlatadas)</u>	Calcio	AOAC 968.31	Complexometría/Valorimetría	II
Frutas y hortalizas elaboradas	Peso escurrido	AOAC 968.30 (método general del Codex)	Tamizado Gravimetría <u>(tamizado)</u>	I
Frutas y hortalizas elaboradas	Llenado de envases <u>de vidrio</u>	<u>ISO 8106</u>	<u>Gravimetría</u>	I
<u>Frutas y hortalizas elaboradas</u>	<u>Llenado de envases metálicos</u>	<u>ISO 90-1</u>	<u>Gravimetría</u>	I
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Pepinos encurtidos, aceitunas de mesa, concentrados de tomate elaborados, tomates en conserva, salsa picante de mango y productos de coco acuoso) excepto los brotes de bambú enlatados, pH determinado por el método AOAC 981.12)</u>	pH	ISO 1842	Potenciometría	IV
<u>Brotes de bambú enlatados</u>	<u>pH</u>	<u>AOAC 981.12</u>	<u>Potenciometría</u>	<u>IV</u>

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Pepinos encurtidos, aceitunas de mesa, concentrados de tomate elaborados, tomates en conserva, salsa picante de mango y productos de coco acuoso)</u>	pH	AOAC 981.12	Potenciometría	III
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Pepinos encurtidos, aceitunas de mesa, concentrados de tomate elaborados, tomates en conserva, salsa picante de mango y productos de coco acuoso)</u>	pH	NMKL 179	Potenciometría	II
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Pepinos encurtidos, concentrados de tomate elaborados, tomates en conserva, puré de manzanas en conserva, compotas, jaleas y mermeladas, salsa picante de mango y ciertas frutas enlatadas)</u>	Sólidos solubles <u>(medio de embalaje)</u>	ISO 2173	Refractometría	I
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Compotas, jaleas, mermeladas, pepinos encurtidos)</u>	Sorbatos	AOAC 983.16	Cromatografía de gases <u>(ionización de llama)</u>	III
Frutas y hortalizas elaboradas* <u>(Compotas, jaleas, mermeladas, pepinos encurtidos)</u>	Sorbatos	NMKL 124	Cromatografía de líquidos <u>(UV)</u>	II
Frutas y hortalizas elaboradas	Estaño	AOAC 980.19 (método general del Codex)	AAS <u>Espectrofotometría de absorción atómica (con llama)</u>	II
Frutas y hortalizas elaboradas	Sólidos totales	AOAC 920.151	Gravimetría	I
Productos de coco acuoso	Grasa total	<u>ISO 23318 IDF 249</u>	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Productos de coco acuoso	Sólidos totales	ISO 6731 IDF 21	Gravimetría	I
Productos de coco acuoso	Sólidos no grasos	<u>ISO 23318 IDF 249</u> e ISO 6731 IDF 21	Cálculo: Gravimetría (Röse Gottlieb) Gravimetría	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Productos de coco acuoso	Contenido de humedad	ISO 6731 IDF 21	Cálculo: Gravimetría	I
Puré de manzanas en conserva	Llenado de envases de vidrio	ISO 8106	Pesaje Gravimetría	I
Puré de manzanas en conserva	Llenado de envases metálicos	ISO 90-1	Pesaje Gravimetría	I
Puré de manzanas en conserva	Sólidos solubles (medio de embalaje)	ISO 2173 (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas)	Refractometría	I
Judías verdes y frijolillos en conserva	Hebras tenaces	CAC/RM 39	Estirado	I
Guisantes verdes en conserva	Llenado de envases de vidrio	ISO 8106	Gravimetría	I
Guisantes verdes en conserva	Llenado de envases metálicos	ISO 90-1	Gravimetría	I
Guisantes verdes en conserva	Distinción de los tipos de guisantes	CAC/RM 48	Inspección Examen visual	I
Mango en conserva	Sólidos solubles (medio de embalaje)	AOAC 932.14C	Método del viscosímetro rotacional (refractometría)	I
Hongos en conserva	Lavados Peso escurrido	AOAC 968.30	Gravimetría (tamizado)	I
Palmito en conserva	Impurezas minerales	ISO 762	Gravimetría	I
Frutas de hueso en conserva	Peso escurrido	AOAC 968.30	Gravimetría (tamizado)	I
Frutas de hueso en conserva	Sólidos solubles (medio de embalaje)	ISO 2173	Refractometría	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Fresas enlatadas	Calcio	AOAC 968.31	Complexometría/Valorimetría	II
Fresas enlatadas	Impurezas minerales	ISO 762	Gravimetría	I
Algunos frutos cítricos enlatados	Calcio	NMKL 153	<u>Espectrofotometría de absorción atómica (con llama)</u>	II
Algunos frutos cítricos enlatados	Calcio	AOAC 968.31	Complexometría/Valorimetría	III
Mermelada de cítricos	Calcio	AOAC 968.31	Complexometría/Valorimetría	II
Dátiles	Identificación de defectos	Descrito en la norma CXS 143	Inspección Examen visual	I
Dátiles	Contenido de humedad	AOAC 934.06	Gravimetría (horno de vacío)	I
Coco desecado	Acidez total del aceite extraído	ISO 660/AOCS Cd 3d-63	Potenciometría/Valorimetría	I
Coco desecado	Ceniza	AOAC 950.49	Gravimetría (incineración)	I
Coco desecado	Materia vegetal extraña	Descrito en la norma CXS 177	Contaje de materia extraña a simple vista	IV
Coco desecado	Contenido de humedad	AOAC 925.40	Gravimetría (pérdida por desecación)	I
Coco desecado	Contenido de aceite	AOAC 948.22	Gravimetría	I
Albaricoques secos	Identificación de defectos	Descrito en la norma	Examen visual (gravimetría)	I
Albaricoques secos	Contenido de humedad	AOAC 934.06	Gravimetría (horno de vacío)	I
Albaricoques secos	Dióxido de azufre	AOAC 963.20	Colorimetría	II

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Compotas (conservas de frutas) y jaleas Compotas, jaleas y mermeladas	Llenado de envases de vidrio	ISO 8106	Gravimetría	I
Compotas (conservas de frutas) y jaleas Compotas, jaleas y mermeladas	Sólidos solubles	ISO 2173	Refractometría	I
Salsa picante de mango	Ceniza insoluble en HCl	ISO 763	Gravimetría	I
Pepinos encurtidos	Acidez total	AOAC 942.15	Valorimetría	I
Pepinos encurtidos	Peso escurrido	AOAC 968.30	Gravimetría	I
Pepinos encurtidos	Impurezas minerales	ISO 762	Gravimetría	I
Pepinos encurtidos	Sal en la salmuera (NaCl)	AOAC 971.27 (método general del Codex)	Potenciometría	II
Pepinos encurtidos	Llenado de volumen por desplazamiento	Descrito en la norma	Desplazamiento	I
Tomates en conserva	Calcio	AOAC 968.31	Complexometría/Valorimetría	III
Tomates en conserva	Calcio	NMKL 153	Espectrofotometría de absorción atómica (con llama)	II
Tomates en conserva	Peso escurrido mínimo	AOAC 968.30	Gravimetría (tamizado) Nota: utilícese un tamiz de n.º 14 en lugar de uno de '7/16' o de n.º 8.	I
Tomates en conserva	Contaje de mohos	AOAC 965.41	Contaje de mohos de Howard	I
Concentrados de tomate elaborado	Ácido láctico	EN 2634 EN 12631	Espectrometría (determinación enzimática)	II

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Concentrados de tomate elaborado	Impurezas minerales (arena)	ISO 762	Gravimetría	I
Concentrados de tomate elaborado	Contaje de mohos	AOAC 965.41	Contaje de mohos de Howard	I
Concentrados de tomate elaborado	Cloruro sódico	AOAC 971.27 (método general del Codex)	Potenciometría	II
Concentrados de tomate elaborado	Sólidos solubles del tomate	AOAC 970.59	Refractometría	I
Uvas pasas	Impurezas minerales	ISO 762	Gravimetría (incineración)	I
Uvas pasas	Aceite mineral	CAC/RM 52	Extracción y separación de alúmina	II
Uvas pasas	Contenido de humedad	AOAC 972.20	Conductancia eléctrica	I
Uvas pasas	Sorbitol	AOAC 973.28	Cromatografía de gases (ionización de llama)	II
Uvas pasas	Dióxido de azufre	AOAC 963.20	Colorimetría	II
Aceitunas de mesa	Peso escurrido	AOAC 968.30 (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas)	Tamizado Gravimetría (tamizado)	I
Aceitunas de mesa	Llenado de envases de vidrio	ISO 8106	Gravimetría	I
<u>Aceitunas de mesa</u>	<u>Llenado de envases metálicos</u>	<u>ISO 90-1 (para envases metálicos)</u> <u>(método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas)</u>	Pesaje <u>Gravimetría</u>	I
Aceitunas de mesa	pH de la salmuera	NMKL 179 (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas)	Potenciometría	II

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Aceitunas de mesa	pH de la salmuera	AOAC 981.12 (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas)	Potenciometría	III
Aceitunas de mesa	pH de la salmuera	ISO 1842	Potenciometría	IV
Aceitunas de mesa	Sal en la salmuera	AOAC 971.27 NMKL 178 (método general del Codex)	Potenciometría	II
Aceitunas de mesa	Estaño	NMKL 190 EN 15764	Espectrofotometría de absorción atómica (con llama)	II

PARTE 2

MÉTODOS DE ANÁLISIS PARA SU REVOCACIÓN DURANTE EL 46.º PERÍODO DE SESIONES DE LA COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS

2.1 COMITÉ DEL CODEX SOBRE CONTAMINANTES DE LOS ALIMENTOS (CCCF)

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Grasas y aceites y productos relacionados				
Grasas y aceites (todos)	Plomo	AOAC 994.02/ISO 12193/AOCS Ca 18c-91	Espectrofotometría de absorción atómica (horno directo de grafito)	II
Aceites vegetales especificados	Plomo	AOAC 994.02/ISO 12193/AOCS Ca 18c-91	Espectrofotometría de absorción atómica (horno directo de grafito)	II
Aceites de oliva y aceites de orujo de oliva	Plomo	AOAC 994.02, ISO 12193 o AOCS Ca 18c-91	Espectrofotometría de absorción atómica	II
Mantequilla (manteca)	Plomo	AOAC 972.25 (método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Plomo	NMKL 139 (método general del Codex) AOAC 999.11	Espectrofotometría de absorción atómica	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Plomo	NMKL 161/ AOAC 999.10	Espectrofotometría de absorción atómica	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Plomo	ISO/TS 6733 IDF/RM 133	Espectrofotometría (1,5-difeniltiocarbazona)	IV
Frutas y hortalizas elaboradas				
Aceitunas de mesa	Plomo	AOAC 999.11 NMKL 139 (método general del Codex)	Espectrofotometría de absorción atómica (absorción con llama)	II
Productos varios				
Sal de calidad alimentaria	Plomo	EuSalt/AS 015	Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente	III
Sal de calidad alimentaria	Plomo	EuSalt/AS 013	Espectrofotometría de absorción atómica	IV

2.2 GRASAS Y ACEITES

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Grasas y aceites	Butilhidroxianisol, butilhidroxitolueno, tertbutilhidroquinona y propilgalato	AOAC 983.15 o AOCS Ce 6-86	Cromatografía de líquidos	II
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	AOCS Ce 1a-13	Cromatografía de gas-líquido con columnas capilares	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	AOCS Ce 2-66	Preparación de ésteres metílicos de ácidos grasos	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	AOCS Ce 2b-11	Hidrólisis alcalina	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	AOCS Ce 2b-11	Cromatografía de gases de ésteres metílicos	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	AOCS Ce 1i-07	Cromatografía de gas-líquido con columnas capilares	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	ISO 12966-2	Cromatografía de gases	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	ISO 5508	Cromatografía de gases	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1a-13	Cromatografía de gases de ésteres metílicos	III
Aceites de pescado	Composición de ácidos grasos	AOCS Ce 1b 89	Cromatografía de gas-líquido	III
Grasas animales especificadas	Rangos de composición de ácidos grasos de la cromatografía de gas-líquido	ISO 5508 e ISO 12966-2; o AOCS Ce 2-66 y Ce 1e-91 o Ce 1f-96	Cromatografía de gases de ésteres metílicos	II
Grasas animales especificadas	Valoración	ISO 935 o AOCS Cc 12-59	Termometría	I
Aceites vegetales especificados	Materia insaponificable	ISO 35966; o ISO 18609; o AOCS Ca 6b 53	Gravimetría	I

2.3 CEREALES, LEGUMBRES Y LEGUMINOSAS

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Harina de maíz sin germen y sémola de maíz	Contenido de humedad	ISO 712	Gravimetría	I
Fideos instantáneos	Extracción de aceites de los fideos instantáneos	Descrito en la norma	Gravimetría (extracción con éter)	I
Harina de mijo perla	Proteína	AOAC 920.87	Cálculo a partir de la humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Harina de sorgo	Proteína ¹ (N x 6,25)	ISO 1871	Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Sorgo en grano	Proteína ¹ (N x 6,25)	ISO 1871	Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Harina de trigo	Proteína ¹ (N x 5,7)	ISO 1871	Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Granos de mijo perla enteros y descortezados	Proteína	AOAC 920.87	Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Harina de trigo	Acidez de la materia grasa	AOAC 939.05	Valorimetría	I
Productos de proteína de trigo incluido el gluten de trigo	Proteína bruta ¹ ; excepto las vitaminas, los minerales, los aminoácidos y los ingredientes opcionales añadidos	AOAC 979.09 (proteína del trigo en el grano N x 5,7)	Kjeldahl	I
		AOAC 920.87 (proteína del trigo en la harina N x 5,7)	Kjeldahl	I
Granos de mijo perla enteros y descortezados	Proteína	AOAC 920.87	Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I
Harina integral de maíz	Contenido de humedad	ISO 712	Gravimetría	I
Gari	Contenido de humedad	ICC 109/1	Gravimetría	I
Cacahuetes (maníes) crudos	Total de aflatoxinas	AOAC 991.31	Columna de inmunoafinidad (Aflatest)	II

Cacahuets (maníes) crudos	Total de aflatoxinas	AOAC 993.17	Cromatografía en capa fina	III
Cacahuets (maníes) destinados a ulterior elaboración	Total de aflatoxinas	AOAC 975.36	Minicolumna de Romer	III
Cacahuets (maníes) (cereales, frutos con cáscara y productos derivados que contengan cacahuets)	Suma de aflatoxinas B1, B2, G1 y G2	EN 12955 ISO 16050	Cromatografía de líquidos de alto rendimiento con derivación poscolumna y limpieza de la columna de inmunoafinidad	III
Cacahuets (maníes) destinados a ulterior elaboración	Total de aflatoxinas	AOAC 979.18	Minicolumna de Holaday-Velasco	III

REVOCACIÓN DE MÉTODOS DE NORMAS PARA PRODUCTOS ESPECÍFICOS

Sorgo en grano	Grasa	ISO 5986	Véase CXS 172
Sorgo en grano	Fibra bruta	ICC 113 e ISO 6541	Véase CXS 172
Mijo perla en grano entero y decorticado	Grasa no refinada	ISO 5986	Véase CXS 169
Harina integral de maíz	Grasa no refinada	ISO 5986	Véase CXS 154
Gari	Acidez total	Método AOAC 1975 14.064-14.065	Véase CXS 151

2.4 FRUTAS Y HORTALIZAS ELABORADAS

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Frutas y hortalizas elaboradas	Sólidos solubles	AOAC 932.12	Refractometría	I
Frutas y hortalizas elaboradas	Sorbatos	NMKL 103	Cromatografía de gases	III
Productos de coco acuoso	Grasa total	ISO 1211 IDF 1	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Productos de coco acuoso	Sólidos no grasos	ISO 1211 IDF 1	Cálculo: Gravimetría (Röse Gottlieb) Gravimetría	I
Puré de manzanas en conserva	Llenado de envases	CAC/RM 46* (para envases de vidrio) (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas) e ISO 90-1 (para envases metálicos) (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas)	Pesaje	I
Puré de manzanas en conserva	Sólidos solubles	AOAC 932.12	Refractometría	I
Guisantes verdes en conserva	Llenado adecuado (en lugar de la determinación del peso escurrido)	CAC/RM 45	Vertido y medición	I
Hongos en conserva	Lavados Peso escurrido	CAC/RM 44	Tamizado	I
Frutas de hueso en conserva	Peso escurrido	ISO:2173	Gravimetría	I
Frutas de hueso en conserva	Sólidos solubles	AOAC 932.14C	Refractometría	I
Fresas enlatadas	Impurezas minerales	AOAC 971.33	Gravimetría	I
Algunas hortalizas enlatadas (palmito)	Impurezas minerales (arena)	AOAC 971.33 ISO 762	Gravimetría	I
Compotas (conservas de frutas) y jaleas	Llenado de envases	CAC/RM 46	Pesaje	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Compotas (conservas de frutas) y jaleas	Sólidos solubles	AOAC 932.12	Refractometría	I
Pepinos encurtidos	Impurezas minerales	AOAC 971.33	Gravimetría	I
Concentrados de tomate elaborado	Impurezas minerales (arena)	AOAC 971.33	Gravimetría	IV
Uvas pasas	Impurezas minerales	CAC/RM 51	Incineración	I
Aceitunas de mesa	Llenado de envases	CAC/RM 46* (para envases de vidrio) (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas) e ISO 90-1 (para envases metálicos) (método general del Codex para frutas y hortalizas elaboradas)	Pesaje	I

2.5 LECHE Y PRODUCTOS LÁCTEOS

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal con contenido reducido de grasas Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Grasa total	ISO 1737 IDF 13	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche evaporada desnatada (descremada) y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Grasa total	ISO 1736 IDF 9	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) y grasa vegetal en forma de polvo	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1736 IDF 9	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 87°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Grasa total	ISO 1736 IDF 9	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche desnatada (descremada) en polvo y grasa vegetal en forma de polvo con contenido reducido de grasas	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1736 IDF 9	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 87°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal	Grasa total	ISO 1737 IDF 13	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de sacarosa Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal con contenido reducido de grasas	Grasa total	ISO 1737 IDF 13	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal con contenido reducido de grasas (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de sacarosa Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría	IV

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Mezcla de leche desnatada (descremada) condensada edulcorada y grasa vegetal con contenido reducido de grasas (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en el extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Polarimetría Valorimetría (Kjeldahl)	IV
Queso	Grasa de la leche	ISO 1735 IDF 5	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Quesos, individual	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría	I
Quesos conservados en salmuera	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Requesón	Extracto seco sin materias grasas	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (con secado a 102 °C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Requesón (para muestras con un contenido de lactosa de hasta el 5 %)	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Requesón (para muestras con un contenido de lactosa de hasta el 5 %)	Grasa de la leche	ISO 1735 IDF 5	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Queso crema	Contenido de humedad en ausencia de grasa	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materias grasas y el contenido de humedad Gravimetría (con secado a 102 °C en horno de aire forzado) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Permeados lácteos en polvo	Grasa de la leche	ISO 1736 IDF 9	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Productos a base de caseína alimentaria	Grasa de leche (grasa total)	ISO 5543 IDF 127	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Leches en polvo y natas (cremas) en polvo	Grasa de la leche	ISO 1736 IDF 9	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Mozzarella	Grasa de la leche en extracto seco, con alto contenido de humedad	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Mozzarella	Grasa de la leche en extracto seco, con bajo contenido de humedad	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materia seca y el contenido de materias grasas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Quesos de suero por coagulación	Grasa de la leche	ISO 1735 IDF 5	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Quesos de suero por coagulación	Grasa de la leche en extracto seco	ISO 1735 IDF 5	Cálculo a partir del contenido de materias grasas y el contenido de materia seca Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) Gravimetría (con secado a 102 °C)	I
Leches fermentadas	Grasa de la leche	ISO 1211 IDF 1	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Nata (crema)	Grasa de la leche	ISO 2450 IDF 16	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Natas (cremas) cuyo contenido de grasa de la leche se ha reducido	Grasa de la leche	ISO 2450 IDF 16	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo
Leches evaporadas	Grasa de la leche	ISO 1737 IDF 13	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Leches evaporadas	Proteína de leche en extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	I
Leche condensada edulcorada	Grasa de la leche	ISO 1737 IDF 13	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Leches condensadas edulcoradas (para productos edulcorados solo con sacarosa)	Proteína de leche en extracto seco magro de leche ¹³	ISO 1737 IDF 13	Cálculo a partir del contenido de sólidos totales, el contenido de materias grasas, el contenido de sacarosa y el contenido de proteínas Gravimetría (secado a 102°C) Polarimetría Gravimetría (Röse Gottlieb) Valorimetría (Kjeldahl)	I
Quesos de suero por concentración (contenido de carbohidratos inferior al 5 %)	Grasa de leche (grasa total)	ISO 1854 IDF 59	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Quesos de suero por concentración (contenido de carbohidratos inferior al 5 %)	Grasa de la leche en extracto seco (grasa total en el extracto seco)	ISO 1854 IDF 59	Cálculo a partir del contenido de materias grasas y el contenido de materia seca Gravimetría (Röse-Gottlieb) Gravimetría (con secado a 88 °C)	I
Sueros en polvo	Grasa de la leche	ISO 1736 IDF 9	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Preparados para lactantes	Grasa total	ISO 8381 IDF 123	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I

PARTE 3

Conjunto manejable de cereales, legumbres y leguminosas para someter a la consideración del GTe

Cereales, legumbres y leguminosas y productos derivados							
Producto	Disposición	Norma del Codex	Método	Principio	Tipo	Comité	Comentarios
Harina de mijo perla	Color	CXS 170-1989 (2019)	<i>Modern Cereal Chemistry</i> , 6. ^a ed., D.W. Kent-Jones y A.J. Amos (Ed.), págs. 605-612, Food Trade Press Ltd, Londres, 1969.	Colorimetría utilizando (clasificador de color específico)	IV	CCCPL	El equipo de clasificación por color empleado en el método ya no está disponible; se propone que los examinadores reconsideren la disposición y el método.
Quinua	Contenido de humedad	CXS 333-2019 (2020)	ISO 712/ AACCI 44-15.02	Gravimetría (secado en horno a 130 °C-133 °C)	I	CCCPL	Los métodos no son idénticos, pero ambos fueron ratificados por el CCMAS como idénticos en una reunión anterior. Tal vez sea necesario volver a considerar esta cuestión, habida cuenta de que el tamaño de la muestra es mayor con el método AACCI 44-15.02.
Quinua	Proteína (N x 6,25 en peso seco)	CXS 333-2019 (2020)	<u>ISO 20483</u> ISO 1871 e ISO 712	Cálculo a partir del contenido de humedad Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	IV I	CCCPL	Se requiere información sobre validación para la ISO 1871, se dispone de datos y se prevé que se distribuirán para su examen. Si bien la ISO 20483 es aceptable para los cereales, no se considera adecuada para la quinua, porque es un pseudocereal.
Harina de sorgo	Ceniza	CXS 173-1989 (2019)	AOAC 923.03/ ISO 2171 ICC 104/1 e ISO 712/ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	†	CCCPL	

Cereales, legumbres y leguminosas y productos derivados							
Producto	Disposición	Norma del Codex	Método	Principio	Tipo	Comité	Comentarios
Harina de sorgo	Color	CXS 173-1989 (2019)	<i>Modern Cereal Chemistry</i> , 6. ^a ed., D.W. Kent-Jones y A.J. Amos (Ed.), págs. 605-612, Food Trade Press Ltd, Londres, 1969.	Colorimetría utilizando (clasificador de color específico)	IV	CCCPL	El equipo de clasificación por color empleado en el método ya no está disponible; se propone que los examinadores reconsideren la disposición y el método.
Sorgo en grano	Ceniza	CXS 172-1989 (2019)	AOAC 923.03/ISO 2171 ICC 104/1 e ISO 6540	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	I	CCCPL	
Productos proteínicos de soja	Grasa	CXS 175-1989 (2019)	CAC/RM 55 - Método 1	Gravimetría (extracción)	I	CCVP	No se dispone de ningún método. Se solicita la sustitución, pero no se ha encontrado ninguno hasta la fecha.
Productos proteínicos de soja	<u>Proteína; excepto las vitaminas, los minerales, los aminoácidos y los aditivos alimentarios añadidos (N x 6,25)</u>	CXS 175-1989 (2019)	AOAC 955.04D	Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	I	CCVP	Se recomienda revocar el método y sustituirlo por otro: se utiliza mercurio. Se solicita la sustitución, pero no se ha encontrado ninguno hasta la fecha.
Productos proteínicos vegetales	Grasa	CXS 174-1989 (2019)	CAC/RM 55 - Método 1	Gravimetría (extracción)	I	CCVP	No se dispone de ningún método. Se solicita la sustitución, pero no se ha encontrado ninguno hasta la fecha.
Productos proteínicos vegetales	<u>Proteína bruta; excepto las vitaminas, los minerales, los aminoácidos y los aditivos alimentarios añadidos</u>	CXS 174-1989 (2019)	AOAC 955.04D	Valorimetría (digestión de Kjeldahl)	# I	CCVP	Se recomienda revocar el método y sustituirlo por otro: se utiliza mercurio Se solicita la sustitución, pero no se ha encontrado ninguno hasta la fecha.

Cereales, legumbres y leguminosas y productos derivados							
Producto	Disposición	Norma del Codex	Método	Principio	Tipo	Comité	Comentarios
Gari	Tamaño de las partículas (clasificación)	CXS 151-1989 (2019)	ISO 2591-1	Tamizado	I	CCCPL	Se recomienda su eliminación; sin embargo, la clasificación viene determinada por la abertura de tamiz. En la norma ISO 2591 se proporciona orientación general sobre los protocolos de tamizado, aunque no es específica para los cereales, las legumbres y las leguminosas.
Harina de yuca comestible	Tamaño de partícula	CXS 176-1989 (2019)	ISO 2591-1	Tamizado	I	CCCPL	Se recomienda su eliminación; sin embargo, la clasificación viene determinada por la abertura de tamiz. En la norma ISO 2591 se proporciona orientación general sobre los protocolos de tamizado, aunque no es específica para los cereales, las legumbres y las leguminosas.
Harina de maíz sin germen y sémola de maíz	Ceniza	CXS 155-1985 (2019)	AOAC 923.03/ISO 2171 ICC 104/1 e ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	I	CCCPL	
Harina de trigo	Ceniza		AOAC 923.03/ISO 2171 ICC 104/1 e ISO 712/ICC 110/1	Gravimetría (incineración a 550 °C)	I		
Harina integral de maíz	Ceniza	CXS 154-1985 (2019)	AOAC 923.03/ISO 2171 ICC 104/1 e ICC 110/1	Cálculo a partir del contenido de humedad Gravimetría (incineración a 550 °C)	I	CCCPL	

DOCUMENTO DE INFORMACIÓN

PROCEDIMIENTOS PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN

(para publicar en el sitio web del Codex)

1 Introducción

El resultado de una medición debe ir acompañado de información sobre su incertidumbre. Esta información proporciona una indicación de la calidad del resultado de la medición y permite hacer una comparación válida con otros resultados de medición o valores de referencia. Sin una declaración de la incertidumbre en la medición, el resultado de una medición es esencialmente incompleto y no se puede interpretar correctamente.

En el presente documento se proporciona información sobre las fuentes de incertidumbre que se originan en el propio laboratorio, esto es, en relación con los procedimientos y las condiciones que comienzan con la muestra de laboratorio y terminan con el resultado de la medición. En particular, no se abordará la cuestión de la incertidumbre del muestreo y hasta qué punto las muestras de laboratorio son representativas del contenido del contenedor. Estas cuestiones se abordan en las *Directrices generales sobre muestreo* (CXG 50-2004) [13].

La incertidumbre en la medición se define como un parámetro "...que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mensurando"; véase la Sección 2.2.3 de la *Guía para la expresión de la incertidumbre de medida* [1]. El presente documento trata de aclarar el significado de esta definición y proporcionar la información necesaria para entender cómo se relacionan entre sí los diferentes enfoques para la evaluación de la incertidumbre en la medición. Ello debería permitir al lector tomar decisiones fundamentadas para adoptar el mejor procedimiento en cualquier caso dado.

En consecuencia, en este documento se facilita información de referencia y se aclaran las nociones básicas que son fundamentales para evaluar e interpretar correctamente la incertidumbre en la medición. Primero, se describen y se comparan los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba. Después, se presenta el modelo básico del enfoque de arriba hacia abajo. Ello constituye un marco conveniente para dilucidar algunos de los aspectos conceptuales básicos de la incertidumbre en la medición. En el curso del debate se explicará el significado del término "mensurando" y se aclarará más la relación entre los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba sobre la base de una clasificación más general de las fuentes de incertidumbre. Se abordará la cuestión de la incertidumbre estadística en la estimación de los parámetros de dispersión, como los valores de la desviación estándar, y se examinará el efecto del número de observaciones sobre esta incertidumbre estadística. A continuación, se proporcionarán formulaciones específicas para la evaluación de los diferentes componentes del enfoque de arriba hacia abajo, incluidas las relativas a la evaluación de los efectos del submuestreo y de la matriz. Por último, se darán ejemplos para ilustrar la influencia de la incertidumbre en la medición en los planes de muestreo.

2 Comparación entre los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba

El término "enfoque de abajo hacia arriba" se emplea para designar cualquier enfoque en el que la incertidumbre en la medición se calcule mediante una ecuación que exprese la relación entre las variables de entrada y el resultado de la medición. Según la fórmula de la Sección 4.1.1 de la *Guía para la expresión de la incertidumbre de medida* [1], "En la mayor parte de los casos, el mensurando Y no se mide directamente, sino que se determina a partir de otras N magnitudes X_1, X_2, \dots, X_N , por medio de una relación funcional f ":

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$$

Debe hacerse hincapié en que, en este enfoque, el resultado de la medición Y se "calcula" a partir de las variables de entrada X_1, X_2, \dots, X_N . La concentración del analito es un ejemplo de resultado de una medición; la densidad óptica, el área de picos y la altura de la señal son ejemplos de variables de entrada.

Un enfoque alternativo, que se describe, por ejemplo, en la Guía CG4 EURACHEM/CITAC [2] y en la norma ISO 21748 [4], consiste en utilizar los datos disponibles de "validación de métodos". Según se afirma en la Sección 7.6.1 de la Guía EURACHEM [2], "Un estudio de colaboración llevado a cabo para validar un método publicado [...], es una valiosa fuente de datos para respaldar una estimación de la incertidumbre". En este enfoque, no existe ninguna "relación funcional" entre las variables de entrada y el resultado de la medición, sino que los resultados se obtienen en diferentes condiciones de medición y la variación total observada se divide en varios componentes. A este enfoque se lo suele denominar enfoque "de arriba hacia abajo".

Con el fin de obtener medidas de precisión que puedan emplearse *a posteriori* para "respaldar una estimación de la incertidumbre" siguiendo el enfoque de arriba hacia abajo, se pueden llevar a cabo dos tipos principales de experimentos: estudios en un único laboratorio (internos) y estudios en varios laboratorios (colaborativos). Cabe destacar que las medidas de precisión obtenidas en estos dos tipos de estudios no siempre son

comparables. Sin embargo, si no se han tenido en cuenta las fuentes de incertidumbre pertinentes, a menudo resulta práctico complementar la información obtenida en un estudio de varios laboratorios con experimentos posteriores de un solo laboratorio.

La diferencia principal entre los dos enfoques es que, mientras que el enfoque de abajo hacia arriba comienza con una consideración fisicoquímica del mecanismo de medición real, el enfoque de arriba hacia abajo comienza con un conjunto de datos en el que se puede observar directamente la variación entre los diferentes resultados de medición. En este sentido, se puede decir que el enfoque de abajo hacia arriba es “teórico”, mientras que el de arriba hacia abajo es “empírico”.

Una distinción que guarda relación con lo anterior es que, en el enfoque de abajo hacia arriba, el punto de partida es la relación entre el resultado de la medición y las variables de entrada, mientras que, en el enfoque de arriba hacia abajo, el punto de partida es la relación entre la variación total y los componentes individuales de la variación.

Por último, otra distinción entre ambos enfoques es que, si bien el número de componentes en el enfoque de arriba hacia abajo suele ser bajo¹, el número de variables de entrada en el enfoque de abajo hacia arriba puede ser bastante alto. Por este motivo, en el enfoque de abajo hacia arriba, a menudo resultará poco práctico realizar un experimento en el que se puedan obtener con fiabilidad estimaciones de las incertidumbres asociadas a todas las variables de entrada. De hecho, el enfoque de abajo hacia arriba permite explícitamente la inclusión de “información previa” sobre la magnitud de los errores que cabe esperar se produzcan en relación con cada fuente (evaluación de tipo B).

En el caso del enfoque de abajo hacia arriba, hay dos opciones para calcular la incertidumbre en la medición combinada (es decir, total): la primera consiste en realizar una aproximación lineal y la segunda, consiste en aplicar el método de Monte Carlo.

Enfoque de abajo hacia arriba: aproximación lineal

A esta primera opción se la suele conocer como la ley de la propagación de la incertidumbre. En el caso de que no exista ninguna correlación entre las diferentes variables de entrada, la incertidumbre en la medición combinada, expresada en forma de desviación estándar, se obtiene de la siguiente forma:

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i \cdot u_i^2}$$

donde u_c es la incertidumbre combinada, u_i es la incertidumbre asociada a la variable de entrada i y c_i es el coeficiente de sensibilidad correspondiente que, por lo general, se obtiene mediante diferenciación parcial, esto es, $c_i = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2$; véanse las secciones 5.1.2 y 5.1.3 de la *Guía para la expresión de la incertidumbre de medida* [1].

Enfoque de abajo hacia arriba: Método de Monte Carlo

La segunda opción consiste en aplicar el método de Monte Carlo. Este método es preferible a la aproximación lineal y se puede utilizar para comprobar las estimaciones de la incertidumbre en la medición obtenidas mediante la aproximación lineal. “El método de Monte Carlo se puede describir brevemente como una simulación por computadora del proceso de medición o, en términos estadísticos, “como muestrear repetidamente a partir de las FDP [funciones de densidad de probabilidad] de las X_i y evaluar el modelo en cada caso”; véase la Sección 5.9.1 de [3]”. A esta opción se la conoce también como la propagación de las distribuciones. En la práctica, para aplicar esta opción se necesita un programa informático, ya que el número de ciclos de la simulación (es decir, el número de veces que se muestrea cada variable de entrada) suele ser del orden de 10^6 . Si la función f es altamente no lineal, se recomienda utilizar el método de Monte Carlo. Por ejemplo, en el caso de la adición de solución estándar, el modelo es

$$Y = \frac{a}{b}$$

En este modelo, b es el parámetro de pendiente, calculado como

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

donde x_i son las concentraciones añadidas de solución estándar (con valor medio \bar{x}), y_i son los valores de respuesta correspondientes (con valor medio \bar{y}) y a es la intercepción, calculada como

$$a = \bar{y} - b \cdot \bar{x}.$$

¹ El número de componentes es una consecuencia directa del diseño experimental del estudio de validación del método.

Los valores de incertidumbre de las variables individuales x_i se obtienen de los certificados de las sustancias de referencia estándar de los materiales, mientras que los valores de incertidumbre de las variables y_i se obtienen del análisis de regresión² (desviación estándar residual).

Para este modelo, los resultados obtenidos mediante la aproximación lineal y el método de Monte Carlo pueden diferir considerablemente. El cálculo del método de Monte Carlo también mostrará si la distribución del mensurando es asimétrica. Por ejemplo, en el caso de la adición de solución estándar, la distribución del mensurando $Y = \frac{a}{b}$ suele estar sesgada hacia la derecha:

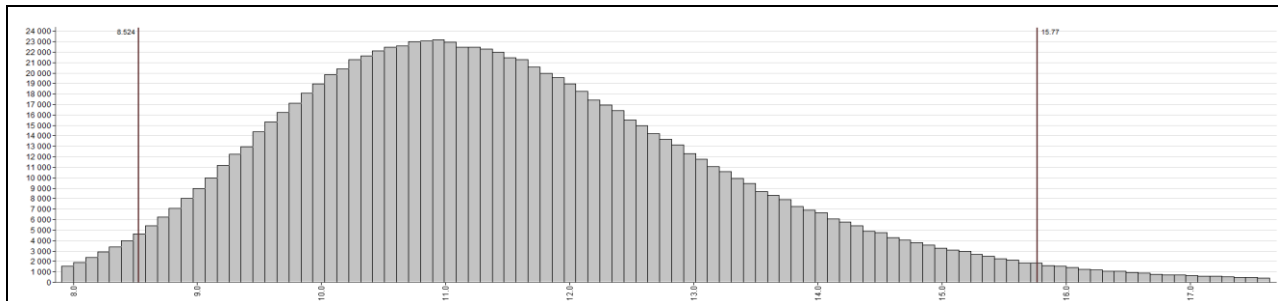


Gráfico 1: Distribución asimétrica hacia la derecha del mensurando de la adición de solución estándar $Y = \frac{a}{b}$ obtenido mediante 10^6 ciclos de simulación del método de Monte Carlo.

Si no se puede garantizar que todas las contribuciones a la incertidumbre pertinentes se han incluido en el modelo de Monte Carlo, se propone recurrir al enfoque de arriba hacia abajo, que se describe a continuación.

Enfoque de arriba hacia abajo

En el caso del enfoque de arriba hacia abajo, la incertidumbre total en la medición se obtiene sumando diferentes componentes de la varianza, como la varianza entre laboratorios y la varianza de la repetibilidad. Debe tenerse en cuenta el número de mediciones repetidas. Por ejemplo, en el caso más simple, la incertidumbre estándar total se obtiene con

$$u = \sqrt{s_L^2 + \frac{s_r^2}{n_r}}$$

donde s_L es la desviación estándar entre laboratorios, s_r es la desviación estándar de la repetibilidad y n_r es el número de repeticiones cuyo valor medio se toma como resultado final de la medición. Para obtener más información, se remite al lector a la norma ISO 21748 [4].

3 Modelo básico del enfoque de arriba hacia abajo

En esta sección, se examina el modelo básico del enfoque de arriba hacia abajo. El modelo se basa en el supuesto de que se dispone de datos de un estudio de validación entre laboratorios (también conocido como estudio colaborativo). Este tipo de estudios se llevan a cabo para determinar el rendimiento de los métodos analíticos. En particular, la determinación de la “precisión”³ de un método analítico se puede utilizar “para respaldar una estimación de la incertidumbre”. Se remite al lector a la serie de normas ISO 5725, en concreto a la Parte 2 [5] para obtener información de referencia.

El modelo básico es el siguiente:

Valor de medición Y

$$= \text{valor verdadero} + \text{sesgo del método (media entre laboratorios y matrices)} \\ + \text{sesgo específico de la matriz} + \text{sesgo del laboratorio} + \text{error de repetibilidad}$$

Para obtener más información, se remite al lector a las publicaciones [6] y [7]. En el caso de un método interno, el término relativo al sesgo del laboratorio se sustituye por un término que represente efectos intermedios (ya sea por medio de mediciones realizadas en días distintos o por medio de un diseño factorial); véase la norma ISO TS 23471 [20] y la Sección 9.1 del presente documento.

² Estrictamente, se debería aplicar un enfoque basado en la regresión lineal que tome en consideración los errores efectuados en las observaciones en los ejes de la X y de la Y (por ejemplo, la regresión de Deming).

³ La precisión se define (parafraseando la Sección 2.15 de [8]) como el grado de concordancia entre resultados de medición independientes obtenidos en condiciones específicas. Por ejemplo, la precisión de la reproducibilidad describe la concordancia entre los resultados de diferentes laboratorios, mientras que la precisión de la repetibilidad describe la concordancia entre los resultados obtenidos en condiciones prácticamente idénticas en el mismo laboratorio. La precisión se puede utilizar para obtener una estimación de la incertidumbre en la medición, pero no se debe confundir con la incertidumbre en la medición.

A continuación, se examinan los términos individuales del modelo básico.

Valor verdadero

En general, el valor verdadero es desconocido. Se puede estimar promediando, por ejemplo, entre métodos, muestras y laboratorios (lo que a menudo dará lugar a una mera aproximación). No obstante, cabe señalar que en la *Guía para la expresión de la incertidumbre de medida* [1], la incertidumbre en la medición se define sin ninguna referencia a un valor verdadero, sino que se define como un parámetro "...que caracteriza la dispersión de los valores que podrían razonablemente ser atribuidos al mensurando"; véase la Sección 2.2.3 de la Guía [1]. Desde entonces, esta definición ha sido adoptada en todas las demás normas y documentos de orientación pertinentes (EURACHEM [2], Vocabulario Internacional de Metrología [8]). Ello no significa que el valor verdadero no influya en la evaluación de la incertidumbre en la medición.

Sin embargo, no es la diferencia (desconocida) entre el valor verdadero y el resultado de la medición lo que hay que tener en cuenta en la evaluación de la incertidumbre en la medición, sino *la incertidumbre de la corrección del sesgo*. En otras palabras, la atención pasa del valor verdadero en sí mismo (que se desconoce) a la incertidumbre en la estimación del sesgo. Obsérvese que, si se dispone de un valor de referencia certificado junto con un valor de incertidumbre de referencia, este último se puede incluir en la incertidumbre de la corrección del sesgo.

Sesgo de método (media entre laboratorios y matrices)

El sesgo de método se puede estimar calculando la media entre laboratorios y matrices. Un requisito previo es que, en todos los laboratorios participantes, las mediciones se lleven a cabo en las condiciones apropiadas, con el equipo y el personal capacitado apropiados. Toda la información disponible en los materiales de referencia (certificados) se debería tener en cuenta. Como se ha explicado en el examen del valor verdadero, la contribución correspondiente al cálculo de la incertidumbre en la medición consistirá en la incertidumbre en la estimación de este sesgo.

Sesgo específico de la matriz (desajuste de la matriz)

En muchos casos, el sesgo de un método depende de la matriz que se examina. Dicho de otra forma: el sesgo varía de una matriz a otra. Estos efectos se producen cuando la extracción del analito se ve afectada por la matriz, de forma que parte del analito no se recupera, o cuando una parte de la matriz se extrae junto con el analito e interactúa con el mecanismo fisicoquímico de la medición, lo que da lugar a un sesgo. El componente correspondiente de la variabilidad total se conoce como componente de desajuste de la matriz. Cabe señalar que todas las fuentes de incertidumbre que figuran en la Sección 7 contribuyen a este término del modelo básico.

Sesgo de laboratorio

En muchos casos, el sesgo de un método depende del laboratorio que realiza la medición. En otras palabras, el sesgo varía de laboratorio a laboratorio. A menudo es poco práctico o insuficiente estimar el sesgo de laboratorio e introducir la corrección correspondiente⁴. En consecuencia, a fin de tomar en consideración el sesgo de laboratorio en la estimación de la incertidumbre en la medición, se suele recurrir al intervalo esperado del sesgo de laboratorio, definido por medio de la desviación estándar de laboratorio (uno de los componentes de la precisión de reproducibilidad). Un requisito previo es que, en todos los laboratorios que hayan participado en el estudio de validación, las mediciones se hayan llevado a cabo en las condiciones apropiadas, con el equipo y el personal capacitado apropiados.

Error de repetibilidad

Este término representa la variación entre mediciones repetidas (esto es, mediciones independientes realizadas en condiciones analíticas prácticamente idénticas).

Nota referente al caso de que la precisión depende de la concentración

Cuando existe una relación conocida entre la precisión (por ejemplo, la reproducibilidad interna) y la concentración, se puede aplicar un enfoque basado en una clara distinción entre la variación aleatoria de los resultados analíticos con una concentración determinada, por un lado, y el rango de valores que podrían ser "razonablemente atribuidos al mensurando", o sea, la incertidumbre en la medición, por otro. Este enfoque da lugar de forma bastante natural a intervalos de incertidumbre en la medición asimétricos en casos de precisión relativamente baja (por ejemplo, superior al 10 %) y heteroscedasticidad (por ejemplo, reproducibilidad interna *relativa* constante). Este enfoque también se describe en el Anexo E de la norma ISO TS 23471 [20].

⁴ Esto se debe principalmente a la ausencia de material de referencia apropiado, a los efectos intermedios de la precisión en las estimaciones del sesgo y el hecho de que el sesgo de laboratorio puede variar de una matriz a otra.

Nota sobre el sesgo y los materiales de referencia (certificados)

En la incertidumbre en la medición, el sesgo se puede tener en cuenta de dos maneras distintas.

Caso 1: Incertidumbre de la corrección del sesgo

Si se dispone de material de referencia (certificado), se podrá obtener una estimación del sesgo e introducir la corrección correspondiente. De introducirse la corrección del sesgo, la incertidumbre de la corrección deberá incluirse en la incertidumbre en la medición. En el caso más sencillo, la incertidumbre de la corrección del sesgo tiene dos componentes: la incertidumbre del valor medio \bar{y} obtenido en el experimento y la incertidumbre del valor de referencia x (en este caso, que es el más simple, la estimación del sesgo es $\bar{y} - x$). La incertidumbre del valor de referencia x puede ser un valor que figure en un certificado (por ejemplo, en el caso del material de referencia certificado), pero también puede proceder de los datos de precisión de un estudio de validación.

Caso 2: Predicción del intervalo del sesgo

Si se dispone de varias estimaciones del sesgo, el intervalo esperado del sesgo se podrá incluir en la estimación de la incertidumbre en la medición. Esta es la práctica habitual en el enfoque de arriba hacia abajo, donde la estimación de la incertidumbre en la medición se obtiene a partir de los datos de precisión de un estudio colaborativo.

De hecho, para cada muestra, la diferencia entre la media de cada laboratorio y la media general se puede considerar una estimación del sesgo de laboratorio; así, la desviación estándar entre laboratorios s_L define el intervalo esperado del sesgo de laboratorio. De igual forma, si se dispone de datos obtenidos a partir de varias matrices, se podrá determinar la variación del sesgo de laboratorio entre matrices. En este enfoque, no es necesario disponer de material de referencia (certificado) ni introducir la corrección del sesgo (sin embargo, la interpretación de la variación del sesgo dependerá de si se ha introducido la corrección anteriormente y de si se ha calculado la variación en relación con un valor de referencia).

4 Determinación del mensurando

Es evidente que el concepto de “mensurando” es crucial en la definición de la incertidumbre en la medición y que permitirá arrojar más luz sobre la conexión entre los datos de validación y la incertidumbre en la medición.

Dejando de lado los aspectos técnicos de la definición de mensurando⁵, basta señalar que la especificación de un mensurando tiene tres componentes diferenciables, a saber:

- la especificación de una propiedad, por ejemplo, la “concentración media de arsénico”. Obsérvese que el concepto de “analito” corresponde a esta parte de la especificación del mensurando;
- la especificación de un fenómeno, cuerpo o sustancia al que se asocia la propiedad con, por ejemplo, un “determinado lote de jugo de manzana”. Obsérvese que el concepto de “matriz” empleado en la sección anterior corresponde a esta parte de la especificación del mensurando;
- una especificación de un marco de referencia relativo a la manera en que se caracteriza la propiedad, por ejemplo [ng/ml].

En pocas palabras, especificar un mensurando consiste en afirmar 1) “qué” hay que medir; 2) “en qué” hay que medirlo, y 3) “cómo” se debería expresar el resultado de la medición para garantizar la comparabilidad con otros resultados de medición o valores pertinentes.

En particular, la especificación del mensurando debería incluir información sobre si la concentración de analito se ha de medir en una muestra de laboratorio, en una “muestra mayor” o en un lote de productos en un contenedor. La incertidumbre del *muestreo* solo será de interés en el último caso (véase la Sección 7 para obtener una visión general de las diferentes fuentes de incertidumbre). De igual forma, si se utilizan los resultados de medición de varias muestras de laboratorio para evaluar la conformidad del producto a granel de un contenedor, lo importante es la incertidumbre en la medición del valor medio de los resultados correspondientes a las muestras de laboratorio individuales.

En un sentido más general, aunque la incertidumbre en la medición siempre se determina a partir de la muestra de laboratorio, es igualmente importante incluir toda la información disponible sobre la muestra de laboratorio en la evaluación de la incertidumbre en la medición, por ejemplo:

- ¿De dónde procede el material (por ejemplo, un contenedor)?

⁵ En el Vocabulario Internacional de Metrología [8], mensurando se define (definición 2.3) como la “magnitud que se desea medir”. A su vez, la magnitud se define (definición 1.1) como la “propiedad de un fenómeno, cuerpo o sustancia, que puede expresarse cuantitativamente mediante un número y una referencia”. El ejemplo que figura inmediatamente después de esta definición es la “cantidad de sustancia de etanol en la muestra i de vino”. El término “referencia” que figura en esta definición se explica en la NOTA 2 como sigue: “La referencia puede ser una unidad de medida, un procedimiento de medida, un material de referencia o una combinación de ellos”.

- ¿Se han analizado otras muestras del mismo origen?
- ¿Cuál es el uso previsto del resultado de la medición (por ejemplo, evaluación de la conformidad de la muestra de laboratorio individual o para el contenedor)?

Por ejemplo, determinar la contribución a la incertidumbre derivada de la heterogeneidad del material (por ejemplo, la variabilidad fundamental, véase la Sección 9.4) puede requerir una cantidad considerable de trabajo, dependiendo del analito, la concentración y el tamaño de grano o partícula. Si se conoce el origen del material, se podrán utilizar los resultados obtenidos previamente sobre la contribución de la heterogeneidad a la incertidumbre en lugar de obtener una nueva estimación desde cero.

La especificación del mensurando también debería permitir determinar la necesidad de introducir la corrección del sesgo o recuperación y qué forma debería adoptar esta corrección. Por ejemplo, si el mensurando se especifica en función de la cantidad de analito recuperado, tal vez no sea adecuado introducir la corrección de recuperación. Por otro lado, si el mensurando se especifica en función de la cantidad total de analito presente en una muestra de ensayo, puede ser necesario introducir la corrección de recuperación.

Por último, puede ser poco práctico o imposible proporcionar una especificación exhaustiva del mensurando. Por este motivo, puede ser necesario incluir un componente adicional de la incertidumbre en la medición denominado “incertidumbre debida a la definición” (véase la definición 2.27 del Vocabulario Internacional de Metrología [8]), a fin de tener en cuenta cualquier ambigüedad (“cantidad finita de detalle”) que pueda haber en la especificación de mensurando. Sin embargo, en la mayoría de los casos, la incertidumbre debida a la definición puede considerarse insignificante.

5 Relación entre el mensurando y los datos de validación

Si los resultados de un estudio de validación se van a utilizar para determinar la incertidumbre en la medición, se debe garantizar que el estudio se refiera al mismo mensurando.

Ejemplo 1: Se evalúa la incertidumbre en la medición en un laboratorio determinado respecto de un mensurando especificado en función de la concentración del analito en las muestras de ensayo. El método analítico empleado ha sido validado para el mismo analito, pero sobre la base de extractos y no de muestras de ensayo. Dicho de otra forma, el mensurando del estudio de validación es la concentración de analito en los extractos. De ello se deduce que el mensurando cuya incertidumbre en la medición se debe evaluar es distinto del mensurando del estudio de validación. En consecuencia, la incertidumbre en la medición no se puede evaluar sobre la base de la caracterización de la dispersión de los resultados de medición obtenidos en el estudio de validación.

Ejemplo 2: Se evalúa la incertidumbre en la medición en un laboratorio determinado respecto de un mensurando especificado en función de un rango de matrices. El método analítico empleado ha sido validado para el mismo analito, pero solo para una de las matrices. De ello se deduce que el mensurando cuya incertidumbre en la medición se debe evaluar es distinto del mensurando del estudio de validación. En consecuencia, la incertidumbre en la medición no se puede evaluar sobre la base de la caracterización de la dispersión de los resultados de medición obtenidos en el estudio de validación (falta el término de desajuste de la matriz; véase la Sección 9.2).

Las condiciones en las que se pueden utilizar datos de validación para respaldar una estimación de la incertidumbre en la medición se pueden formular de la siguiente manera:

Si...

el resultado de la medición se obtiene utilizando un método validado

y el *mensurando* está incluido en el alcance de la validación

y la precisión (en particular, la desviación estándar de la reproducibilidad interna) en el laboratorio que evalúa la incertidumbre en la medición es comparable a la precisión del método caracterizado en el estudio de validación

entonces...

→ las estimaciones de la precisión obtenidas en el estudio de validación se podrán utilizar para calcular la incertidumbre en la medición.

Nota: Estas estimaciones de la precisión también se pueden emplear para calcular una estimación de la incertidumbre de la corrección del sesgo de método.

Con vistas a comprobar la competencia en la aplicación del método y aportar las pruebas correspondientes, y garantizar la precisión adecuada en laboratorio en el que se evalúa la incertidumbre en la medición, puede ser necesario llevar a cabo un estudio de verificación.

Se remite al lector a la Sección 7 de EURACHEM [2] para obtener más orientación referente a la utilización de datos de validación en la evaluación de la incertidumbre en la medición.

6 Métodos empíricos y racionales

En la definición de mensurando, la especificación de la propiedad debe contener información suficiente para permitir seleccionar la referencia apropiada (véase la definición 1.1 del Vocabulario Internacional de Metrología [8]). En particular, es importante distinguir entre:

- método empírico (métodos de Tipo I en el sistema del Codex);
- método racional (métodos de Tipo II-IV en el sistema del Codex).

En la Sección 5.4 del EURACHEM [2], se proporciona la siguiente explicación: “En las mediciones analíticas, es particularmente importante distinguir entre mediciones que pretenden producir resultados que son independientes del método empleado, y aquellas que no lo pretenden. Las últimas se conocen como métodos empíricos o métodos definidos operativamente”.

En la Sección 5.5 del mismo documento, se explica que los métodos no empíricos a veces se denominan “métodos racionales”. Esta distinción está estrechamente relacionada con la que se hace entre los mensurandos “definidos operativamente” y los “definidos no operativamente” que figura en la Sección 9.2.3 de la ISO Guía 35 [9]. También se remite al lector a la Sección 3.1 de la Guía de EURACHEM *Trazabilidad Metrológica en la Medición Química* [21].

En lo que respecta a la evaluación de la incertidumbre en la medición, esta distinción tiene una implicación importante: en el caso de los métodos “empíricos” (mensurandos “definidos operativamente”), no hay ningún término de sesgo de método en el modelo básico para el enfoque de arriba hacia abajo descrito en la Sección 3. (Téngase en cuenta que el enfoque de abajo hacia arriba no permite distinguir el “método” de “otros” componentes del sesgo).

7 Fuentes de incertidumbre en los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba

En el enfoque de arriba hacia abajo, la variación total observada en un conjunto de datos se divide en componentes diferentes. En el enfoque “de abajo hacia arriba”, la incertidumbre total se obtiene a partir de los valores de incertidumbre asociados a las variables de entrada. Se plantea entonces la siguiente pregunta: ¿qué “relación” existe entre los componentes del modelo de arriba hacia abajo y las fuentes de incertidumbre incluidas en el modelo de abajo hacia arriba?

Para responder a esta pregunta, a continuación, se proporciona una descripción general de los diferentes tipos de fuentes de incertidumbre, “independientemente del enfoque”. La intención es distinguir amplias categorías de fuentes de incertidumbre. Además de arrojar más luz sobre la relación entre los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba, esta descripción general puede resultar de utilidad para determinar las fuentes que pueden revestir interés en un caso dado y si todas las fuentes de interés se han incluido en la evaluación de la incertidumbre en la medición.

Las fuentes de incertidumbre se clasifican convenientemente en seis tipos principales:

- Muestreo (la cuestión de la incertidumbre en el muestreo no se aborda en el presente documento). Se remite al lector a la norma CXG 50-2004 [13]).
- Almacenamiento y transporte.
- Submuestreo.
- Condiciones de medición.
- Procedimiento de medición.
- Efectos de cálculo.

Fuente de incertidumbre	Importancia en la incertidumbre en la medición
<i>Muestreo</i>	<p>Si el mensurando se define en función de, por ejemplo, la concentración de analito en un contenedor o en un lote de productos, será necesario hacer el muestreo y se deberá evaluar su contribución a la incertidumbre en la medición; véase la Sección 7.6 de la norma ISO 17025 [10].</p> <p>Si el mensurando se define en función de un único material de ensayo (muestra de laboratorio), no habrá contribución a la incertidumbre debido al muestreo. Sin embargo, puede haber una contribución del submuestreo (esto es, la obtención de porciones analíticas a partir de la muestra de laboratorio).</p> <p>La <i>variabilidad fundamental</i> es uno de los “subcomponentes” de la incertidumbre del muestreo; véase la explicación en la Sección 9.4.</p>
<i>Almacenamiento y transporte</i>	<p>Si las distintas condiciones de almacenamiento y transporte tienen un efecto en los resultados de medición, deberá tenerse en cuenta la contribución correspondiente a la incertidumbre total.</p>
<i>Submuestreo</i>	<p>Este término se refiere a la toma de porciones analíticas a partir de una muestra de laboratorio. Si esta no es homogénea (molida finamente en el caso de la materia sólida, mezclada o agitada en el caso de líquidos y semisólidos), no se podrá garantizar que la incertidumbre del muestreo sea insignificante. En consecuencia, antes del submuestreo, es necesario homogeneizar debidamente la muestra a fin de reducir esta fuente de incertidumbre.</p> <p>La <i>variabilidad fundamental</i> es uno de los “subcomponentes” de la incertidumbre del submuestreo; véase la explicación en la Sección 9.4.</p>
<i>Condiciones de la medición</i>	<p>Cabe destacar que, en este contexto, el término “medición” se utiliza para referirse a cualquier procedimiento de preparación y limpieza de la muestra.</p> <p>Si las diferencias en las condiciones de medición (por ejemplo, diferentes momentos del año, técnicos, reactivos o equipos) contribuyen a la incertidumbre en la medición, esta fuente deberá tomarse en consideración.</p>
<i>Procedimiento de medición</i>	<p>Este término se refiere al componente intrínseco o irreducible de la incertidumbre asociado a los mecanismos físicos, químicos y bioquímicos empleados en el procedimiento de medición (incluidos los procedimientos de preparación y limpieza de la muestra), por ejemplo, la eficiencia de la extracción. En el enfoque de abajo hacia arriba se puede considerar que las variables de entrada pertenecen a este tipo.</p>
<i>Efectos de cálculo</i>	<p>La falta de precisión del modelo de calibración y los métodos de cálculo, los procedimientos de integración de picos y el redondeo también contribuirán a la incertidumbre en la medición.</p>

Nota sobre los métodos microbiológicos cuantitativos y la estimación de la incertidumbre en la medición de conformidad con la norma ISO 19036

En la norma ISO 19036 [24], se describe un enfoque de arriba hacia abajo. Este enfoque permite distinguir tres componentes de la incertidumbre en la medición: la incertidumbre técnica, la incertidumbre de la matriz y la incertidumbre de la distribución. La incertidumbre técnica representa las fuentes de incertidumbre descritas en la Sección 7, en las categorías *Condiciones de la medición* y *Procedimiento de medición*. Por tanto, la incertidumbre técnica surge de la aplicación del método *per se*. Este componente de la incertidumbre no incluye las variaciones debidas a la heterogeneidad de la muestra de laboratorio. Estas variaciones se representan con la incertidumbre de la matriz. Según se define en la norma ISO 19036, la incertidumbre de la matriz corresponde a la fuente de incertidumbre del submuestreo mencionada en la Sección 7. Conceptualmente, no tiene ninguna relación con el término del sesgo específico de la matriz (desajuste de la matriz) que se describe en la Sección 3. Por último, la incertidumbre de la distribución surge del hecho de que el número de células (unidades formadoras de colonias) puede variar según la porción analítica de que se trate, incluso en el caso de que la muestra de laboratorio sea perfectamente homogénea.

Por consiguiente, la incertidumbre de la distribución está relacionada con la variabilidad fundamental tratada en la Sección 9.4. Cabe mencionar que en la norma ISO 19036 no se abordan los siguientes componentes de la incertidumbre:

- el sesgo de método o del laboratorio (no existen “valores verdaderos” para los mensurandos microbiológicos);
- el muestreo.

8 Requisitos relacionados con el volumen de datos

Si se calcula la desviación estándar de una serie de resultados de medición, ¿qué tan bien permite caracterizar la dispersión real de los valores? En realidad, si se realizan varias series de mediciones y se calcula la desviación estándar por separado de cada una de ellas, los valores de la desviación estándar serán distintos. Dicho de otra forma, una desviación estándar obtenida a partir de datos empíricos solo representa una “estimación” de la desviación estándar “verdadera”⁶.

El intervalo de confianza de una desviación estándar se puede obtener con la siguiente fórmula de Excel: SQRT((N-1)/CHISQ.INV(p,N - 1)), donde p es el valor de la probabilidad (por ejemplo, 0,025 o 0,975) y N es el número de laboratorios o el número de análisis que se llevan a cabo en el mismo laboratorio. Esta fórmula de Excel corresponde a las siguientes fórmulas matemáticas para los límites inferior y superior (LCL y UCL)

de un intervalo de confianza del 95 % dada una desviación estándar estimada s: $LCL = \sqrt{\frac{N-1}{\chi^2_{(N-1,0,975)}}} \cdot s$ y $UCL = \sqrt{\frac{N-1}{\chi^2_{(N-1,0,025)}}} \cdot s$, donde $\chi^2_{(v,p)}$ es el p-cuantil de una distribución chi-cuadrado con v grados de libertad.

Se recomienda calcular las desviaciones estándar a partir de un mínimo de $N = 12$ valores (correspondientes a $v = 11$ grados de libertad para la estimación de la desviación estándar), en cuyo caso $\chi^2_{(N-1,0,975)} = \chi^2_{(11,0,975)} = 21,92$, $\chi^2_{(N-1,0,025)} = \chi^2_{(11,0,025)} = 3,82$ y el intervalo de confianza de la desviación estándar es $[0,71 s, 1,70 \cdot s]$.

En lo que concierne a la estimación simultánea de, por ejemplo, la desviación estándar entre laboratorios (o entre matrices) y la desviación estándar de la repetibilidad, esta recomendación significa que se debe disponer de los resultados de medición de al menos 12 laboratorios (o matrices), cada uno de ellos con un mínimo de dos repeticiones por laboratorio (o matriz).

Se requiere disponer de datos de al menos ocho laboratorios (véase la Sección 6.3.4 de la norma ISO 5725-1 [18], donde se propone como habitual una cifra de entre 8 y 15 laboratorios).

En el caso de que se tomen en consideración diferentes fuentes de incertidumbre “a la vez”, por ejemplo, en el enfoque de abajo hacia arriba, el requisito relativo al volumen de datos se podrá aplicar mediante la fórmula de Welch-Satterthwaite; véase el Anexo G, G.4.1 de [1]. Más concretamente, supongamos que se incluyen dos fuentes distintas de incertidumbre en el cálculo de la incertidumbre total, u_1 y u_2 . Digamos que cada una se ha obtenido aplicando la fórmula de la desviación estándar de la muestra a partir de los resultados de medición n_1 y n_2 , respectivamente. El número de grados de libertad de la incertidumbre total se puede calcular como

$$\text{Grados de libertad de la incertidumbre total} = \frac{(u_1^2/n_1 + u_2^2/n_2)^2}{\frac{(u_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(u_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1}}$$

Se recomienda asegurar un mínimo de 11 grados de libertad para la incertidumbre total.

En el caso de que se utilice información previa para un valor individual u_i (variable de tipo B) y no se disponga de información sobre el volumen de los datos, se propone utilizar $n_i = 7$; la incertidumbre que corresponde a este volumen de datos está dirigida a reflejar el hecho de que, en el caso de las variables de tipo B, los supuestos sobre la distribución suelen basarse en “suposiciones fundamentadas”.

Ejemplo de aplicación de la fórmula de Welch-Satterthwaite

Tomemos el caso de que la incertidumbre en la medición debe evaluarse sobre la base de la siguiente relación funcional, donde el resultado de la medición Y se expresa como función de cuatro variables de entrada:

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, X_4) = X_1 + X_2 + X_3 + X_4$$

⁶ En el Cuadro 3 de las *Directrices sobre la estimación de la incertidumbre de los resultados* (CXG 59-2006) [11] se proporcionan los intervalos esperados de las estimaciones de la desviación estándar calculados a partir de datos empíricos para distintos valores de N (número de observaciones). No hay que confundir los intervalos esperados con los intervalos de confianza.

Cuadro 1: Volumen de datos y valores de incertidumbre para las variables de entrada

Variable de entrada	Tipo	n	u^2
X_1	A	3	4
X_2	B	30	15
X_3	B	30	15
X_4	B	No se conoce Tómese $n_4 = 7$	5

Ahora puede aplicarse la fórmula de Welch-Satterthwaite.

Grados de libertad para la incertidumbre total

$$= \frac{(u_1^2/n_1 + u_2^2/n_2 + u_3^2/n_3 + u_4^2/n_4)^2}{\frac{(u_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(u_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1} + \frac{(u_3^2/n_3)^2}{n_3 - 1} + \frac{(u_4^2/n_4)^2}{n_4 - 1}}$$

$$= 9,4$$

Se recomienda a los usuarios de la fórmula de Welch-Satterthwaite que consulten el Anexo G de la *Guía para la expresión de la incertidumbre de medida* [1] para encontrar la explicación de la fórmula y el intervalo en el que se deberían encontrar los grados de libertad, puesto que las aplicaciones incorrectas suelen quedar fuera de este intervalo.

9 Procedimientos sencillos para evaluar los componentes de la incertidumbre

Si los datos de validación están incompletos (es decir, no se han caracterizado algunas de las fuentes importantes de incertidumbre), se deberán realizar otros experimentos antes de poder aplicar el enfoque de arriba hacia abajo.

Por ejemplo, en condiciones ideales, todos los laboratorios participantes en un estudio colaborativo deberían recibir muestras que representen diferentes matrices y distintas concentraciones de analitos. Sin embargo, debido a las restricciones de la disponibilidad de material, los estudios colaborativos a menudo se llevan a cabo con una única muestra por participante. En tal caso, prácticamente no se puede extraer ninguna conclusión relativa a los efectos de la matriz. En consecuencia, la caracterización del término de sesgo específico de la matriz del modelo básico a menudo se debe llevar a cabo en un experimento aparte.

A continuación, se describen algunos procedimientos sencillos para caracterizar diferentes componentes de la variación, como el sesgo específico de la matriz.

En [12] se pueden encontrar procedimientos más sofisticados para estimar simultáneamente varios componentes de la variación. También se remite al lector a la norma ISO TYSD 23471 [20], en la que se describen los tipos del estudio para la evaluación de los datos obtenidos a partir de varias concentraciones en un único laboratorio, y a la norma ISO 5725-3 [19], en la que se describen, principalmente, tipos de estudio alternativos para la evaluación de los datos obtenidos con una única concentración en varios laboratorios.

9.1 PROCEDIMIENTO PARA CARACTERIZAR LA VARIACIÓN INTERNA

Si el método analítico es un método interno, se llevará a cabo un estudio de validación interno (en un único laboratorio). Si los datos de validación son incompletos o no están disponibles, los componentes internos de la variación se podrán caracterizar a partir de otro experimento (o datos sobre control de calidad, siempre que dichos datos estén disponibles y tengan la estructura apropiada).

La variación interna total se denomina precisión intermedia y debe reflejar todas las fuentes de incertidumbre pertinentes excepto el desajuste de la matriz⁷, en particular, la variación generada por diferentes condiciones de medición (por ejemplo, operador, lote de reactivo, etc.) en el laboratorio, junto con la repetibilidad.

⁷ Por definición, la precisión intermedia no incluye la variación del sesgo entre matrices (desajuste de la matriz); véase el apartado 2.22 en el Vocabulario Internacional de Metrología [8]. Si se incluye el desajuste de la matriz, se utilizará el término "reproducibilidad interna".

La estructura de los datos experimentales o de control de calidad deberán permitir la distinción entre las condiciones de repetibilidad internas y las condiciones intermedias (diferente día, diferente técnico, diferente lote de reactivo, etc.). Luego, la incertidumbre se puede calcular como sigue:

$$u = \sqrt{s_I^2 - s_{r,interna}^2 + \frac{s_{r,interna}^2}{k}}$$

donde s_I es la desviación estándar intermedia, $s_{r,interna}$ es la estimación de la repetibilidad y k es el número de repeticiones cuyo valor medio se toma como resultado final de la medición.

Como se explica en la Sección 8, se recomienda representar, como mínimo, $N = 12$ condiciones de medición internas diferentes (por ejemplo, diferentes días) en el conjunto de datos.

En el siguiente ejemplo, suponemos que se dispone de los datos de control de calidad de 20 días diferentes (si no se dispone de datos de control de la calidad apropiados y se requiere un nuevo experimento, serán suficientes $N = 12$ días).

Cuadro 2: Datos internos del control de calidad para calcular los valores intermedios de desviación estándar intermedia y de la desviación estándar de la repetibilidad (interna)

	Resultado 1	Resultado 2
Día 1	10,72	12,29
Día 2	4,56	0,90
Día 3	8,79	9,75
Día 4	10,08	6,51
Día 5	12,29	11,32
Día 6	7,95	6,79
Día 7	13,06	14,54
Día 8	11,23	12,09
Día 9	7,31	9,51
Día 10	5,85	5,08
Día 11	7,48	9,12
Día 12	12,59	10,65
Día 13	7,55	6,59
Día 14	12,05	11,15
Día 15	4,86	6,48
Día 16	6,99	7,10
Día 17	7,40	6,75
Día 18	8,85	11,15
Día 19	11,93	10,17
Día 20	8,50	8,29

Los valores de la desviación estándar entre días y de la repetibilidad se calculan como sigue:

Primero, introducimos la siguiente notación: los días se indexan $i = 1, \dots, m$ (en este ejemplo, $m = 20$), las repeticiones de cada día se indexan $j = 1, n$ (en este ejemplo, $n = 2$) y los resultados de las mediciones individuales se indican como x_{ij} .

Luego, calculamos el valor medio general \bar{x} y los valores medios específicos del día \bar{x}_i . A continuación, calculamos la suma de cuadrados entre días⁸:

$$SSB = n \cdot \sum_{i=1}^m (\bar{x}_i - \bar{x})^2$$

y suma de cuadrados de un día:

$$SSW = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$$

Posteriormente, se obtiene la desviación estándar de la repetibilidad interna $s_{r,interna}$ como

$$s_{r,interna} = \sqrt{\frac{SSW}{m \cdot (n - 1)}}$$

y la desviación estándar entre días s_D se obtiene como

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n} \left(\frac{SSB}{m-1} - s_{r,interna}^2 \right)}.$$

(Si el valor debajo del signo de la raíz cuadrada es negativo, $s_D = 0$).

Por último, la desviación estándar intermedia (interna) se calcula como:

$$s_I = \sqrt{s_D^2 + s_{r,interna}^2}.$$

Para los datos del Cuadro 2 los resultados del cálculo son los siguientes:

Cuadro 3: Cálculo de SSB y SSW a partir de los datos de control de calidad internos

Valor medio general \bar{x}	Valores medios específicos del día \bar{x}_i	Diferencias $\bar{x}_i - \bar{x}$	SSB	Diferencias $x_{ij} - \bar{x}_i$	Diferencias $x_{ij} - \bar{x}_i$	SSW
8,91	11,51	2,60	283,05	-0,79	0,79	29,95
	2,73	-6,18		1,83	-1,83	
	9,27	0,36		-0,48	0,48	
	8,29	-0,61		1,79	-1,79	
	11,80	2,90		0,49	-0,49	
	7,37	-1,54		0,58	-0,58	
	13,80	4,90		-0,74	0,74	
	11,66	2,75		-0,43	0,43	
	8,41	-0,50		-1,10	1,10	
	5,46	-3,44		0,39	-0,39	
	8,30	-0,61		-0,82	0,82	
	11,62	2,72		0,97	-0,97	
	7,07	-1,83		0,48	-0,48	
	11,60	2,69		0,45	-0,45	
	5,67	-3,24		-0,81	0,81	
	7,05	-1,86		-0,06	0,06	
	7,08	-1,83		0,32	-0,32	
10,00	1,09	-1,15	1,15			
11,05	2,14	0,88	-0,88			
8,40	-0,51	0,10	-0,10			

⁸

Las siguientes fórmulas son las habituales del análisis de la varianza de una vía con efectos aleatorios.

Se obtienen las siguientes estimaciones de la precisión:

Cuadro 4: Estimaciones de la precisión obtenidas a partir de los datos sobre control de calidad internos

$S_{r,interna}$	S_D	S_I
1,22	2,59	2,86

9.2 PROCEDIMIENTOS PARA CARACTERIZAR LA VARIACIÓN DEL SESGO ENTRE MATRICES (DESAJUSTE DE LA MATRIZ)

En esta sección se describe un procedimiento para estimar la variación del sesgo entre matrices. Esta estimación es necesaria cuando:

- en el alcance del método se incluyen varios tipos diferentes de matrices o muestras;
- solo se hayan incluido algunos unos pocos tipos de matrices o muestras en el estudio de validación.

Se supone que, para una matriz dada, la heterogeneidad entre las muestras de laboratorio es insignificante y que el mensurando se especifica en función de una serie de matrices, de las que se seleccionan N matrices⁹. La selección se debe basar en el uso o alcance previstos del método. Como se explica en la Sección 8, se recomienda incluir, como mínimo, $N = 12$ matrices.

Un enfoque simple para caracterizar la variación del sesgo entre matrices consiste en aumentar las N matrices y obtener resultados de medición repetidos en un único laboratorio para cada matriz. De esta forma, la variación del sesgo entre las matrices (desajuste de la matriz) se puede distinguir de la variación dentro de cada matriz (error de repetibilidad). En este procedimiento, la matriz se representa en el modelo como un efecto aleatorio y el resultado es una desviación estándar que caracteriza la variación entre todas las matrices incluidas en la especificación del mensurando.

Ejemplo

Cuadro 5: Datos de un experimento dirigido a calcular los efectos del desajuste de la matriz (variación del sesgo entre matrices)

	VM1	VM2
Matriz 1	114,51	112,24
Matriz 2	120,25	111,59
Matriz 3	88,46	86,62
Matriz 4	118,93	102,35
Matriz 5	74,06	80,91
Matriz 6	117,50	102,69
Matriz 7	120,96	109,35
Matriz 8	96,05	92,92
Matriz 9	98,43	87,09
Matriz 10	107,99	117,42
Matriz 11	117,34	126,87
Matriz 12	76,56	109,79

Aplicando el mismo procedimiento de cálculo que en la Sección 9.1, se obtienen las siguientes estimaciones de la precisión:

Cuadro 6: Estimaciones de la precisión para el cálculo del desajuste de la matriz

S_r	S_{matriz}
9,53	12,24

⁹ Por ejemplo, varios tipos de manzanas o varias razas de vacunos.

9.3 PROCEDIMIENTOS PARA CARACTERIZAR LA VARIACIÓN ENTRE LABORATORIOS

Procedimiento 1: Llevar a cabo un estudio de validación entre varios laboratorios con un mínimo de $N = 12$ laboratorios y con los resultados de medición repetidos en cada laboratorio. Es necesario garantizar que la heterogeneidad entre las muestras de laboratorio es insignificante. De esta forma, la variación entre los laboratorios (sesgo del laboratorio) se puede distinguir de la variación dentro de los laboratorios (error de repetibilidad). En este procedimiento, el laboratorio se representa en el modelo como un efecto aleatorio y el resultado es una desviación estándar que caracteriza la variación entre laboratorios.

Ejemplo

Cuadro 7: Datos obtenidos a partir de un experimento para el cálculo del sesgo de laboratorio

	VM1	VM2
Lab 1	0,981	1,238
Lab 2	0,182	0,601
Lab 3	1,107	0,994
Lab 4	1,471	1,532
Lab 5	1,169	0,674
Lab 6	0,491	1,271
Lab 7	1,717	0,970
Lab 8	0,931	1,171
Lab 9	1,017	1,248
Lab 10	0,909	0,723
Lab 11	0,812	1,312
Lab 12	1,375	1,719

Aplicando el mismo procedimiento de cálculo que en la Sección 9.1, se obtienen las siguientes estimaciones de la precisión:

Cuadro 8: Estimaciones de la precisión para el cálculo del sesgo de laboratorio

s_r	s_{lab}
0,30	0,23

Procedimiento 2: Si se dispone de datos de TP y un número suficiente de participantes (preferiblemente 12 como mínimo) ha utilizado el mismo método (lo ideal es que todos los laboratorios hayan hecho mediciones repetidas), estos datos se podrán utilizar para caracterizar la variación entre laboratorios. Con vistas a garantizar la evaluación neutral de los datos y evitar conflictos de intereses, los datos deben provenir de planes de TP administrados por autoridades competentes.

9.4 PROCEDIMIENTOS PARA CARACTERIZAR LAS CONTRIBUCIONES A LA INCERTIDUMBRE DE LOS PASOS DE PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS Y DEL SUBMUESTREO DENTRO DE LOS LABORATORIOS

Procedimientos para caracterizar las contribuciones de los pasos de preparación de las muestras y de la heterogeneidad de la muestra de laboratorio

En un estudio colaborativo llevado a cabo de conformidad con la norma ISO 5725-2, el componente de repetibilidad podrá o no reflejar las contribuciones de:

- la preparación de las muestras (todos los pasos realizados a partir de la muestra de laboratorio para obtener la porción analítica);
- la variación del submuestreo debida a la heterogeneidad de la muestra de laboratorio.

En particular, si el estudio colaborativo se lleva a cabo sobre la base del material de referencia que:

- es homogéneo,
- se envía a los laboratorios en forma de porciones analíticas que no requieren más pasos de preparación,

la estimación de la repetibilidad no reflejará ninguna de estas dos fuentes de incertidumbre.

Por este motivo, si alguna de estas fuentes de incertidumbre es importante (esto es, afecta a las mediciones en los análisis de rutina), se deberán utilizar “muestras reales” en el estudio de validación. Si esto no es viable (por ejemplo, debido a problemas de estabilidad) y se utiliza en su lugar material de ensayo homogéneo, los componentes de la repetibilidad relacionados con la preparación de las muestras y el muestreo se deberán estimar en un experimento aparte.

Nota: El componente del submuestreo no debe confundirse con el de la variación del sesgo entre matrices (desajuste de la matriz), que puede variar considerablemente de un laboratorio a otro y, por tanto, engrosar el componente entre laboratorios (en lugar de la repetibilidad).

En ausencia de variabilidad fundamental, un procedimiento sencillo para estimar los componentes de la preparación de las muestras y del submuestreo es el siguiente: realizar un experimento interno con 12 muestras “reales” (muestras habituales). Para cada muestra, se obtienen dos resultados en condiciones de repetibilidad. Toda incertidumbre de la heterogeneidad o los pasos del muestreo se manifestará como la estimación “dentro de la muestra”, siguiendo el plan de evaluación descrito anteriormente en las secciones 9.1, 9.2 y 9.3.

Procedimientos para caracterizar la variabilidad fundamental

La variabilidad fundamental es un subcomponente del término del error de repetibilidad del modelo básico que figura en la Sección 3 e indica la variación irreducible entre las muestras que se mantiene incluso ante el mayor grado de homogeneidad posible. La variabilidad fundamental refleja la heterogeneidad entre las partículas constituyentes de la muestra; influye en la incertidumbre de los resultados de la medición cuando el analito de que se trate se encuentra en partículas portadoras con una distribución dispersa¹⁰. La variabilidad fundamental aparece dos veces: la primera, durante el muestreo y, la segunda, durante el submuestreo en el laboratorio, esto es, la extracción de una porción analítica tras la homogeneización de la muestra de laboratorio. En la práctica, la variabilidad fundamental que no sea insignificante se puede reducir modificando el procedimiento de análisis en dos aspectos: el primero, moliendo, triturando o mezclando el material de ensayo más fino y, el segundo, aumentando el tamaño de la porción analítica.

Cabe señalar que, aunque en teoría es factible dividir correctamente la variabilidad observada entre el muestreo, el submuestreo y otros componentes de la incertidumbre, hacerlo es difícil en la práctica “cuando la variabilidad fundamental es significativa”. Pongamos por caso que la cantidad de partículas portadoras en la muestra de laboratorio tomada del contenedor o el lote de producto varía aleatoriamente entre 0 y 10. La variabilidad fundamental entre las submuestras (porciones analíticas) dependerá, por lo tanto, de la muestra de laboratorio de la que se hayan tomado. En tal situación, sería bastante complejo caracterizar correctamente la variabilidad fundamental. Sería mucho más eficiente garantizar que la variación referente a la cantidad de partículas portadoras entre muestras de laboratorio fuera insignificante, esto es, asegurar que cada muestra de laboratorio sea representativa del contenedor o el lote de productos y, en consecuencia, eliminar la variabilidad fundamental del muestreo de la ecuación. A menudo, esto se puede lograr aumentando el tamaño de la muestra de laboratorio; sin embargo, una observación más general es que la evaluación correcta de la variabilidad fundamental requiere la inclusión adecuada del paso de muestreo, es decir, la consideración de los diferentes pasos, desde el muestreo hasta el análisis como un único proceso¹¹.

Por lo tanto, surge la pregunta: ¿cómo podemos decidir si la variabilidad fundamental es significativa? La variabilidad fundamental no se puede caracterizar por medio de los estudios clásicos de homogeneidad como los tipos estándar descritos en la norma ISO 13528 [22] y la Guía 35 [9]. En realidad, en estos tipos no se puede distinguir la variabilidad fundamental de la heterogeneidad de la muestra *per se*, de tal forma que la primera se puede confundir con la segunda.

El procedimiento que se indica a continuación permite caracterizar la variabilidad fundamental.

¹⁰ La variabilidad fundamental está relacionada con el error fundamental de Pierre Gy; véase la publicación [23].

¹¹ Consideremos el siguiente ejemplo: un contenedor de 5 t contiene una única partícula portadora, lo que se traduce en una concentración del analito de 1 µg/kg. Se toma del contenedor una muestra de laboratorio del 5 kg. En consecuencia, con una probabilidad del 99,9 %, la muestra de laboratorio no contendrá ninguna partícula portadora y no habrá variabilidad fundamental. Sin embargo, con una probabilidad de 0,1 %, la muestra de laboratorio contendrá una única partícula portadora. En tal caso, si se toma una porción analítica del 500 g de la muestra de laboratorio, la concentración del analito en la porción analítica será de 0 mg/kg (nueve de cada 10 veces) o 10 mg/kg (una de cada 10 veces). Esto corresponde a una desviación estándar (de Poisson) de 1 mg/kg, lo que constituye claramente una estimación desproporcionada en relación con la situación en el contenedor. Este ejemplo muestra que restringir el cálculo de la variabilidad fundamental al paso del submuestreo puede dar lugar a un grave error de estimación.

Paso 1

Compruebe si se cumple alguno de los criterios siguientes:

Criterio 1: La desviación estándar de la repetibilidad interna es más de tres veces superior al valor esperado.

Criterio 2: La desviación estándar de la repetibilidad interna es superior al valor de desviación estándar calculada con la ecuación de Horwitz.

Criterio 3: Entre los datos de control de calidad hay abundantes valores atípicos en la banda “superior”. Por ejemplo, en los datos de control de calidad proporcionados en el Cuadro 2 (Sección 9.1), el valor del Día 7, de 14,54, se podría considerar un valor atípico “superior”. La presencia de estos valores atípicos es una indicación más de que la gran variabilidad inesperadamente elevada que se observa puede deberse a la variabilidad fundamental.

Si se cumple al menos uno de estos criterios, vaya al Paso 2.

Paso 2

Realice el siguiente experimento:

1. Obtenga 20 resultados en condiciones de repetibilidad. Calcule la varianza correspondiente s_1^2 .
2. Aumente el tamaño de la porción analítica por un factor k (por ejemplo, tamaño triple de la porción analítica, $k = 3$) Si no es posible o práctico aumentar el tamaño de la porción analítica, otra opción es moler y homogeneizar un volumen correspondiente al aumento de k veces el tamaño de la porción analítica antes de tomar una porción analítica del tamaño original.
3. Obtenga 20 resultados en condiciones de repetibilidad a partir de material de ensayo molido finamente o una porción analítica de mayor tamaño. Calcule la varianza correspondiente s_2^2 .
4. Si el cociente $\frac{s_1^2}{s_2^2}$ es superior a 2,17, calcule la desviación estándar que caracteriza la variabilidad fundamental de la siguiente manera:

$$s_F = \sqrt{\frac{k}{(k-1)} \cdot (s_1^2 - s_2^2)}$$

5. Si el cociente $\frac{s_1^2}{s_2^2}$ es inferior a 2,17, quiere decir que la variabilidad fundamental no es significativa y que no es necesario incluirla en la estimación de la incertidumbre en la medición.

Ejemplo

Cuadro 9: Resultados de un experimento para calcular la variabilidad fundamental

	Experimento 1: Tamaño original de la porción analítica	Experimento 2: Tamaño de la porción analítica triplicado
Muestra 1	14,0	15,1
Muestra 2	11,9	13,8
Muestra 3	10,5	11,8
Muestra 4	14,9	14,0
Muestra 5	13,1	11,4
Muestra 6	9,5	15,7
Muestra 7	15,6	12,4
Muestra 8	18,3	11,5
Muestra 9	12,5	12,1
Muestra 10	16,4	13,7
Muestra 11	18,0	15,8
Muestra 12	14,0	12,5
Muestra 13	13,0	12,8

Muestra 14	20,8	15,1
Muestra 15	10,2	11,8
Muestra 16	21,5	10,6
Muestra 17	13,9	11,1
Muestra 18	17,8	12,9
Muestra 19	7,7	11,4
Muestra 20	12,2	16,3

Obsérvese que en el Experimento 1 se obtienen varios valores llamativamente elevados, lo que indica que la variabilidad fundamental no es insignificante.

Se obtienen los siguientes valores de varianza y el cociente correspondiente:

Cuadro 10: Varianza y su proporción

s_1^2	s_2^2	s_1^2/s_2^2
13,54	3,05	4,44

Como puede observarse, el cociente s_1^2/s_2^2 es superior a 2,17. En consecuencia, la variabilidad fundamental se calcula como

$$s_F = \sqrt{\frac{3}{2} \cdot (s_1^2 - s_2^2)} = 3,97.$$

9.5 PROCEDIMIENTOS PARA DETERMINAR SI LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN OBTENIDA A PARTIR DE LOS DATOS DE PRECISIÓN DE UN ESTUDIO COLABORATIVO ES COMPLETA

En general, la cantidad de trabajo que implica hacer una evaluación cuantitativa “fiable” cuando la estimación de la incertidumbre en la medición es completa es ingente. Por este motivo, se propone realizar una evaluación cualitativa que permita abordar las dos preguntas que se indican a continuación:

¿Se incluyen en la estimación de la repetibilidad o de la reproducibilidad las contribuciones a la incertidumbre del submuestreo y la preparación de la muestra?

La inclusión o no del submuestreo depende del material de la muestra proporcionado a los laboratorios. Si el material está molido y homogeneizado, la incertidumbre del submuestreo no se incluirá.

Que la preparación de las muestras esté o no completamente incluida depende de los pasos del proceso de preparación de las muestras que el organizador del estudio colaborativo ya haya llevado a cabo.

Si estas fuentes de incertidumbre no quedaran debidamente reflejadas en el estudio colaborativo, será preciso llevar a cabo los experimentos adicionales descritos en la Sección 9.4.

¿Están reflejados en la estimación de la reproducibilidad los efectos del desajuste de la matriz?

Generalmente, no. La influencia del desajuste de la matriz solo se puede determinar mediante la comparación con valores de referencia o con experimentos de aumento de la matriz; véase el procedimiento propuesto en la Sección 9.2. Otro ejemplo se puede encontrar en el Anexo F de la norma ISO TS 23471 [20], donde los efectos del equipo y el operador, además de los efectos del desajuste de la matriz debido a la existencia de diferentes lotes y condiciones de almacenamiento, se analizan mediante un diseño factorial.

10 Influencia de la incertidumbre en la medición en los planes de muestreo: ejemplos

En las *Directrices generales sobre muestreo* [13] se afirma que “los métodos de muestreo del Codex tienen la finalidad de garantizar el uso de procedimientos de muestreo justos y válidos cuando se analicen alimentos para comprobar si se ajustan o no a una determinada norma del Codex sobre productos”. El tamaño de la muestra y el número de aceptación o constante de aceptabilidad de la inspección por atributos o por variables se determinan a partir de los procedimientos y planes de inspección descritos en las normas ISO o en las directrices del Codex. Aunque la incertidumbre en la medición se puede considerar irrelevante para la inspección por atributos, se deben tener en cuenta sus efectos en la inspección por variables.

En la introducción de norma ISO 3951-1:2023 se señala que en el cuerpo de esa parte de la ISO 3951 que el error de medición es insignificante. No obstante, en el Anexo B de la ISO 3951-1 [14] y el Anexo P de la ISO 3951-2 [15] se indican procedimientos para aumentar el tamaño de la muestra en el caso de que la incertidumbre en la medición no sea insignificante. Cabe señalar que estos procedimientos solo son aplicables si el método de medición no tiene ningún sesgo, es decir, si el valor esperado del error de medición es cero (véase el Anexo P.1 de la ISO 3951-2:2013 [15]). En tal caso, la variabilidad total se expresa como

$$\sigma_{total} = \sqrt{\sigma^2 + \sigma_m^2}$$

donde σ es la desviación estándar del proceso y σ_m es la desviación estándar de la medición.

Si σ_m no es insignificante (esto es, mayor que una décima parte de la desviación estándar del muestreo s o la desviación estándar del proceso σ), será necesario aumentar el tamaño de la muestra n hasta $n^* = n \cdot (1 + \gamma^2)$, donde $\gamma = \sigma_m/\sigma$ (se conoce la desviación estándar del proceso σ) o $n^* = n \cdot (1 + \tilde{\gamma}^2)$, donde $\tilde{\gamma}$ es una estimación del límite superior de $\gamma = \sigma_m/\sigma$ (se desconoce la desviación estándar del proceso σ). La constante de aceptabilidad k permanece sin cambios. Para obtener más información al respecto, véase el Anexo P de la norma ISO 3951-2:2013 [15].

Ejemplo

Se analiza un lote de 500 unidades de agua mineral preenvasada para determinar el contenido de sodio. Si no se toma en consideración la incertidumbre en la medición, para un nivel de calidad aceptable (NCA) del 2,5 % (concentración máxima de 200 mg/l) y un nivel de inspección general II, se debe tomar una muestra de 30 elementos (Cuadro A1 del Anexo A y Cuadro B1 del Anexo B de la norma ISO 3951-2 [15]). La producción está bien controlada y los diagramas de control dan una desviación estándar del proceso σ de 2 mg/l. La desviación estándar de la incertidumbre en la medición σ_m es de 1 mg/l y, por lo tanto, no es insignificante. Con $\gamma = \sigma_m/\sigma = 0.5$ y $1 + \gamma^2 = 1.25$, el tamaño de la muestra debe aumentarse a 38 unidades.

Si existe un sesgo, se debe modificar el procedimiento anterior. Una posibilidad sería proceder como sigue¹². La desviación estándar de \bar{x} , la media entre los n resultados de la medición, se expresa como

$$\sigma_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sigma^2 + \sigma_0^2}{n} + \sigma_b^2}$$

donde σ es la desviación estándar del proceso, σ_0 es el componente de repetibilidad de la incertidumbre en la medición (calculado a partir de las n elementos analizados del lote) y σ_b representa la información disponible (por ejemplo, la desviación estándar entre laboratorios obtenida en un estudio de validación de métodos) que se utiliza para estimar el término del sesgo.

El procedimiento modificado es el siguiente:

1. Aumentar el tamaño de la muestra suponiendo que no existe ningún error de medición.
2. Calcular $d = \frac{1}{n} - \frac{\sigma_b^2}{\sigma^2}$.
3. Si $d \leq 0$, la variabilidad engrosada debido a un sesgo no se puede compensar aumentando el tamaño de la muestra.
4. Si $d \leq \frac{1}{2n}$, tal vez no sea apropiado compensar el sesgo aumentando el tamaño de la muestra debido al gran número de muestras necesarias. Entonces se propone reducir el sesgo o utilizar otro método de medición.
5. Si $d > \frac{1}{2n}$, se calculará el nuevo tamaño de la muestra como $n^* = \frac{1 + \frac{\sigma_0^2}{\sigma^2}}{d} = \frac{\sigma^2 + \sigma_0^2}{n - \sigma_b^2}$.

Ejemplo (continuación del ejemplo anterior).

Ahora suponemos que existe un sesgo de método y que se dispone de una estimación σ_b de 0,2 mg/l. En consecuencia, a partir del valor calculado previamente de $n = 38$, d se calcula como $d = 0,016$. Dado que $d > \frac{1}{2n} = 0,013$, el nuevo tamaño de la muestra se calcula como $n^* = 77$ (con $\sigma_0 = \sigma_m = 1$ mg/l).

¹² Este procedimiento modificado se toma de la fase actual de elaboración del Anexo B de la norma ISO/DIS ISO 3951-6 [16].

Procedimientos de muestreo de productos a granel

Los procedimientos de muestreo de productos a granel se proporcionan en la ISO 10725:2000 [17]. Como en el caso del muestreo de paquetes, estos procedimientos solo son válidos en el supuesto de que no existe sesgo de método. En la actualidad se están elaborando procedimientos modificados para los casos en que no existe un sesgo de método. Por ahora, la explicación se limita al caso en que no exista sesgo.

Una incertidumbre en la medición “dominante” tiene un efecto en el número de muestras de ensayo por muestra compuesta n_T , así como en el número de mediciones por muestra de ensayo n_M . La incertidumbre en la medición es dominante cuando tanto la desviación estándar de la muestra incremental σ_I como la desviación estándar entre las muestras de ensayo σ_P son muy inferiores (una décima parte o menos) que la desviación estándar de la medición σ_M (esto es, la incertidumbre en la medición), la cual debe conocerse y ser estable; véase el Anexo B de la norma ISO 10725 [17]. El número de muestras incrementales por muestra compuesta n_I permanece inalterado, con independencia de si la incertidumbre en la medición es dominante o no. La masa de los incrementos debería ser suficientemente grande como para compensar la variabilidad fundamental.

Ejemplo

Se ha de analizar un lote de trigo a granel para determinar el contenido de cadmio (concentración máxima de, por ejemplo, 0,1 mg/kg). En este ejemplo, se supone que las concentraciones de cadmio en el lote son homogéneas, lo que da lugar a desviaciones estándar σ_I y σ_P muy bajas, estimadas en 0,0015 mg/kg y 0,002 mg/kg, respectivamente. Como las concentraciones son muy bajas, se obtiene una incertidumbre en la medición σ_M = relativamente alta, de 0,025 mg/kg. El intervalo de discriminación D (diferencia entre los niveles acordados de aceptación y rechazo basados en el riesgo) es de 0,02 mg/kg.

Por lo tanto, la desviación estándar de la medición σ_M = de 0,025 mg/kg es dominante (d_I se calcula como 0,075). El número de incrementos por muestra compuesta es $n_I = 6$, el número de muestras de ensayo por muestra compuesta es $n_T = 2$ y el número de mediciones por muestra de ensayo es $n_M = 2$ (que arroja el producto $n_T \cdot n_M = 4$, que se puede interpretar como una medida de la carga de trabajo analítico). La desviación estándar general combinada σ_0 se calcula como $\sqrt{\frac{n_T \cdot n_M}{n_I} \sigma_I^2 + n_M \sigma_P^2 + \sigma_M^2} \approx 0,03$ mg/kg y se divide por el intervalo de discriminación D a fin de obtener la desviación estándar relativa $d_0 = \sigma_0/D \approx 1,26$. Por medio del Cuadro B1 del Anexo B de la norma ISO 10725 [17], esta desviación estándar relativa d_0 se utiliza para determinar el número ajustado de muestras de ensayo por muestra compuesta $n_T = 2$ (esto es, n_T queda igual), así como el número ajustado de mediciones por muestra de ensayo $n_M = 3$, cuyo producto es $n_T \cdot n_M = 6$.

Bibliografía

- [1] *Evaluación de datos de medición — Guía para la expresión de la incertidumbre de medida*, JCGM 100:2008.
- [2] S. L. R. Ellison y A. Williams (eds.) EURACHEM/CITAC Guía CG4: *Cuantificación de la incertidumbre en medidas analíticas*, 3.ª edición, QUAM:2012.P1.
- [3] *Evaluación de datos de medición — Suplemento 1 de la “Guía para la expresión de la incertidumbre de medida” — Propagación de incertidumbres aplicando el método de Monte Carlo*, JCGM 101:2008.
- [4] ISO 21748:2017, *Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation* (Guía para utilizar las estimaciones de la repetibilidad, la reproducibilidad y la veracidad en la estimación de la incertidumbre en la medición).
- [5] ISO 5725-2:2019, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method* (Exactitud [veracidad y precisión] de los métodos de medición y sus resultados. Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición estándar).
- [6] B. Jülicher, Petra Gowik y Steffen Uhlig (1998), *Assessment of detection methods in trace analysis by means of a statistically based in-house validation concept* (Evaluación de los métodos de detección en los análisis de trazas mediante un concepto de validación interna con base estadística), The Analyst.
- [7] B. Jülicher, Petra Gowik y Steffen Uhlig (1998), *A top-down in-house validation based approach for the investigation of the measurement uncertainty using fractional factorial experiments* (Un enfoque de arriba hacia abajo basado en la validación interna para estudiar la incertidumbre en la medición utilizando experimentos factoriales fraccionados), The Analyst.

- [8] Vocabulario Internacional de Metrología. Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM) JCGM 200:2012.
- [9] ISO Guía 35, 4.^a edición (2017), *Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability* (Materiales de referencia. Guía para caracterizar y evaluar la homogeneidad y la estabilidad).
- [10] ISO/IEC 17025:2017, *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*.
- [11] CXG 59-2006, *Directrices sobre la estimación de la incertidumbre de los resultados*.
- [12] S. Uhlig y P. Gowik (2018), *Efficient estimation of interlaboratory and in-house reproducibility standard deviation in factorial validation studies* (Estimación eficiente de la desviación estándar entre laboratorios y la desviación estándar interna de la reproducibilidad en estudios de validación factoriales), *Journal of Consumer Protection and Food Safety*.
- [13] CXG 50-2004, *Directrices generales sobre muestreo*.
- [14] ISO 3951-1:2022, *Sampling procedures for inspection by variables — Part 1: Specification of single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection for a single quality characteristic and a single AQL* (Procedimientos de muestreo para la inspección por variables. Parte 1: Especificaciones para los planes de muestreo simple regidos por el nivel de calidad aceptable (NCA) para la inspección lote por lote para una única característica de calidad y un NCA único).
- [15] ISO 3951-2:2013, *Sampling procedures for inspection by variables — Part 2: General specification for single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection of independent quality characteristics* (Procedimientos de muestreo para la inspección por variables. Parte 2: Aspectos generales para los planes de muestreo simple regidos por el nivel de calidad aceptable (NCA) para la inspección lote por lote para una característica de calidad independientes).
- [16] ISO/DIS 3951-6:2019, *Sampling procedures for inspection by variables — Part 6: Specification for single sampling plans indexed by limiting quality (LQ)* (Procedimientos de muestreo para la inspección por variables. Parte 6: Especificación de planes de muestreo simple regidos por la calidad límite).
- [17] ISO 10725:2000, *Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk materials* (Procedimientos y planes de muestreo de aceptación para la inspección de productos a granel).
- [18] ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions* (Exactitud [veracidad y precisión] de los métodos de medición y sus resultados. Parte 1: Principios generales y definiciones).
- [19] ISO 5725-3:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method* (Exactitud [veracidad y precisión] de los métodos de medición y sus resultados. Parte 3: Mediciones intermedias de la precisión de un método de medición estándar). (Actualmente se está preparando una nueva revisión para publicación).
- [20] ISO TS 23471:2022, *Experimental designs for the evaluation of uncertainty – Use of factorial designs for determining uncertainty functions* (Diseños experimentales para la evaluación de la incertidumbre. Utilización de diseños factoriales para determinar las funciones de la incertidumbre).
- [21] S. L. R. Ellison y A. Williams (eds.) EURACHEM/CITAC Guía: Trazabilidad Metrológica en la Medición Química (2.^a edición, 2019).
- [22] ISO 13528:2022, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison* (Métodos estadísticos para utilizar en el análisis de la competencia por comparación entre laboratorios).
- [23] Gy P. M. (1979) *Sampling of particulate materials – theory and practice* (Muestreo de materiales particulados. Teoría y práctica). Elsevier, Ámsterdam.
- [24] ISO 19036:2019, *Microbiología de la cadena alimentaria. Estimación de la incertidumbre en la medición para determinaciones cuantitativas*.

APÉNDICE IV

REVISIÓN DE LAS *DIRECTRICES GENERALES SOBRE MUESTREO (CXG 50-2004)*

(para su aprobación en el trámite 8)

1 Directrices de referencia**1.1 Introducción**

Las directrices están principalmente dirigidas a los comités sobre productos del Codex encargados de elaborar planes de muestreo de aceptación para las disposiciones de las normas del Codex y a los gobiernos encargados de las inspecciones de la importación y exportación de alimentos y en ellas se describen la elaboración y la evaluación de los planes de muestreo para el comercio internacional de productos alimenticios.

Los alimentos se someten frecuentemente a muestreo a lo largo de toda la cadena de suministro alimentario, desde los productores a los consumidores, con el fin de comprobar su calidad. La definición clara de los planes de muestreo es una parte esencial de las especificaciones para el muestreo y el análisis de alimentos. Los planes de muestreo se incluyen en las normas del Codex y pueden ser utilizados por los gobiernos en las normas alimentarias.

Los planes de muestreo del Codex, junto con los métodos de análisis, están concebidos como un medio para verificar que los alimentos cumplen las disposiciones contenidas en las normas del Codex relativas a la composición, los contaminantes químicos o microbiológicos o los residuos de plaguicidas.

En consecuencia, el muestreo desempeña un papel importante en el logro de los objetivos del Codex de proteger la salud de los consumidores y garantizar prácticas leales en el comercio de alimentos. Asimismo, los planes de muestreo del Codex desempeñan una función importante en la armonización de los enfoques técnicos relacionados con el muestreo, así como los resultados de la interpretación de los análisis en relación con los lotes o envíos de alimentos, a la luz de la disposición o disposiciones correspondientes de la norma aplicable del Codex.

Es importante que el muestreo se lleve a cabo de forma que contribuya a estos objetivos.

La especificación de estos objetivos de calidad, el nivel de calidad aceptable para el cliente y el índice de aceptación de los productos conformes facilitan la elaboración de los planes de muestreo.

En una norma del Codex se puede establecer un plan de muestreo específico para un contexto determinado o se puede especificar el resultado que debe alcanzarse con un plan de muestreo.

Aunque estas directrices proporcionan un enfoque genérico para la elaboración de planes de muestreo, los planes de muestreo del Codex están concebidos fundamentalmente para la inspección de alimentos una vez recibidos, por ejemplo, por los organismos reguladores del país importador, y podrían no ser adecuados para su uso por los productores. Sin embargo, la definición clara de los objetivos de calidad en las normas del Codex permitirá que los productores elaboren procedimientos apropiados de control e inspección para lograr dichos objetivos.

1.2 Ámbito de aplicación

Estas directrices se centran en los planes de muestreo de aceptación dirigidos a la inspección de lotes homogéneos aislados, en los que los riesgos de los consumidores y los productores estén controlados. Además, existen algunas directrices para muestrear lotes heterogéneos.

El término "aislado" significa que la inspección de cada lote se hace de forma aislada, sin considerar el resultado de la inspección de los lotes adyacentes o, por ejemplo, de otros lotes del mismo productor. Ello no significa que la información de inspecciones anteriores no se pueda utilizar; en particular, hay casos en los que la desviación estándar del lote se puede conocer gracias a la inspección de lotes anteriores.

Se abordan las siguientes situaciones:

- los planes de muestreo de aceptación para el control del porcentaje de elementos no conformes en los lotes homogéneos por atributos o por variables, para productos a granel o elementos individuales;
- los planes de muestreo para la inspección por variables de características con una distribución normal;
- los ajustes para tener en cuenta la incertidumbre en la medición en los casos en los que no es insignificante en comparación con la desviación estándar del lote, prestando atención a los casos en los que la incertidumbre en la medición tiene una distribución normal;
- los planes de muestreo para el control del contenido medio;

- además, se proporciona información sobre cuestiones relacionadas con la elaboración de planes para productos a granel.

En la Sección 2, se definen los conceptos generales que revisten interés para el muestreo de alimentos y en las secciones 3, 4 y 5 se abordan los planes de muestreo de aceptación para diferentes situaciones de control estadístico de los alimentos. En la Sección 6 se tratan otros asuntos como el muestreo físico y los lotes heterogéneos.

El Apéndice I contiene una guía por pasos para seleccionar planes de muestreo. El Apéndice II contiene cuadros de planes por atributos y por variables que figuran en las normas ISOⁱ y que se rigen por el riesgo del productor.

Estas directrices no tratan de ser exhaustivas y no proporcionan información sobre todas las opciones de planes de muestreo que pueden estar disponibles. Los planes de muestreo de otras fuentes, como los elaborados por otros comités del Codex, siguen siendo aceptables siempre y cuando hayan sido ratificados por el CCMAS.

1.3 Definiciones

En lo que respecta a los términos comúnmente utilizados en estas directrices, se añaden las siguientes definiciones a las que figuran en las *Directrices sobre terminología analítica* (CXG 72-2009)¹.

Nota: En algunas de las definiciones, se hace referencia a la desviación estándar del proceso o el nivel de calidad del proceso. Estas directrices se centran en los lotes más que en los procesos. Por este motivo, las cantidades de interés en estas directrices son la desviación estándar del lote y el nivel de calidad del lote.

Calidad de riesgo del consumidor

Nivel de calidad de un lote o proceso que, en el plan de muestreo de aceptación, corresponde a un riesgo del consumidor determinado.

Nota: La calidad del riesgo del consumidor corresponde al nivel de calidad límite en las normas ISO 2859² y la ISO 3951³.

Calidad de riesgo del productor

Nivel de calidad de un lote o proceso que, en el plan de muestreo de aceptación, corresponde a un riesgo del productor determinado.

Nota: La calidad del riesgo del productor corresponde al NCA de las normas ISO 2859⁴ e ISO 3951⁵.

Consumidor y productor

Los términos “productor” y “consumidor” son convencionales y pueden aplicarse a una serie de operadores diferentes de la cadena de suministro de alimentos, como el cultivador, el fabricante, el sistema de control de calidad propio del fabricante, el proveedor, el país exportador, el procesador, el vendedor o el país importador. En general, “productor” se refiere a un proveedor o vendedor de productos alimenticios y “consumidor” a la autoridad reguladora de un país importador, un comprador o un consumidor real de dichos alimentos.

Criterio de aceptación

El criterio de aceptación se utiliza para abarcar términos como los números de aceptación y rechazo en el caso de los planes de muestreo por atributos y las constantes de aceptabilidad en el de los planes de muestreo por variables.

Nota: En estas directrices, el término “criterio de aceptación” se emplea para describir la regla que se aplica a los resultados analíticos obtenidos durante la inspección de los lotes para decidir si aceptarlos o no.

Curva característica operativa

Muestra la relación entre la probabilidad de aceptación del producto y el nivel de calidad de entrada para un plan de muestreo de aceptación dado.

Envío

Cantidad de producto recibido en una entrega. Puede tratarse de una parte de un lote o un conjunto de varios lotes.

Sin embargo, en el caso de una inspección estadística, el envío se considerará como un lote nuevo a efectos de la interpretación de los resultados.

ⁱ Organización Internacional de Normalización (ISO).

- Si el envío es una parte de un lote, se considerará como un nuevo lote a efectos de la inspección.
- Si el envío es un conjunto de varios lotes, antes de cualquier inspección, se prestará atención a la homogeneidad del envío. Si el lote no es homogéneo, se podrá utilizar una muestra estratificada.

Evaluación de la conformidad

Actividad dirigida a determinar si se cumplen determinados requisitos en relación con un producto, un proceso, un sistema, una persona o un organismo.

Lote

La cantidad de producto producida en condiciones que se suponen uniformes.

Muestra

Uno o más elementos que se toman de una población para que proporcionen información sobre ella y que posiblemente sirven para fundamentar una decisión sobre la población o sobre el proceso que la ha producido.

Muestreo de aceptación

Muestreo después del cual se decide si aceptar un lote u otra agrupación de productos, materiales o servicios, según los resultados de la muestra.

Muestreo de aceptación por atributos

Inspección de muestreo de aceptación mediante la cual se observa la presencia o ausencia de una o más características específicas de cada elemento en una muestra para establecer estadísticamente la aceptabilidad de un lote o proceso.

Muestreo de aceptación por variables

Inspección de muestreo de aceptación en la que la aceptabilidad de un proceso se determina estadísticamente a partir de mediciones de características de calidad específicas de cada elemento en una muestra tomada de un lote.

Muestra de laboratorio

Una muestra preparada (a partir del lote) para su envío al laboratorio y destinada a la inspección o análisis.

Nivel de calidad

Calidad expresada como tasa de unidades no conformes o tasa de número de elementos no conformes.

Nota: en estas directrices, el nivel de calidad de un lote determinado a menudo se expresa como porcentaje de elementos no conformes.

Nivel de calidad indiferente

Nivel de calidad que, en el plan de muestreo de aceptación, corresponde a una probabilidad de aceptación de 0,5 cuando se considera una serie continua de lotes.

Plan

Consúltese el plan de muestreo de aceptación.

Plan de muestreo

Consúltese el plan de muestreo de aceptación.

Plan de muestreo de aceptación

Plan que establece el tamaño de la muestra que se utilizará y los criterios conexos para la aceptación del lote.

Riesgo del consumidor

Probabilidad de aceptación cuando el nivel de calidad del proceso tiene un valor establecido como no satisfactorio por el plan de muestreo de aceptación.

Riesgo del productor

Probabilidad de no aceptación cuando el nivel de calidad del proceso tiene un valor establecido por el plan como aceptable.

2 Muestreo de aceptación: principios generales

2.1 Razones para el muestreo

Mientras que los productores disponen de diferentes medidas, como el análisis de peligros y los puntos críticos de control, las buenas prácticas de fabricación, el control de procesos y el muestreo, para garantizar a los productores la calidad de los productos que proveen, los consumidores generalmente han de recurrir al muestreo de aceptación si desean comprobar la calidad de los productos que reciben.

Los procedimientos de muestreo de aceptación se utilizan cuando las mercancías se transfieren entre dos partes. El propósito de estos procedimientos es proporcionar reglas inequívocas para la puesta en circulación de un producto tras la inspección solamente de una muestra limitada. Ambas partes deberían ser plenamente conscientes de las limitaciones y los riesgos asociados al uso de dichos procedimientos y, por ello, la mayoría de los procedimientos de muestreo de aceptación deberían contener disposiciones para tratar las controversias y los elementos no conformes encontrados en lotes que hayan sido aceptados por el plan de muestreo.

En los planes de muestreo de aceptación se indica el número de elementos que se han de tomar y cómo han de tomarse, el criterio de aceptación empleado para decidir si se debe aceptar el lote o no y cómo tener en cuenta la incertidumbre en la medición que no sea insignificante.

En general, el muestreo de aceptación se utiliza para:

- reducir costos;
- evaluar el producto cuando los análisis son destructivos;
- agilizar la toma de decisiones.

2.2 Enfoques para el muestreo de aceptación

Existen tres posibles enfoques para abordar el muestreo de aceptación:

- a) la inspección de todos los elementos del lote (el 100 %);
- b) el muestreo basado en principios estadísticos;
- c) la inspección especial, es decir, planes de muestreo que carecen de base estadística.

Se examinarán brevemente los riesgos y los costos asociados a cada una de estas tres opciones: El enfoque a) no suele ser viable debido al costo prohibitivo del análisis y, además, podrían no quedar productos que vender si el método de inspección requiriera un análisis destructivo.

El enfoque b) tiene la desventaja de suponer riesgos mayores que el método a), ya que parte del lote no se inspecciona. Sin embargo, al emplear un enfoque basado en principios estadísticos, es posible calcular los riesgos y elegir un plan de muestreo que garantice que estos riesgos se controlen en los niveles deseados. Tiene también la ventaja de la practicabilidad y de tener un menor costo.

En la inspección de lotes existen dos tipos de riesgo:

- la aceptación de un lote de calidad insatisfactoria;
- el rechazo de un producto de calidad aceptable (riesgo del productor).

Se deben elaborar planes de muestreo que permitan controlar estos riesgos hasta un nivel adecuado en los cuales los niveles de riesgo adecuados se determinen en función de su grado de adecuación a los fines previstos.

El enfoque c) no se recomienda. Puede utilizarse por motivos prácticos, como la limitación de recursos, o por su simplicidad. No obstante, es posible que estos planes no proporcionen el nivel esperado de garantías respecto a la calidad de los alimentos y pueden conllevar costos elevados de forma inadvertida, por ejemplo, mediante la aceptación injustificada de alimentos que podrían provocar enfermedades o un rechazo injustificado que, a su vez, podría dar lugar a la imposición de multas, penalizaciones o sanciones comerciales. En la medida de lo posible, deben evaluarse los riesgos asociados a estos planes. Las decisiones sobre la aceptación o el rechazo no deben adoptarse únicamente basándose en estos planes, salvo que el consumidor y el productor hayan llegado a un acuerdo habiendo entendido los riesgos.

En resumen, el enfoque b) permite la practicabilidad y garantizar al mismo tiempo que los riesgos están controlados en niveles considerados apropiados en función del grado de adecuación a los fines previstos.

2.2.1 Muestreo de aceptación y evaluación de la conformidad

El muestreo de aceptación y la evaluación de la conformidad no tienen la misma finalidad. La evaluación de la conformidad es la utilización de un único resultado de medición para decidir si un único elemento cumple un cierto límite. El muestreo de aceptación es el proceso que consiste en tomar una muestraⁱⁱ de un lote y determinar los criterios de aceptación y el tamaño de la muestra para decidir si dicho lote se acepta o se rechaza.

Se podrá considerar la definición más general de la evaluación de la conformidad a fin de incluir el muestreo de aceptación. No obstante, en un sentido más estricto, se puede entender que la evaluación de la conformidad se refiere concretamente a la situación en la que se utiliza un único resultado de medición para decidir si un único elemento de interés cumple un determinado requisito. Si la evaluación de la conformidad se interpreta en este sentido más estricto, es importante distinguirla del muestreo de aceptación. En esta sección, la evaluación de la conformidad se interpretará en el sentido más estricto.

Aunque el muestreo de aceptación y la evaluación de la conformidad tienen procedimientos parecidos y definen los riesgos del consumidor y el productor, se llevan a cabo en contextos diferentes y persiguen objetivos distintos.

Evaluación de la conformidad

En la evaluación de la conformidad, la conformidad se evalúa aplicando una regla de decisión que tiene en cuenta la incertidumbre en la medición. Dependiendo del mensurando, la incertidumbre en la medición podrá o no incluir la incertidumbre del muestreo. Dependiendo de la regla de decisión, puede que la evaluación sea poco concluyente en algunos casos.

Muestreo de aceptación

En el muestreo de aceptación, se utiliza al menos un resultado de medición (generalmente es más de uno) para decidir si aceptar o rechazar un lote objeto de inspección. El plan de muestreo de aceptación comprende ambos requisitos respecto del procedimiento de muestreo (por ejemplo, el número de elementos que se han de tomar del lote) y un criterio de aceptación. Este plan se determina de tal forma que permita garantizar que los riesgos del productor y del consumidor son suficientemente bajos a un determinado nivel de calidad. En este tipo de muestreo, siempre se toma en consideración la variación de la propiedad de interés en el lote; no obstante, la incertidumbre analítica solo se tendrá en cuenta si no es insignificante. La inspección de los lotes se suele producir a raíz de un acuerdo comercial entre dos asociados comerciales. En el muestreo de aceptación, los lotes siempre se aceptan o se rechazan porque las inspecciones de lotes siempre permiten tomar una decisión en este sentido.

En el caso de que el nivel de calidad se exprese en forma de porcentaje de elementos no conformes, la distinción entre el muestreo de aceptación y la evaluación de la conformidad es bastante clara; se define el mensurando para los elementos individuales y, por lo tanto, la cuestión de la conformidad respecto de un requisito determinado solo se puede enmarcar en relación con los elementos individuales. Sin embargo, la aceptación o el rechazo de los lotes no se decide en función del cumplimiento o incumplimiento de un elemento individual. En cambio, el criterio de aceptación se expresa en términos del porcentaje de elementos no conformes, en términos de la distribución de la propiedad de interés entre los elementos del lote. Las diferencias entre el muestreo de aceptación y la evaluación de la conformidad se resumen en el cuadro siguiente.

ⁱⁱ Véase la definición en la Sección 1.3.

Cuadro 1: Diferencias entre el muestreo de aceptación y la evaluación de la conformidad

	Evaluación de la conformidad	Muestreo de aceptación
Número de resultados de medición	Habitualmente: uno	Habitualmente: varios (Por ejemplo, si el lote está formado por elementos discretos, se tomarán varios de ellos y habrá un único resultado de medición por elemento).
¿Se tiene en cuenta la incertidumbre en la medición analítica en la regla de decisión o criterio de aceptación?	Siempre (si es posible)	Solo si la incertidumbre en la medición analítica no es insignificante (en comparación con la desviación estándar del lote).
¿Se considera algún componente de la incertidumbre de muestreo?	Dependiendo del mensurando, será o no necesario incluir la incertidumbre del muestreo.	La variación de la característica de interés en el lote se considera a través de la desviación estándar del lote.
Contexto y antecedentes	En muchos casos: la evaluación de la conformidad se lleva a cabo respecto de un límite legal.	El contexto suele ser un acuerdo entre asociados comerciales.
Evaluación poco concluyente	Dependiendo de la regla de decisión, es posible que la evaluación sea poco concluyente.	No existen inspecciones poco concluyentes: los lotes se aceptan o se rechazan.

En la Sección 5.2.1 se proporcionan más aclaraciones sobre el término del mensurando y la distinción entre la incertidumbre del muestreo y la incertidumbre analítica.

Nota 1: En la Figura 1 de las Directrices sobre la incertidumbre en la medición (CXG 54-2004)⁴ se ilustra un procedimiento que se puede aplicar en la evaluación de la conformidad (este procedimiento podrá arrojar resultados poco concluyentes). Dicho procedimiento no se debe aplicar en el muestreo de aceptación.

Nota 2: Si la muestra tomada en la inspección de un lote está formada por un único elemento, es posible que los riesgos del productor y el consumidor no estén debidamente controlados. Sin embargo, existen planes de muestreo especiales para la inspección de lotes basados en un único elemento. No se deben confundir estos planes con el procedimiento de la evaluación de la conformidad ilustrado en la Figura 1 de las Directrices sobre la incertidumbre en la medición (CXG 54-2004)⁶.

2.3 Funcionamiento del plan de muestreo de aceptación

La variación está presente en todas partes; la composición de las materias primas varía, los procesos de fabricación varían y, como consecuencia, los productos fabricados mediante dichos procesos también variarán. Por lo tanto, cuando tomamos varias muestras de un lote, no cabe esperar que esas muestras sean de igual composición. Además, la presencia de la incertidumbre en la medición significa que no obtendremos el mismo resultado cuando se analicen esas muestras, aun cuando vuelva a analizarse la misma muestra. De igual modo, no cabe esperar que los resultados de diferentes conjuntos de muestras tomadas del mismo lote o de diferentes lotes (del mismo proceso) sean iguales; siempre habrá cierto grado de variación.

Debido a esta variación, es inevitable que se acepten y se rechacen lotes incorrectamente. Sin embargo, si utilizamos una descripción estadística de la variación en un lote y de la incertidumbre del procedimiento de medición podremos calcular la probabilidad de aceptar correcta o incorrectamente un lote en un nivel de calidad determinado y en un plan de muestreo determinado.

En el muestreo de aceptación, la probabilidad de aceptación depende de:

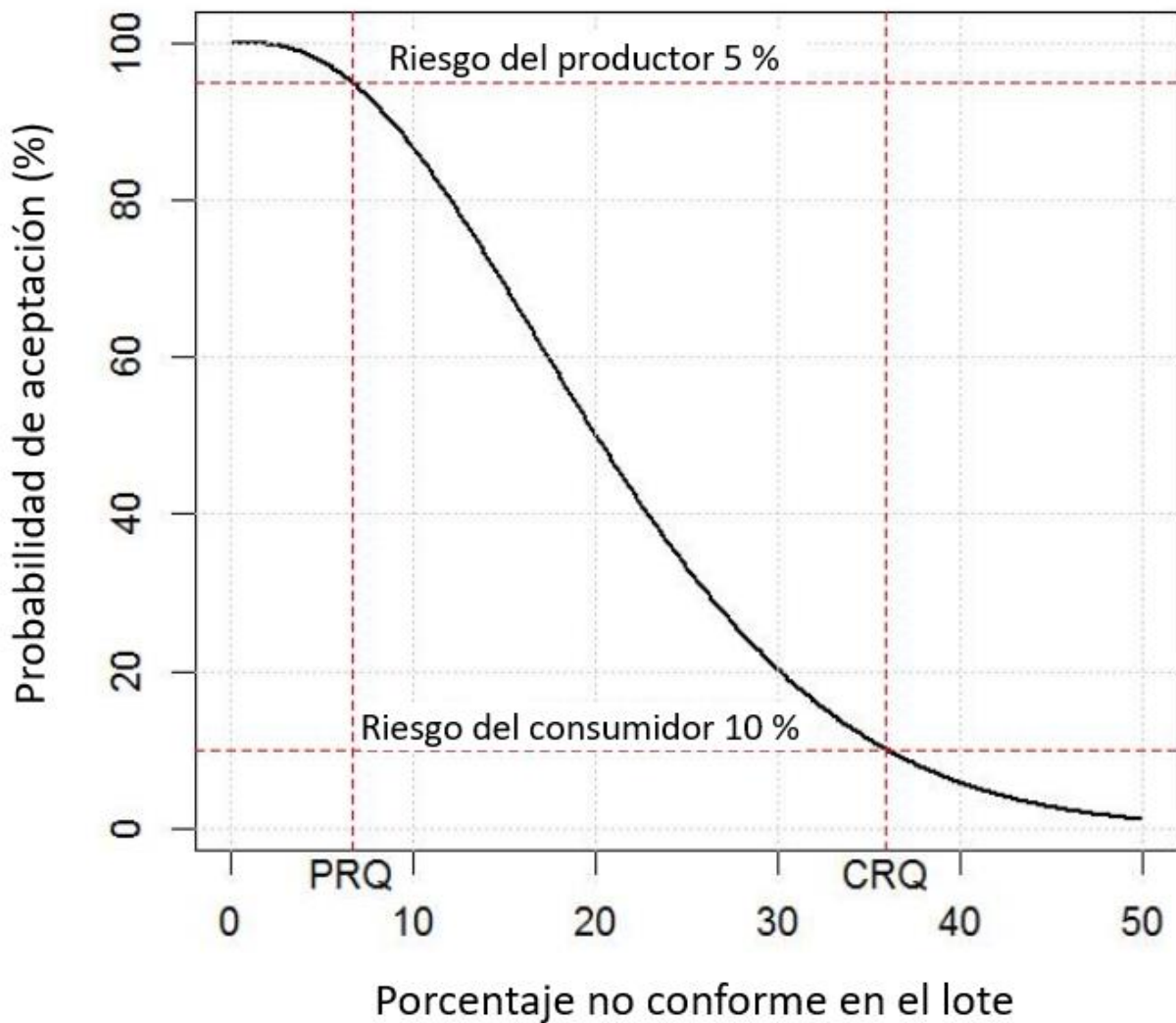
- el nivel de calidad (porcentaje de elementos no conformes) del lote objeto de inspección;
- el criterio de aceptación (esto es, para el plan de muestreo particular);
- la variación de la característica dentro del lote;
- el sesgo y la variación intrínsecos del proceso de medición (en el caso de que la incertidumbre analítica no sea insignificante).

En la práctica, el nivel de calidad (porcentaje de elementos no conformes) de un lote no se conoce de antemano; sin embargo, se puede calcular la probabilidad de aceptación en cualquier nivel de calidad en relación con un plan de muestreo de aceptación particular. La relación entre la probabilidad de aceptación y el nivel de calidad para un plan de muestreo determinado se describe mediante la curva característica operativa.

2.3.1 Curva característica operativa

El siguiente diagrama es un ejemplo de una curva característica operativa que muestra la probabilidad de aceptación (o rechazo) de un lote en función de su nivel de calidad (expresado como porcentaje de elementos no conformes). Ello pone de relieve que la especificación de los niveles de calidad es fundamental para diseñar un plan de muestreo.

Curva característica operativa

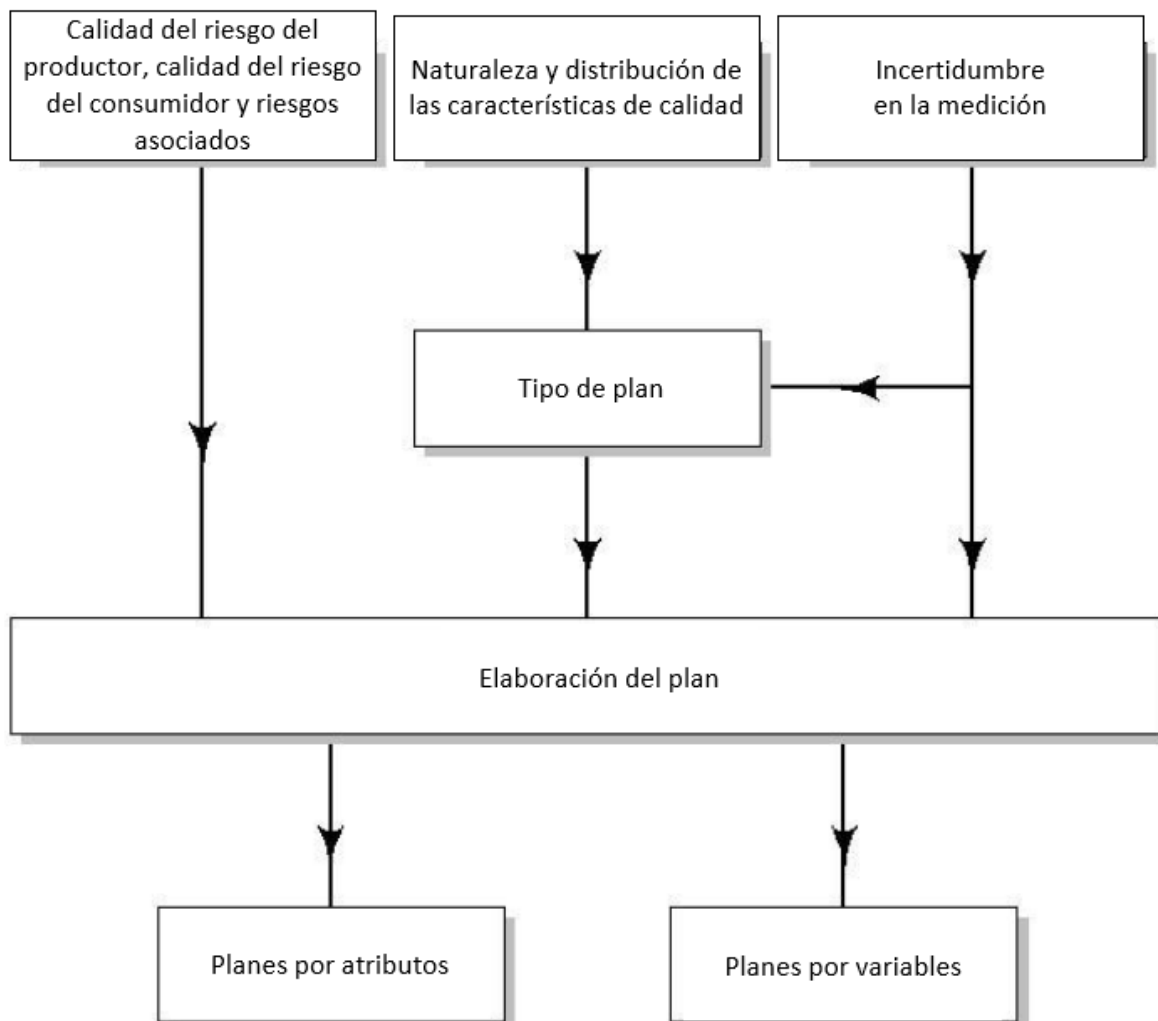


Nota: La curva característica operativa no aporta ninguna información sobre la calidad de un lote determinado; solo sirve para mostrar la probabilidad de aceptación del lote en un nivel de calidad concreto.

3 Elaboración de los planes de muestreo

3.1 Proceso de elaboración de los planes de muestreo

Proceso de elaboración del plan de muestreo



3.2 Componentes de los planes de muestreo

3.2.1 Rigurosidad

Como se ha explicado anteriormente, la aplicación de planes de muestreo de aceptación no elimina el riesgo de aceptar incorrectamente un lote de mala calidad ni de rechazar incorrectamente un lote de buena calidad.

Sin embargo, elaborar este tipo de planes utilizando principios estadísticos permite controlar estos riesgos. Ello se logra indicando un nivel concreto de calidad del riesgo del productor y un nivel concreto de calidad del riesgo del consumidor, además de los correspondientes riesgos del productor y del consumidor, respectivamente. Una vez establecidos estos cuatro parámetros (calidad del riesgo del productor, calidad del riesgo del consumidor, riesgo del productor y riesgo del consumidor), se determinarán inequívocamente la probabilidad de aceptación y, por tanto, los riesgos del productor y el consumidor en cualquier nivel de calidad.

En estas directrices el término "rigurosidad" se utiliza para hacer referencia a la capacidad del plan de muestreo de controlar los riesgos del consumidor y del productor, de aceptar o rechazar incorrectamente un lote, en cualquier nivel de calidad.

A menudo, el riesgo del productor se establece en el 5 %, lo que significa que la probabilidad de rechazar un lote con calidad del riesgo del productor será de cinco como máximo. De igual forma, el riesgo del consumidor se suele establecer en un 10 %, lo que significa que la probabilidad de aceptar un lote con calidad de riesgo del consumidor será de 10 como máximo. Si se modifica alguno de los cuatro parámetros, el control de los riesgos del productor y el consumidor cambiará.

En ciertas situaciones, como en el caso de las características relacionadas con la inocuidad alimentaria donde el control del riesgo del consumidor es de suma importancia, tal vez no sea apropiado tomar en consideración el riesgo del productor en la elaboración de los planes de muestreo. Ello da lugar a dos opciones para la especificación de los riesgos.

Opción 1: Planes que permiten controlar de forma explícita tanto el riesgo del consumidor como el del productor:

- se indican la calidad del riesgo del productor y la calidad del riesgo del consumidor, junto con las respectivas probabilidades permisibles de rechazo incorrecto (riesgo del productor) y aceptación incorrecta (riesgo del consumidor).

Opción 2: Planes que solo permiten controlar de forma explícita el riesgo del consumidor:

- planes para la evaluación de lotes formados por elementos discretos.

3.2.2 Adecuación a los fines previstos

Los métodos de muestreo del Codex deben elaborarse de modo que garanticen el uso de procedimientos justos y válidos cuando se analicen alimentos para comprobar si se ajustan o no a una determinada norma del Codex para productosⁱⁱⁱ. Cuando los comités sobre productos hayan incluido planes de muestreo en una norma del Codex para productos, estos deberán remitirse al CCMAS para su aprobación junto con la información pertinente relacionada con el plan de muestreo.

Se aceptan los planes de muestreo de otras fuentes siempre y cuando hayan sido ratificados por el CCMAS.

En los *Principios para el uso del muestreo y el análisis en el comercio internacional de alimentos* (CXG 83-2013)⁵ se afirma lo siguiente:

“Los procedimientos de muestreo y análisis son aptos para la finalidad en una determinada evaluación de un producto cuando su aplicación con los criterios de decisión pertinentes entraña una probabilidad aceptable de aceptación o rechazo erróneos de un lote o envío”.

Equidad

Con respecto a la equidad, se debe considerar tanto el riesgo del consumidor como al del productor a fin de evitar situaciones como las siguientes:

- Planes de muestreo con una rigurosidad inadecuada, por ejemplo, planes para evaluar la composición que son más estrictos que los de inocuidad alimentaria.
- La posibilidad de que surjan riesgos del productor y del consumidor elevados debido al uso de planes de muestreo no basados en las especificaciones adecuadas de los riesgos admisibles.
- Planes de muestreo no basados en principios estadísticos válidos, por ejemplo, planes especiales o planes que no permiten medir (debidamente) la incertidumbre en la medición.

Asimismo, por razones de equidad, los encargados de elaborar los planes deben tener en cuenta las medidas que el productor puede tener que tomar para garantizar la conformidad, dado que, por lo general, no resulta adecuado que el productor utilice el mismo plan de muestreo que el consumidor.

Al seleccionar un plan de muestreo, se debe asegurar que los productores no se vean expuestos a costos excesivos en términos de muestreo y análisis, pérdida de rentabilidad o rechazo excesivo de sus productos a fin de lograr la conformidad.

Practicabilidad

Es importante garantizar que todo plan de muestreo elegido será práctico debido al bajo costo de muestreo y análisis y la facilidad de uso.

Se pueden usar otras estrategias para elaborar planes de muestreo que sean más económicos en términos de muestreo y análisis, a saber:

- la gestión de las tasas medias de no conformidad en el medio y largo plazo, en lugar de posiblemente pagar un alto precio en términos de costos de análisis por unos niveles de garantía elevados para cada lote;
- el uso de planes de “indiferencia” que estén elaborados en torno al “nivel de calidad de indiferencia”, esto es, el nivel de defectos en el que hay un 50 % de aceptación, en lugar de basarse en los niveles de calidad de riesgo del productor y de riesgo del consumidor. Esto da lugar a planes con tamaños de muestras más manejables;

ⁱⁱⁱ Sección 2: Elaboración de los textos del Codex: Principios para el establecimiento o la selección de directrices del Codex para el muestreo: Finalidad de los métodos de muestreo del Codex (*Manual de procedimiento del Codex*, última edición).

- la posibilidad de utilizar compensaciones, que a veces se denominan bandas de seguridad o amortiguadores, entre los límites utilizados en los criterios de aceptación y los límites reales de especificación para una disposición, a fin de reducir el riesgo del consumidor y la cantidad de muestras que pueda ser injustificadamente elevada. No obstante, las compensaciones se deberían utilizar con cautela en interés de la equidad respecto de los productores.

3.2.3 Límites de especificación

Para una característica dada, se podrá expresar un límite de especificación como un límite mínimo o máximo (o ambos) aplicado a cada uno de los elementos de un lote o al promedio.

Los límites de especificación deben aplicarse a los valores “verdaderos” de las características, no a las mediciones en sí mismas. De ello se deduce que las evaluaciones de conformidad de un lote también se deben llevar a cabo en relación con los valores “verdaderos” de la característica del lote (véase la Sección 5.2.1).

Compensaciones

Es importante tener en cuenta si un límite de especificación determinado tiene una compensación integrada y si dicha compensación refleja la incertidumbre en la medición asociada a un plan de muestreo particular, que pueda incluir tanto incertidumbres analíticas como de muestreo.

Muchas disposiciones sobre contaminantes químicos y microbiológicos tienen compensaciones integradas entre los límites de especificación y los niveles de contaminación en los que el consumo de los alimentos puede volverse inseguro. En tales casos, tal vez no sea necesario elaborar planes que proporcionen un alto grado de protección frente a la posibilidad de superar los límites, puesto que el riesgo del consumidor ya está bien controlado por estas compensaciones.

La utilización de compensaciones permite reducir el tamaño de la muestra; por ejemplo, si bien se necesita un tamaño de muestra grande para mostrar que un lote no contiene más de un 1 % de producto no conforme, se requiere un tamaño de muestra mucho menor para mostrar que no más del 10 % del producto del lote supera un límite ajustado.

3.2.4 Homogeneidad de los lotes

Por lo general, los planes de muestreo de aceptación se basan en el supuesto de que los lotes son homogéneos; de hecho, la definición internacional de lote es “la cantidad de producto producida en condiciones que se suponen uniformes”.

En estas directrices, el término “homogéneo” no significa que la característica de interés no varía dentro del lote. Por el contrario, significa que es posible determinar la variación de la característica de interés en el lote mediante una única desviación estándar. La homogeneidad solo es aplicable a los planes por variables.

Al considerar la homogeneidad, es necesario distinguir entre:

- el tipo (forma) de distribución (por ejemplo, una distribución “normal”);
- la “distribución espacial” de la característica dentro del lote.

Si el lote está compuesto por elementos discretos y si se utiliza el muestreo aleatorio (según se recomienda para todos los planes en estas directrices), la distribución espacial carece de importancia y el lote no siempre se podrá considerar homogéneo.

Por este motivo, si no existe información previa sobre la distribución espacial, se deberá realizar un muestreo aleatorio.

Por otro lado, si la información previa indica que la distribución espacial de la característica dentro del lote es aleatoria, no será necesario realizar un muestreo aleatorio. Este caso corresponde tal vez al entendimiento intuitivo de lo que significa la homogeneidad en el contexto del muestreo de aceptación.

Si no se puede realizar el muestreo aleatorio, el lote solo se podrá considerar homogéneo en la medida en que la distribución espacial sea aleatoria. En este sentido, si no se puede realizar el muestreo aleatorio, la homogeneidad del lote dependerá de la distribución espacial.

En el caso de algunos lotes de producto a granel, la heterogeneidad significa que se deben tomar muestras de varios segmentos.

En las secciones 4.4 y 6.2 se proporciona orientación adicional referente a la inspección de lotes heterogéneos de productos a granel o de elementos discretos, respectivamente.

3.2.5 Distribución de la característica

Las opciones para los planes de muestreo dependen de si los resultados analíticos son mediciones (datos variables) o tienen resultados nominales (datos de atributos). En algunas ocasiones, los datos variables se pueden clasificar como resultados binarios, pero esto solo debe hacerse tras haber considerado atentamente las opciones de muestreo disponibles, ya que el tamaño de muestra para la inspección por atributos puede ser mucho mayor que para los datos variables.

En el caso de los datos variables, debe especificarse también la supuesta distribución estadística de las mediciones en el lote, si la característica tiene una distribución normal, una proporción composicional, o sigue alguna otra distribución. Si no es posible hacer ninguna suposición referente a la distribución de los datos, los resultados se podrán clasificar como atributos (siempre y cuando la incertidumbre en la medición sea insignificante [consúltese la Sección 3.2.8] o se podrán utilizar planes basados en la no conformidad fraccional (siempre y cuando la incertidumbre en la medición no sea insignificante [consúltese la Sección 5.2.6]).

Sin embargo, la característica no ha de seguir exactamente la distribución supuesta (y, en cualquier caso, es difícil comprobar la que se sigue una distribución a partir de muestras pequeñas). En la práctica, es suficiente con que la distribución supuesta proporcione un modelo satisfactorio del comportamiento de la característica en el lote. Sin embargo, si la distribución real en el lote es muy distinta de la distribución supuesta, es posible que los riesgos del productor y el consumidor superen los niveles permitidos que se indican en la elaboración del plan.

El supuesto típico que figura “por defecto” en los planes por variables es que la característica sigue una distribución normal.

Cabe señalar que, en el caso de los planes por atributos, la distribución binomial siempre está disponible como supuesto por defecto y que las desviaciones de este supuesto respecto del tipo (forma) de distribución influirán muy poco en los riesgos del productor y el consumidor.

En las secciones 4.4 y 6.2 se proporciona orientación adicional referente a la inspección de lotes heterogéneos de productos a granel o de elementos discretos, respectivamente.

Conocimientos previos de la distribución de una característica

En el muestreo de aceptación, la aceptación o el rechazo de un lote se decide a partir de una muestra (el conjunto de elementos individuales o incrementos tomados del lote). La relación existente entre la probabilidad de aceptación (tras la aplicación de un plan de muestreo dado) y el nivel de calidad del lote se determina sobre la base de los conocimientos previos sobre la distribución de la característica en el lote.

Ello significa que los conocimientos previos se requieren “incluso en relación con la inspección de lotes aislados”. Dicho de otra forma, la inspección de lotes aislados no significa que no se disponga de información previa. Al contrario, la información previa se necesita siempre. A veces, esta información toma la forma de supuestos (tácitos) basados en la experiencia adquirida y el dictamen de expertos. Por ejemplo, el supuesto típico que figura “por defecto” en los planes por variables es que una característica sigue una distribución normal.

Si la distribución real en el lote es muy distinta de la distribución supuesta, es posible que los riesgos del productor y el consumidor superen los niveles permitidos que se indican en la elaboración del plan. Existen dos maneras en que la distribución real puede diferir de la distribución que se ha supuesto sobre la base de los conocimientos previos, a saber:

- el tipo (forma) de distribución. Por ejemplo, el supuesto es que la distribución es normal, pero, en realidad, es logarítmica normal;
- los parámetros de la distribución. Por ejemplo, se supone que la desviación estándar del lote es la misma que la del proceso (subyacente), pero, en realidad, es el doble.

Cabe señalar que, en el caso de los planes por atributos, la distribución binomial siempre está disponible como supuesto por defecto y que las desviaciones de este supuesto respecto del tipo (forma) de distribución influirán muy poco en los riesgos del productor y el consumidor.

3.2.6 Desviación estándar del lote

En el contexto de estas directrices, la población objeto de consideración es el propio lote y no el proceso subyacente. Por este motivo, la importancia de la desviación estándar del *proceso* σ en las normas ISO 3951 Error! Marcador no definido. la tiene ahora la desviación estándar del lote. La desviación estándar del lote se puede representar con su valor verdadero σ (sigma) o con una estimación (a menudo denominada s) de σ .

La desviación estándar del lote solo reviste interés para los planes por variables, en particular para características con una distribución normal o que siguen distribuciones, como la logarítmica normal^{iv}, que están relacionadas con la distribución normal.

Respecto de una característica dada, la desviación estándar del lote es una medida de la variación aleatoria de la característica dentro del lote objeto de inspección. Sin embargo, su estimación podrá verse afectada por los componentes de la incertidumbre analítica o de muestreo.

Cabe esperar que, en el caso de lotes aislados, la desviación estándar de lote generalmente se calcule a partir de los resultados analíticos obtenidos durante la inspección. Sin embargo, a veces la desviación estándar puede ser conocida, especialmente si el lote ha sido producido mediante un proceso con una desviación estándar conocida. Esta se puede adoptar como la desviación estándar del lote. En estos casos, el tamaño de la muestra del plan de muestreo se puede reducir considerablemente.

Si se conoce la desviación estándar del proceso, es importante considerar si se ha obtenido a partir de un número de datos suficientemente grande, a fin de asegurar que proporciona una caracterización fiable de la variación dentro del proceso.

Nota: en el muestreo de aceptación, la desviación estándar del lote siempre se basa en una muestra aleatoria simple. No obstante, en principio, se pueden aplicar otros procedimientos de muestreo, como los descritos en el Anexo C.2 de la guía de EURACHEM^v/CITAC titulada Incertidumbre de medición derivada del muestreo⁶. En esta guía se describen varios procedimientos para calcular la incertidumbre del muestreo. No se describen procedimientos para el muestreo de aceptación.

3.2.7 Incertidumbre en la medición

En lo concerniente a las inspecciones de lotes, es importante determinar si los componentes analíticos de la incertidumbre en la medición, incluida la incertidumbre derivada de la toma de submuestras a partir de la muestra de laboratorio (véase la Sección 5.2.6), se pueden considerar insignificantes. Esto se hace generalmente considerando el cociente entre la incertidumbre analítica y la desviación estándar del lote. Si el componente analítico de la incertidumbre en la medición no puede considerarse insignificante, deberá tomarse en consideración en el criterio de aceptación.

En la Sección 5 se examina más detalladamente la introducción en el muestreo de aceptación de un ajuste para tener en cuenta el componente analítico de la incertidumbre en la medición.

La desviación estándar del lote ya representa la variación de la característica de interés en el lote y cualquier otra incertidumbre derivada del procedimiento de muestreo. Por este motivo, al determinar si un ajuste es necesario, solo se debe considerar el componente analítico de la incertidumbre en la medición.

El término “error de medición” no se debe utilizar, ya que ha sido sustituido por la incertidumbre en la que se centran las normas y directrices del JGCM^{vi}, la ISO y EURACHEM^{vii}, tal como se refleja en las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición (CXG 54-2004)*⁶ y que se ha adoptado en las presentes directrices.

3.2.8 Tamaño del lote

El tamaño del lote no es, por lo general, un componente necesario para la elaboración de planes de muestreo destinados a controlar los riesgos del consumidor y del productor en el muestreo de aceptación. Sin embargo, en los planes por atributos aplicados a lotes pequeños sí se debe especificar el tamaño del lote, que es un componente de los planes de muestreo descritos en las normas ISO 2859⁴ e ISO 3951⁵ (véanse las secciones 4.2.3 y 4.3.4 y el Apéndice II).

^{iv} En el caso de las características con una distribución logarítmica normal, los logaritmos de las “mediciones” siguen una distribución normal.

^v Una red de organizaciones en Europa con el objetivo de establecer un sistema de trazabilidad internacional de las mediciones químicas y la promoción de prácticas de buena calidad.

^{vi} Comité Conjunto de Guías de Metrología (JCGM).

^{vii} Véase la nota v.

4 Planes de muestreo

4.1 Selección de planes de muestreo

En el cuadro siguiente se proporciona orientación relativa a las secciones pertinentes de las presentes directrices.

Cuadro 2: Orientación relativa a la parte pertinente para la selección de planes de muestreo

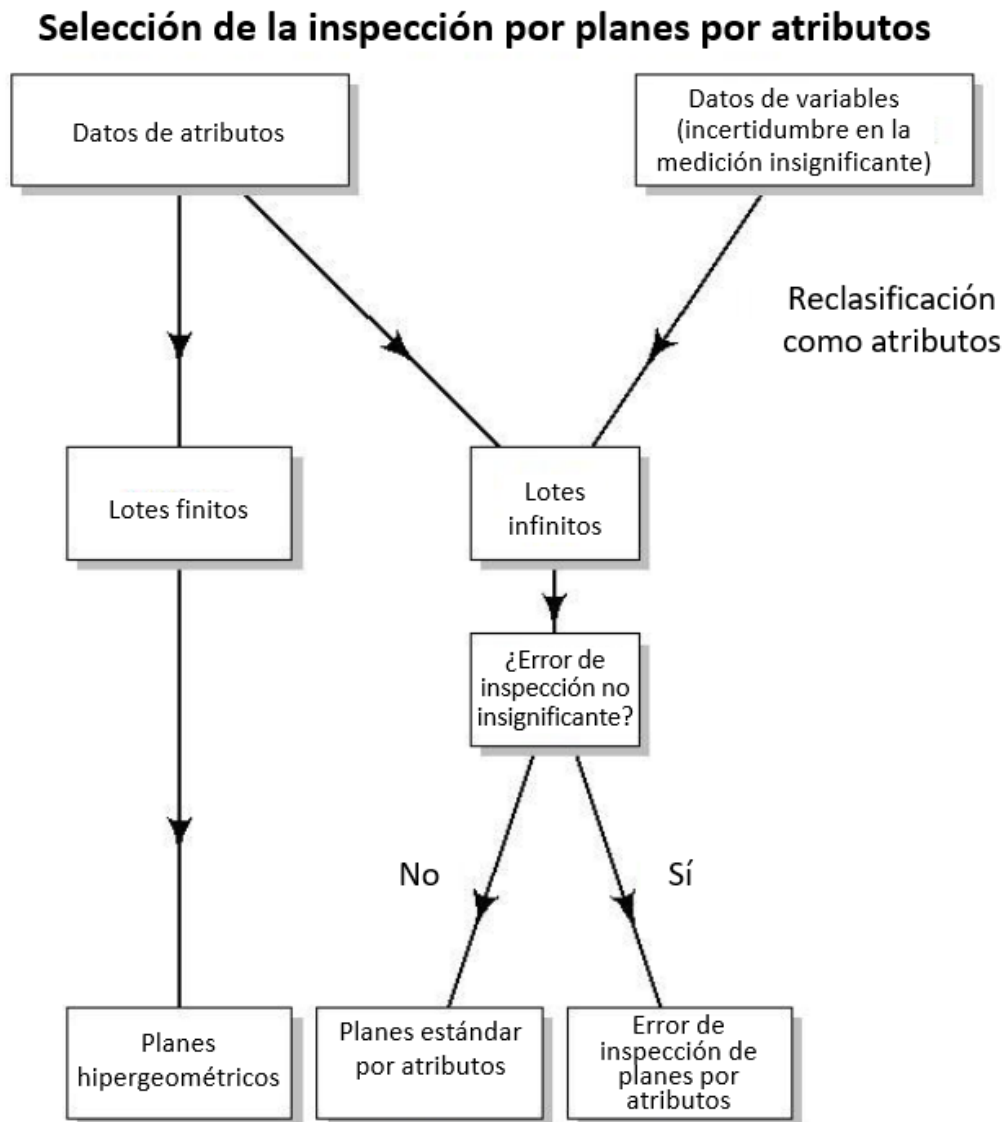
Lotes homogéneos				
Tipo de datos	Naturaleza de la disposición	Distribución	Incertidumbre en la medición insignificante	Incertidumbre de la medición no insignificante
Atributos	Mínimo o máximo	No aplicable	Planes de inspección por atributos (Sección 4.2) Apéndice II Cuadro 8.4.1	Errores de inspección conocidos (Sección 5.1.1)
Variables	Mínimo o máximo	Normal	Planes de inspección por variables (Sección 4.3) Apéndice II Cuadro 8.4.2	Error de repetibilidad (sin sesgo de laboratorio) (Sección 5.2.6)
				Incertidumbre en la medición general (Secciones 5.2.5, 5.2.7 y 5.2.8)
				Planes de no conformidad fraccional (Sección 5.2.8)
	Mínimo o máximo	No normal	Clasificación por atributos (Sección 4.3.3)	Planes de no conformidad fraccional (Sección 5.2.8)
Variables	Mínimo o máximo	Proporciones composicionales	Planes para proporciones composicionales (Sección 4.4.10)	No incluida
	Nivel medio	No aplicable	Planes para el nivel medio (Sección 4.3.5)	No incluida
Lotes heterogéneos (productos a granel)				
Atributos	Mínimo o máximo	(en blanco)	Planes por atributos (Sección 4.4.6)	
Variables	Mínimo o máximo	(en blanco)	Planes por variables (Sección 4.4.9)	
	Nivel medio	No aplicable	Planes para el nivel medio (Sección 4.4.8)	

4.2 Planes de inspección por atributos

4.2.1 Introducción

Estos planes se suelen denominar “planes de muestreo por atributos”. Constituyen el tipo más elemental de plan de muestreo simple porque los resultados de la inspección se clasifican en dos posibles categorías: conforme o no conforme. Debido a que son aplicables a todas las situaciones de muestreo, se han convertido en la referencia con la que se pueden comparar todos los demás planes de muestreo.

En el siguiente diagrama se muestra el proceso de selección de los planes de muestreo por atributos, puesto que depende del tipo de datos y la naturaleza del lote.



4.2.2 Planes por atributos de dos clases

Los planes por atributos de dos clases se indican mediante dos números: el tamaño de la muestra n , o sea, el número de elementos que se tomarán del lote objeto de inspección, y el número de aceptación c , es decir, el número máximo de elementos no conformes permitidos en la muestra para la aceptación del lote. Si el número de elementos no conformes hallados en la muestra es inferior o igual a c , el lote puede ser aceptado. Si el número de elementos no conformes encontrados es mayor que c , el lote se rechaza. En su forma más general, el número de muestras n y el número de aceptación c de estos planes se determinan a partir de las especificaciones de los riesgos del consumidor y del productor permisibles. Cabe señalar que c no debe ser cero.

Estos planes se pueden emplear, bien para lotes aislados, bien para una serie continua de lotes compuestos por elementos discretos o por productos a granel.

4.2.3 Normas ISO: planes por atributos

En la serie de normas ISO 2859⁴ se proporcionan planes de muestreo que están regidos por la calidad del riesgo del consumidor o la calidad del riesgo del productor. En estas normas, el tamaño del lote es un componente de los planes de muestreo, ya que el tamaño de la muestra depende del tamaño del lote.

Los planes que figuran en la norma ISO 2859-2⁷ regidos por la calidad del riesgo del consumidor y están dirigidos a la inspección de lotes aislados compuestos por elementos discretos. Estos planes son adecuados para su aplicación en el ámbito de la inocuidad alimentaria cuando no sea apropiado controlar de forma expresa los riesgos del productor en la elaboración de los planes.

El Apéndice II contiene cuadros de los planes de inspección por atributos que figuran en la norma ISO 2859-1⁴. Estos planes se rigen por la calidad del riesgo del productor.

4.2.4 Planes para lotes pequeños (basados en la distribución hipergeométrica)

Si el tamaño de la muestra es grande en relación con el tamaño del lote, se podrá reducir el número de muestras. Como norma, esta reducción se podrá llevar a cabo si el número de elementos, calculado suponiendo un tamaño de lote infinito, supera el 10 % del tamaño del lote. En el caso de los lotes que se suponen infinitos, los planes de muestreo basados en la distribución hipergeométrica son los mismos que los planes generales de dos clases basados en la distribución binomial.

4.2.5 Planes con número de aceptación cero

Los planes con número de aceptación cero constituyen un caso especial de planes de dos clases en los que los números de aceptación se establecen como $c = 0$. Se utilizan en situaciones más críticas, por ejemplo, ante la presencia de patógenos o de materia extraña, donde solo se considera directamente el riesgo del consumidor y la aceptación de los lotes exige que no se hallen elementos no conformes en la inspección.

No obstante, el hecho de que no se hayan encontrado elementos no conformes no significa que estos no estén presentes en lotes que hayan pasado la inspección. Una desventaja de los planes con número de aceptación cero es que no discriminan bien entre lotes de buena y mala calidad, por lo que pueden no ser aplicables en general. Los números de muestra bajos, generalmente empleados para aplicaciones microbiológicas, permiten asegurar altos niveles de protección al consumidor debido a las compensaciones entre los límites utilizados en esos planes y los niveles de contaminación en los que los alimentos pueden volverse inseguros (véase la Sección 3.2.4).

También se pueden elaborar planes con número de aceptación cero para lotes finitos basados en la distribución hipergeométrica.

4.2.6 Planes por atributos de tres clases

En estos planes, los resultados de la inspección se clasifican en tres clases, generalmente denominados “buenos”, “marginales” y “deficientes” (o “inaceptables”). Este tipo de plan se usa con frecuencia en evaluaciones microbiológicas. En comparación con los planes de dos clases, tienen la ventaja de proporcionar una mejor discriminación entre calidad buena y mala; para un mismo número de muestras tienen curvas características operativas “más pronunciadas” que los planes de dos clases.

Los planes de tres clases se definen mediante cuatro números (n , c , m , M) donde:

- n es el número de muestras tomadas;
- c es el número máximo de muestras “marginales” permitido para la aceptación del lote;
- m es el límite que separa las muestras de buena calidad y las muestras marginales;
- M es el límite por encima del cual las muestras se clasifican como “deficientes”;
- las muestras cuyos resultados se encuentran entre los números m y M se clasifican como marginales.

Se aceptan los lotes siempre que:

- ninguna de las n muestras sea deficiente, con niveles superiores a M ;
- la mayoría de las muestras c sean marginales, con niveles entre m y M .

Si $m = M$, un plan de tres clases se convierte en un plan de dos clases.

La evaluación de estos planes generalmente requiere un supuesto sobre la distribución subyacente de la característica determinada, tal como la distribución logarítmica normal para los parámetros microbiológicos. Esto también podría aplicarse a los planes de dos clases, especialmente a los planes microbiológicos.

Se pueden elaborar planes de tres clases para lotes finitos basados en la distribución hipergeométrica.

4.2.7 Planes para datos variables cuando se desconoce una distribución adecuada

Si no se conoce la distribución subyacente de una característica objeto de medición dentro de un lote y no estamos dispuestos a suponer que la característica pueda describirse adecuadamente mediante la distribución normal o cualquier otra distribución, el único recurso disponible es clasificar los resultados como conformes o no conformes respecto del límite de especificación y utilizar planes por atributos. Cabe observar que este enfoque solo debe utilizarse cuando la incertidumbre en la medición sea insignificante.

4.2.8 Planes por atributos para características múltiples

Los planes por atributos pueden aplicarse fácilmente a características múltiples clasificando los elementos inspeccionados como no conformes si alguna de las características individuales no es conforme.

Obviamente, solo tiene sentido aplicar un plan a características múltiples si las características individuales presentan un nivel de “rigurosidad” similar, es decir, si en caso de inspeccionarse por separado, se utilizarían los mismos planes u otros similares. En comparación con el uso de planes individuales, estos planes tienen la ventaja de permitir un mejor control del riesgo del productor, es decir, del rechazo erróneo de lotes de buena calidad.

4.3 Planes de inspección por variables

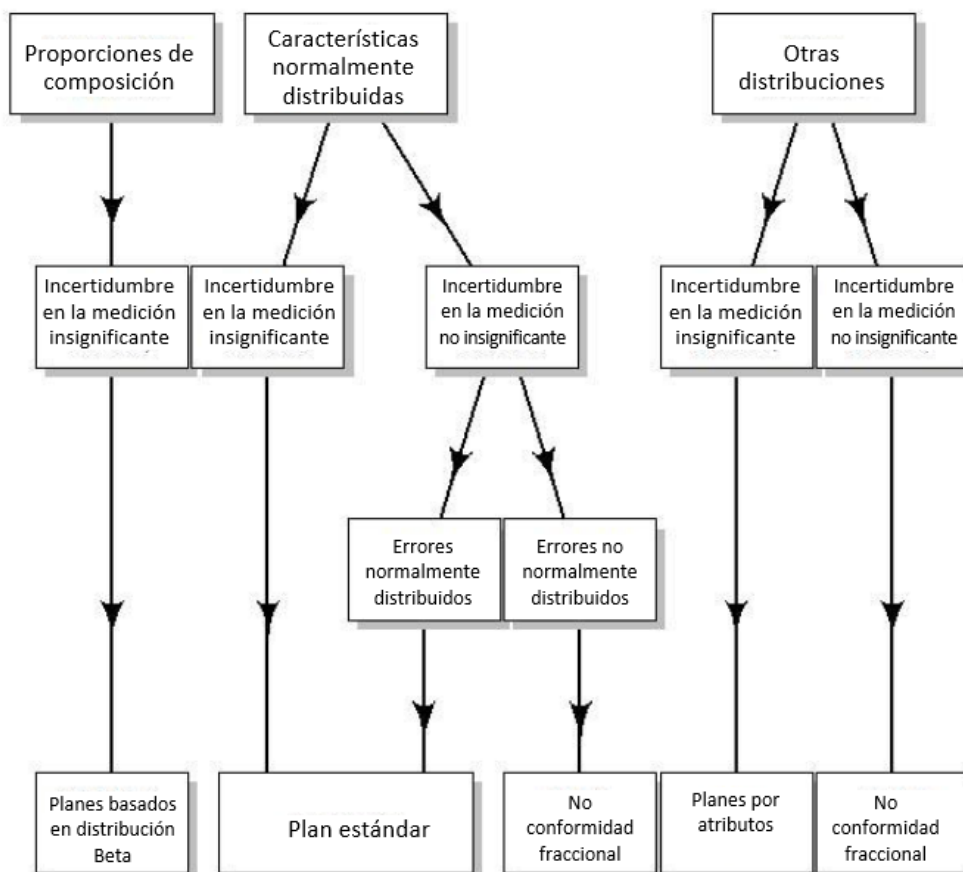
4.3.1 Introducción

Si se conoce la distribución subyacente de una característica objeto de medición, el muestreo de aceptación puede llevarse a cabo directamente sobre las mediciones mismas. Ello a menudo permite reducir considerablemente el tamaño de la muestra.

En el caso de los planes por variables, es necesario hacer un supuesto referente a la distribución de la característica dentro del lote. Pese a que habitualmente se adopta la distribución normal (gaussiana), para proporciones composicionales en productos a granel, la distribución beta es más apropiada (aunque la distribución normal puede servir como una aproximación).

En el siguiente diagrama se muestra el proceso de selección de planes de muestreo por variables:

Selección de la inspección por planes por variables – Características homogéneas



4.3.2 Ventajas y desventajas de los planes por variables

Las ventajas de los planes de muestreo por variables son:

- ofrecen la misma protección con un tamaño de muestra menor que el requerido para los planes por atributos;
- hay retroalimentación de datos sobre el proceso que produjo las unidades;
- hay más información disponible en situaciones de exención;

- se tiene en cuenta el grado de conformidad de cada unidad en la aplicación del plan.

Las desventajas son:

- el resultado depende de la idoneidad de la distribución subyacente, de que la distribución estadística supuesta proporcione una descripción satisfactoria del comportamiento de la característica dentro del lote;
- solo son aplicables a una característica a la vez;
- puede haber un costo de inspección más alto por unidad;
- un lote sin unidades no conformes puede ser rechazado por un plan por variables, lo cual puede ocurrir cuando el nivel medio se encuentra demasiado cerca del límite de especificación, cuantificado en función de la variación en el lote (desviación estándar del lote);
- existe la posibilidad de que no se encuentren unidades no conformes que mostrar al productor tras el rechazo.

4.3.3 Planes por variables

Los planes de muestreo por variables se definen mediante dos números: el tamaño de la muestra n , o sea, el número de elementos tomados del lote objeto de inspección, y la constante de aceptabilidad k , es decir, el multiplicador de la desviación estándar S del lote en el criterio de aceptación.

Se acepta el lote si $\bar{X} + kS \leq U$ para un límite de especificación superior U o si $\bar{X} - kS \geq L$ para un límite inferior L .

4.3.4 Normas ISO: planes por variables

En las normas ISO 3951⁸ se proporcionan planes de muestreo que están regidos por la calidad del riesgo del consumidor o la calidad del riesgo del productor. En estas normas, el tamaño del lote es un componente de los planes de muestreo, ya que el tamaño de la muestra depende del tamaño del lote.

Los planes de las normas ISO están regidos por la calidad del riesgo del consumidor y están dirigidos a la inspección de lotes homogéneos aislados compuestos por elementos discretos. Estos planes son más adecuados para las disposiciones relativas a la inocuidad alimentaria cuando no es apropiado controlar de forma expresa los riesgos del productor en la elaboración de los planes.

El Apéndice II contiene cuadros de los planes de inspección por variables que figuran en la norma ISO 3951-1⁵. Estos planes están regidos por la calidad del riesgo del productor.

La norma ISO 3951-6⁸ también contiene procedimientos para los casos en que la incertidumbre en la medición no es insignificante. Esto se trata con más detalle en la Sección 5.

4.3.5 Planes para el nivel medio del lote

En algunos casos, como el del peso neto de los envases, se aplica un límite al nivel medio, con la intención de que el nivel medio del lote no sea inferior al límite. En el Codex, aunque se usa un ejemplo de planes de muestreo para productos a granel, los planes para la determinación del contenido de aflatoxinas también se basan en el cumplimiento del nivel medio. Este es un ejemplo de la utilización de compensaciones (véase la Sección 3.2.3).

Por lo general, se supone que la característica de calidad se distribuye normalmente; la idoneidad de la distribución es menos crítica cuando se evalúa el cumplimiento del nivel medio. También se suele suponer que existe un único límite de especificación, ya sea un límite de especificación inferior, L o un límite de especificación superior, U .

Cuando la desviación estándar del lote σ se conoce a partir de los datos históricos del proceso, el plan de inspección para comprobar si el nivel medio cumple el límite mínimo L se ejecuta de la siguiente manera:

1. se toma una muestra aleatoria de tamaño n y se obtiene la media de la muestra;
2. se calcula $A = L + k \times \sigma$;
3. si la media de la muestra $\bar{x} > A$, se acepta el lote; de lo contrario, el lote se rechaza.

Los parámetros del plan son n y k . Obsérvese que k no indica la misma cantidad que en los planes por variables habituales. Cuando se desconoce la desviación estándar del lote σ , se reemplaza por la desviación estándar de la muestra s . La curva característica operativa para este plan es menos discriminatoria que cuando se conoce la desviación estándar σ , y se requerirá un tamaño de muestra mayor para proporcionar una discriminación equivalente a la proporcionada cuando se conoce la desviación estándar.

4.4 Muestreo de productos a granel

4.4.1 Introducción

Los productos a granel son productos continuos, constituidos, por ejemplo, por partículas de diferentes densidades y tamaños. No es posible considerar un lote de un producto a granel como un conjunto de elementos discretos porque no hay manera de seleccionar los elementos de una forma que no esté sesgada cuando se utiliza un muestreo aleatorio simple.

Algunos objetivos generales del muestreo de productos a granel son:

- la aceptación de lote en lote;
- la caracterización del producto según su categoría^{viii}, la necesidad de procesamiento adicional y su destino;
- la determinación del peso o contenido a efectos de pago;
- la determinación de las propiedades que deben conocerse para que el uso final sea apropiado;
- la realización de experimentos y análisis para determinar otros procedimientos de muestreo y usos del producto.

Las unidades de muestreo se crean en el momento del muestreo mediante algún tipo de dispositivo de muestreo. Las unidades de muestreo cambian dependiendo de diferentes factores, como la forma en que se emplea el dispositivo y las condiciones en las que se utiliza el dispositivo.

En el muestreo de productos a granel, se considera que los lotes están compuestos por segmentos mutuamente excluyentes.

Algunas veces los segmentos son obvios, como cuando el producto se presenta en cajas o bolsas.

Otras veces, los segmentos no son obvios, por lo que deben crearse artificialmente. Una forma de hacerlo es superponiendo cuadrículas imaginarias sobre el producto.

4.4.2 Teoría del muestreo

La teoría del muestreo ofrece un enfoque integral para la elaboración de procedimientos de muestreo, los cuales tienen como objetivo obtener una muestra para el análisis de laboratorio cuya composición sea una estimación no sesgada del nivel medio de un lote. Sin embargo, esta muestra no sería útil por sí misma para evaluar la conformidad de un lote con los límites mínimos o máximos de especificación, ya que se requiere un ajuste adicional para compensar la variación existente en el lote y posibilitar la realización de dichas evaluaciones.

4.4.3 Terminología

La naturaleza especial del muestreo de productos a granel ha dado lugar al uso de una terminología específica, aunque varía dependiendo de los diferentes ámbitos, del autor y también del comité del Codex. En la *Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos* (CXS 193-1995)¹¹ se usa la terminología siguiente.

Cuadro 3: Terminología relativa a los productos a granel para los planes de muestreo

Lote	Cantidad identificable de un producto alimentario recibido en una entrega y que, según determina el oficial, tiene características comunes, como el origen, la variedad, el tipo de envasado, el envasador, el expedidor o las indicaciones.
Sublote	Parte designada de un lote grande a la que se aplicará el método de muestreo. Cada sublote deberá estar físicamente separado de los demás y ser identificable
Plan de muestreo	Se define por un procedimiento analítico y un límite de aceptación y rechazo. Los procedimientos analíticos constan de tres pasos: la selección de la muestra, la preparación de la muestra y la cuantificación. El límite de aceptación y rechazo es una tolerancia generalmente igual al nivel máximo del Codex.

^{viii} Los alimentos y otros materiales se suelen clasificar en función de su calidad; a veces los distintos niveles de calidad se conocen como clases/categorías.

Muestra incremental	La cantidad de producto extraído de un único sitio al azar del lote o sublote.
Muestra total	El total combinado de todas las muestras incrementales extraídas del lote o sublote.
Muestra de laboratorio	La menor cantidad de un producto alimenticio molido u homogeneizado en un dispositivo apropiado. La muestra de laboratorio puede ser una porción de la muestra total o la muestra total entera. Si la muestra total es mayor que la muestra de laboratorio, esta se eliminará al azar de la muestra total a fin de asegurar que la muestra de laboratorio sigue siendo representativa del sublote analizado.
Porción analítica	Una porción de la muestra de laboratorio molida u homogeneizada. Toda la muestra de laboratorio se deberá moler u homogeneizar en un dispositivo apropiado. Se extraerá aleatoriamente una porción de la muestra de laboratorio molida u homogeneizada para analizarla.

4.4.4 Elaboración de planes generales de muestreo de productos a granel

En el caso más simple, como la inspección de productos a granel manufacturados, los lotes a menudo se pueden considerar homogéneos, lo que permite utilizar los planes estándar de inspección por atributos o variables, haciendo ajustes para tener en cuenta la incertidumbre en la medición analítica cuando proceda.

Por otro lado, algunos productos a granel, como las partidas de cereales y otras materias primas, no se pueden considerar homogéneos (véase la Sección 3.2.7). Se requieren técnicas especiales para esta situación, pero los métodos estadísticos son complejos y en estas Directrices solo se proporciona una descripción general.

Es difícil verificar la homogeneidad de los lotes de productos a granel y, por lo general, se requiere un gran número de muestras. Además, con frecuencia resulta difícil realizar un muestreo aleatorio a partir de un lote entero de producto a granel. Como precaución, cuando no sea posible suponer o comprobar la homogeneidad de un lote, este se deberá tratar como si no fuera homogéneo.

El enfoque general para muestrear lotes heterogéneos de productos a granel es que un lote se considera un conjunto de segmentos (estratos) más pequeños, cada uno de los cuales es más homogéneo que el lote completo. Esto permite que los procedimientos de muestreo habituales basados en muestras aleatorias se apliquen dentro de cada segmento, ya que la heterogeneidad ahí tendrá un efecto menor.

El procedimiento básico de muestreo e inspección se puede describir de la siguiente manera:

- se eligen aleatoriamente los segmentos de los que se deben tomar los incrementos;
- se eligen varios incrementos al azar de cada segmento elegido;
- los incrementos de cada segmento se pueden combinar a veces para formar una muestra compuesta, que se mezcla concienzudamente;
- se toma una o más submuestras de cada muestra compuesta;
- se analizan estas submuestras;
- se decide la aceptabilidad del lote sobre la base de un criterio de aceptación.

4.4.5 Planes por atributos para productos a granel

En la elaboración de planes por atributos para productos a granel deben tenerse en cuenta los siguientes aspectos:

- habrá heterogeneidad y, por lo tanto, los planes estándar de muestreo por atributos para lotes homogéneos no serán apropiados, ya que no ofrecen una protección adecuada para los consumidores;
- la heterogeneidad puede resolverse o bien teniendo en cuenta la correlación dentro del lote cuando se elabora el plan de muestreo o bien dividiendo el lote en segmentos más homogéneos y utilizando técnicas de muestreo estratificado. En cualquiera de los dos casos, se necesita un estudio preliminar para estimar la correlación y la variación entre los segmentos;
- los planes propuestos deben ser validados utilizando diferentes modelos estadísticos para el comportamiento del nivel de no conformidad dentro del lote, a fin de asegurar la robustez frente a diferentes niveles de correlación.

4.4.6 Planes por variables para productos a granel

Normalmente, la variación total observada dentro de un lote de productos a granel consta de varios componentes debido a la variación existente entre los segmentos y dentro de los mismos, a la preparación de la muestra (por ejemplo, el submuestreo), la realización del análisis y otras causas.

Los planes de muestreo para productos a granel, especialmente los planes de costo óptimo, pueden elaborarse de manera más eficaz con el conocimiento previo de los diferentes componentes de variación que existen dentro de los lotes. Es deseable que se lleve a cabo una investigación preliminar de la variación antes de elaborar cualquier plan.

Se recomienda disponer de un mínimo de 10 muestras por segmento para estimar la variabilidad dentro del lote, si el criterio de aceptación prevé promediar los resultados de múltiples análisis, las muestras de laboratorio se deberán analizar por lo menos por duplicado para poder estimar el componente de incertidumbre en la medición relacionado con la repetibilidad, a menos que se disponga de una estimación procedente de otras fuentes como un estudio de validación de métodos.

Ejemplo

En la *Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos* (CXS 193-1995)⁹ se muestra el desglose de la variación total de las aflatoxinas en los frutos secos, con especial atención al muestreo y a la preparación y el análisis de la muestra; la variación debida al muestreo incluye tanto la variación entre segmentos como dentro de ellos. Cabe señalar que las disposiciones para las aflatoxinas se expresan en función de los niveles medios en un lote.

Cuadro 1. Variaciones^a asociadas con el procedimiento de prueba de la aflatoxina para cada una de las nueces

Procedimiento de la prueba	Almendras	Avellanas	Pistachos	Nueces brasileñas con cáscara
Muestreo ^{b,c}	$S_s^2 = (7\ 730/ns) 5.759C^{1.561}$	$S_s^2 = (10\ 000/ns) 4.291C^{1.609}$	$S_s^2 = 8\ 000/ns) 7.913C^{1.475}$	$s_s^2 = (1\ 850/ns) 4.8616C^{1.889}$
Preparación de la muestra ^d	$S_{sp}^2 = (100/nss) 0.170C^{1.646}$	$S_{sp}^2 = (50/nss) 0.021C^{1.545}$	$S_{sp}^2 = (25/nss) 2.334C^{1.522}$	$S_{ss}^2 = (50/nss) 0.0306C^{0.632}$
Análítico ^e	$S_a^2 = (1/na) 0.0484C^{2.0}$	$S_a^2 = (1/na) 0.0484C^{2.0}$	$S_a^2 = (1/na) 0.0484C^{2.0}$	experimental $s_a^2 = (1/n) 0.0164C^{1.117}$ or FAPAS $s_a^2 = (1/n) 0.0484C^{2.0}$
Variación total	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$

S_s^2 , S_{sp}^2 y S_a^2 indican la varianza asociada a los pasos de muestreo, preparación de la muestra y análisis, respectivamente.

Un plan de muestreo se define en función del tamaño de la muestra de la muestra de laboratorio "ns", el tamaño de la porción analítica "nss" y el número de alícuotas "na" (esto es, el número de muestras analíticas tomadas de cada submuestra). La información de este cuadro se puede utilizar para elaborar un plan de muestreo óptimo en términos de costo total para un riesgo del consumidor específico a cualquier concentración "C" dada. Obviamente, deben conocerse los costos asociados a cada paso para obtener un plan de costo óptimo.

Dado que los productos a granel son continuos, se pueden mezclar partes de cada muestra para formar una muestra compuesta, que se analizará después una sola vez, en lugar de tener que realizar numerosos análisis de muestras individuales. Esta es una manera física de crear una muestra representativa del contenido medio de un lote o segmento. Este contenido medio provoca una reducción de la variación aparente, lo que significa que puede ser necesario ajustar el criterio de aceptación para las evaluaciones con respecto a los límites mínimos o máximos.

Obsérvese, no obstante que el uso de muestras compuestas añade complejidad a la elaboración de una estrategia general de muestreo debido a la complejidad estadística de elaborar el modelo del proceso de mezcla. Suponer que los compuestos formados por numerosas porciones individuales pueden mezclarse por completo puede ser poco realista.

4.4.7 Planes por variables para el nivel medio

Los planes de muestreo para productos a granel se utilizan a menudo con la finalidad de evaluar la conformidad del nivel medio de una característica. En algunos casos, como en los planes de muestreo para determinar el contenido de aflatoxinas que figuran en la *Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos* (CXS 193-1995)⁹, estos planes se utilizan en combinación con compensaciones (véase la Sección 3.2.3) a fin de proteger al consumidor.

Existen otros procedimientos para la inspección del nivel medio de un lote además de los contenidos en la norma ISO 10725¹⁰ que toman en consideración los costos con el fin de obtener planes que sean económicos de aplicar, si bien es posible que no sean adecuados en los casos en que se requiera una determinación más precisa del nivel medio.

Los planes para la evaluación del nivel medio también pueden aplicarse cuando el producto se homogeneiza mediante mezcla o procesamiento adicional.

4.4.8 Planes por variables para el porcentaje de elementos no conformes (límites mínimo o máximo)

La estrategia es similar a la de la elaboración de planes por variables para la evaluación del nivel medio, excepto que se debe hacer un ajuste adicional para tener en cuenta la variación dentro del lote, obtenible del análisis estadístico descrito en la Sección 4.4.5. Un enfoque más simple consiste en estimar la variación presente en el lote como la variación entre los segmentos, tomando una muestra de cada segmento y analizándola por duplicado a fin de poder introducir el ajuste para tener en cuenta la incertidumbre en la medición, aunque esto no proporcionará ninguna información sobre otros componentes de la variación:

- el criterio de aceptación tiene la misma forma que un plan por variables convencional aplicado a lotes homogéneos;
- el número de muestras n y la constante de aceptabilidad k pueden hallarse mediante ensayo y error, evaluando las probabilidades de aceptación de diversos modelos alternativos para el comportamiento de la característica contenida en el lote. Ello debe tener en cuenta que la formación de los segmentos podría no reflejar la disposición del producto no conforme dentro del lote.

4.4.9 Planes por variables para proporciones composicionales (incertidumbre en la medición insignificante)

Las características composicionales suelen constituir medidas de calidad para los productos a granel. Por ejemplo, el porcentaje de grasa de leche, con un límite mínimo del 26 %, constituye una medida de calidad principal para la leche en polvo^{ix}.

Las proporciones composicionales, también denominadas “fracciones de masa”, se caracterizan porque se expresan en unidades de medida como el porcentaje de masa (mg/kg, µg/100 g y similares), que son, estrictamente hablando, números adimensionales entre 0 y 1.

Se pueden elaborar modelos para las fracciones composicionales utilizando la distribución beta. Los planes de muestreo por variables basados en la distribución normal solo pueden ser aproximados para las proporciones composicionales y pueden dar lugar a un mayor riesgo para el consumidor de lo deseado.

Los planes de muestreo para las proporciones composicionales se definen mediante dos parámetros: m , que es el número de muestras que se tomarán del lote, y k , que es la constante de aceptabilidad definida de la misma manera que para los planes habituales de muestreo por variables. Con el fin de elaborar este tipo de planes, además de la calidad del riesgo del consumidor, la calidad del riesgo del productor, etc., se requiere una estimación del “parámetro de precisión” de la distribución beta, indicado con θ . Esta estimación se puede obtener a partir del análisis de los datos históricos.

Cuando se usan estos planes, las m muestras se toman del lote se pueden analizar individualmente o de manera conjunta (combinadas, bien mezcladas, etc.) para formar una muestra compuesta que solo haya que analizar una vez.

El nivel medio P se toma o bien como la media de los m resultados del análisis de las muestras individuales o bien como el resultado único del análisis de la muestra compuesta.

Una característica de la distribución beta es que su desviación estándar depende del nivel medio, lo que permite realizar una evaluación utilizando un solo análisis de una muestra compuesta tomada del lote. La desviación estándar se calcula mediante la fórmula:

$$s = \sqrt{P(1 - P)/\theta}$$

^{ix} Norma para las leches en polvo y la nata (crema) en polvo (CXS 207-1999).

donde θ es el parámetro de precisión de la distribución beta, estimado a partir de datos históricos (véase más arriba).

El lote se acepta respecto de un límite superior U siempre y cuando $P + k \times s \leq U$ y de manera similar respecto de un límite inferior.

5 Error de inspección e incertidumbre en la medición

El *error de inspección* está relacionado con la inspección por atributos y la incertidumbre en la medición lo está con la inspección por variables.

Cuando la incertidumbre en la medición analítica y el error de inspección no son insignificantes pueden afectar a las probabilidades de aceptación de un plan de muestreo. En consecuencia, en estos casos se deberán tener en cuenta en la inspección por muestreo.

Se ha demostrado que, en la teoría, la incertidumbre en la medición analítica y los errores de inspección afectan al riesgo del productor más que al de consumidor, esto es, el aumento del riesgo del productor (rechazar un lote de calidad aceptable) supera el aumento del riesgo del consumidor (aceptar un lote de calidad inaceptable). Por consiguiente, en favor de la equidad, es importante que se hagan los ajustes apropiados para tener en cuenta los errores medición e inspección que no sean insignificantes.

Los planes de muestreo de aceptación se pueden elaborar para que tengan en cuenta la incertidumbre en la medición analítica y el error de inspección cuando estos no sean insignificantes.

5.1 Planes por atributos

En el contexto de los planes por atributos, el “error de inspección” se refiere a errores aleatorios que consisten en clasificar erróneamente elementos conformes como no conformes y viceversa.

Los errores de inspección ocurren cuando se analiza un elemento para comprobar su conformidad, y pueden ser causados por errores humanos, errores instrumentales o cualquier otro error relacionado con la medición:

Existen dos tipos de error de inspección:

- Los errores de Tipo I (e_1) ocurren cuando los elementos conformes se clasifican como no conformes.
- Los errores de Tipo II (e_2) ocurren cuando los elementos no conformes se clasifican como conformes.

Cuando hay errores de inspección, estos generalmente causan un mayor aumento del riesgo del productor que del riesgo del consumidor. Para un plan de muestreo simple, los errores de Tipo I (e_1) tienen un mayor efecto en la curva característica operativa que los errores de Tipo II (e_2).

La relación entre la fracción verdadera no conforme p y la fracción observada no conforme p_e es la siguiente:

$$p_e = e_1(1 - p) + (1 - e_2)p$$

Las repercusiones de los errores de inspección son particularmente marcadas en los planes con número de aceptación cero.

5.1.1 Errores de inspección conocidos

Si los errores de clasificación son conocidos y se dispone de una estimación precisa de estos, por ejemplo, a partir de un estudio de validación de métodos, las estimaciones de los errores de Tipo I y Tipo II se podrán utilizar para elaborar un plan de muestreo que permita mantener los riesgos del productor y del consumidor en los niveles especificados. Esto conllevará inevitablemente que se tenga que aumentar el tamaño de la muestra.

5.2 Planes por variables

La incertidumbre en la medición proporciona información sobre el intervalo de valores que podrían atribuirse razonablemente al mensurando. Como tal, constituye una importante medida de la calidad o la fiabilidad de un resultado analítico.

En las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* (CXG 54-2004)⁵ encontrará una explicación más completa de la incertidumbre en la medición.

Cabe señalar que el concepto de incertidumbre en la medición tal como se entiende habitualmente (y como se explica en las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* [CXG 54-2004])⁵ **Error! Marcador no definido.** se refiere a una única determinación realizada en una única muestra. Esto es apropiado para la evaluación de la conformidad, pero no para el muestreo de aceptación (véase la Sección 2.2). Lo mismo ocurre con el procedimiento que se ilustra en la Figura 1 de las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* (CXG 54-2004)⁵. En relación con el muestreo de aceptación, es importante tener en cuenta que los distintos

componentes de la incertidumbre en la medición se manifiestan en los procedimientos de muestreo y cálculo utilizados. Esto se aborda a continuación, en la Sección 5.2.4.

Los términos “insignificante” y “no insignificante”^x se emplean para indicar si se deben hacer ajustes o no para tener en cuenta la incertidumbre en la medición en los planes de muestreo de aceptación. En la serie de normas ISO 3951⁸, la incertidumbre en la medición se considera no insignificante si es superior al 10 % de la desviación estándar del *proceso*. En lo que respecta a la inspección de lotes aislados, se puede aplicar el mismo criterio, pero sustituyendo la desviación estándar del *proceso* por la desviación estándar del “lote” (véase la Sección 3.2.6). No obstante, la única manera definitiva de evaluar si se requiere un ajuste para tener en cuenta la incertidumbre en la medición es examinar la curva característica operativa del plan de muestreo propuesto en presencia de la incertidumbre en la medición (véase la Sección 2.3.1).

5.2.1 Incertidumbre en la medición

Con el fin de aclarar la importancia de la incertidumbre en la medición en el muestreo de aceptación, es necesario establecer una distinción entre la incertidumbre en la medición “analítica” y el “componente de muestreo” de la incertidumbre en la medición (total). Empezamos reproduciendo la siguiente definición de la Sección 7 de las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* (CXG 54-2004)⁵:

Una muestra de laboratorio es una muestra preparada (a partir del lote) para su envío al laboratorio y destinada a la inspección o ensayo.

Toda fuente que contribuya a la incertidumbre en la medición antes de que la muestra de laboratorio llegue al laboratorio se puede considerar un componente de la incertidumbre en la medición, a saber:

- el procedimiento de muestreo y su aplicación;
- la variación de la característica de interés dentro del lote;
- la persona o personas que realicen el muestreo;
- los pasos del submuestreo (que dan lugar a la muestra de laboratorio);
- la contribución de las condiciones de almacenamiento y transporte (antes de que la muestra de laboratorio llegue al laboratorio).

Toda fuente que contribuya a la incertidumbre del laboratorio se podrá considerar un componente de la incertidumbre en la medición analítica, por ejemplo:

- los pasos del submuestreo llevados a cabo en la muestra de laboratorio, como tomar una muestra de ensayo, una porción analítica, etc.;
- la preparación de la muestra;
- la contribución de las condiciones de almacenamiento (en el laboratorio);
- los pasos analíticos;
- los procedimientos de laboratorio.

Al determinar la incertidumbre en la medición, es importante tener en cuenta todas las contribuciones importantes, incluidas todas las que procedan del muestreo y el análisis.

Importancia de la incertidumbre en la medición en el muestreo de aceptación

La finalidad del muestreo de aceptación es decidir si se acepta o se rechaza un lote objeto de inspección mediante la aplicación de un criterio de aceptación. La aplicación del criterio de aceptación suele incluir una estimación de la desviación estándar del lote, que es una medida de la variación aleatoria de la característica dentro del lote objeto de inspección. Es importante asegurarse de que la estimación de la desviación estándar del lote no se vea afectada por las fuentes de incertidumbre. En consecuencia, la importancia de la incertidumbre en la medición en el muestreo de aceptación se puede describir de la siguiente manera:

La incertidumbre en la medición puede afectar a la estimación de la desviación estándar del lote. Si este efecto no es insignificante y, por ende, afecta a los riesgos del consumidor y del productor, la estimación de la desviación estándar del lote se deberá corregir para la incertidumbre en la medición no insignificante.

^x También se utiliza el término “significativo”.

En teoría, la estimación de la desviación estándar del lote puede verse afectada por los componentes de la incertidumbre en la medición relativos al muestreo y al análisis. No obstante, cabe señalar que, si bien la incertidumbre analítica siempre engrosará la estimación de la desviación estándar del lote, el efecto de los componentes del muestreo puede aumentar su valor o reducirlo. Por este motivo, se puede considerar más fácil corregir la estimación de la desviación estándar del lote para tener en cuenta la incertidumbre analítica, que siempre consistirá en “restar” la contribución de la incertidumbre, que corregirla para tener en cuenta los componentes de la incertidumbre relacionados con el muestreo. Es por ello que este documento de orientación se centra en la corrección de la incertidumbre “analítica” no insignificante. No obstante, se debe garantizar que los procedimientos de muestreo son adecuados. Es conveniente utilizar procedimientos de muestreo aleatorio basados en principios estadísticos o procedimientos de muestreo validados. Asimismo, cabe señalar que se podrán pasar por alto los efectos de la incertidumbre analítica o de muestreo en la estimación de la desviación estándar del lote siempre y cuando la desviación estándar correspondiente sea inferior al 10 % de la desviación estándar del lote.

En las siguientes secciones (véase la Sección 5.2.6) se abordan los procedimientos para corregir la desviación estándar del lote cuando la incertidumbre en la medición analítica y la incertidumbre del muestreo no son insignificantes.

5.2.2 Examen general del sesgo

La incertidumbre en la medición consta, por un lado, de los componentes que reflejan los efectos aleatorios (que varían aleatoriamente con cada resultado de los análisis) y, por otro, de los componentes que reflejan los efectos sistemáticos (que permanecen constantes en todos los resultados analíticos).

Al efecto sistemático se lo suele denominar “sesgo”.

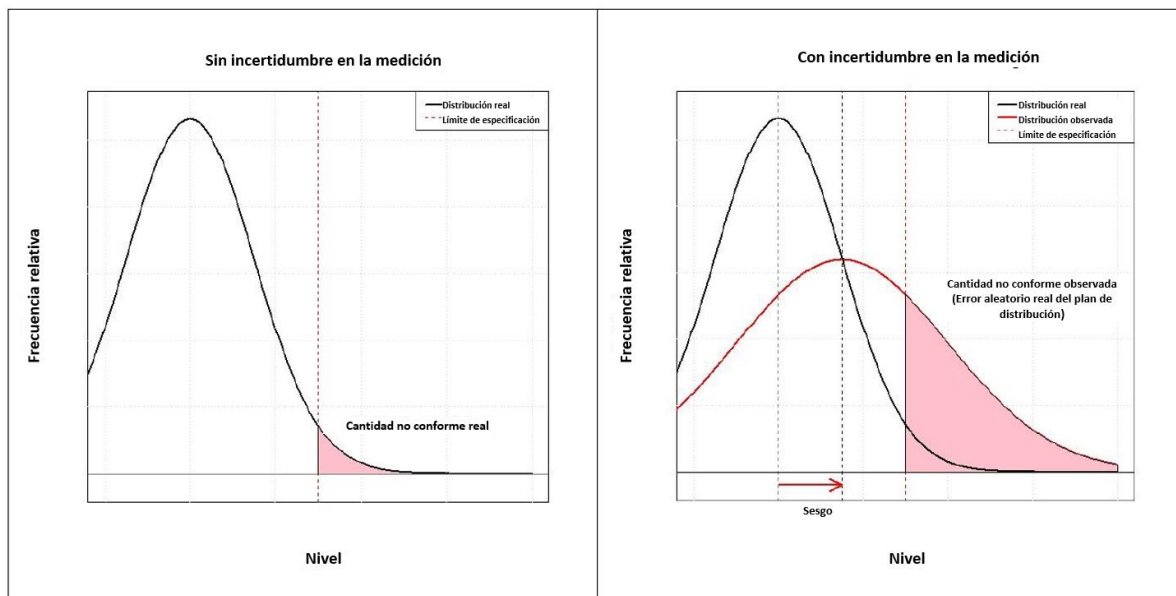
En principio, si se observa un sesgo, este se corrige, y es la *incertidumbre de la corrección del sesgo* lo que se tiene en cuenta en la incertidumbre en la medición.

En la práctica, un sesgo puede afectar a los resultados analíticos incluso después de haber introducido la “corrección del sesgo”. Esto es así, por ejemplo, si la corrección del sesgo es adecuada para una matriz determinada, pero no para otra.

Pueden existir varias fuentes de sesgo. El propio método analítico puede estar sesgado. Asimismo, el sesgo de método puede variar de una matriz a otra. En este sentido, se pueden observar los efectos de la matriz (o “sesgo de la matriz”). El sesgo de método puede variar de un laboratorio a otro. En este sentido, se pueden observar los efectos del laboratorio (o “sesgo del laboratorio”). Por último, también se puede producir un sesgo del muestreo, por ejemplo, si un determinado procedimiento de muestreo subestima sistemáticamente la media o la desviación estándar del lote.

Con frecuencia se puede obtener una estimación de la magnitud de un sesgo incluso sin tener información relativa al “valor verdadero”. Por ejemplo, el componente “entre laboratorios” de la precisión de la reproducibilidad, calculado a partir de los datos obtenidos en un estudio colaborativo y que generalmente se expresa como una desviación estándar, permite caracterizar la magnitud del sesgo de laboratorio. De igual forma, existen procedimientos para estimar el sesgo del laboratorio a partir de datos de control de calidad o resultados de pruebas de aptitud que se pueden utilizar para caracterizar la magnitud del sesgo del laboratorio.

En el siguiente diagrama se muestra la distribución y el porcentaje de elementos no conformes de un lote en el caso de que no existan ni efectos aleatorios ni sesgo (considerado un plan “sin errores”) y las consecuencias que pueden tener los efectos aleatorios y el sesgo en la distribución observada y el porcentaje aparente de elementos no conformes en un lote. Por consiguiente, en el diagrama se muestran las consecuencias que los efectos aleatorios y el sesgo pueden tener en la probabilidad de aceptación de un lote, a menos que dichos efectos sean debidamente tenidos en cuenta.



5.2.3 Enfoque de arriba hacia abajo para determinar la incertidumbre de medición: el modelo de la norma ISO 5725-2¹¹

En muchos casos, la estimación de la incertidumbre en la medición analítica está respaldada por los datos de precisión obtenidos en un estudio entre laboratorios (colaborativo) de validación de métodos, calculados a partir de la simple formulación que figura en las normas ISO 5725-1¹² e ISO 5725-2¹³. Esta formulación permite calcular dos componentes de la precisión:

- un componente que refleja los “efectos aleatorios” en condiciones prácticamente idénticas en un laboratorio determinado, conocido como el componente de repetibilidad;
- un componente que refleja el “sesgo del laboratorio”, conocido como el componente entre laboratorios.

El modelo estadístico subyacente no es el modelo más general^{xi}, pero muchos estudios colaborativos se llevan a cabo de conformidad con la norma ISO 5725-2¹¹. Por este motivo, en las siguientes secciones se volverán a tratar los dos componentes de la formulación de la norma ISO 5725-2.

Nota: el componente entre laboratorios que figura en la norma ISO 5725-2¹¹ caracteriza el intervalo del sesgo del laboratorio en condiciones de repetibilidad. La norma ISO 5725-3¹³ comprende otras formulaciones, lo que permite hacer una estimación separada de la precisión de repetibilidad, la precisión intermedia (efectos factoriales) y el sesgo residual del laboratorio.

5.2.4 El criterio de aceptación

El criterio de aceptación en un plan por variables suele tomar la forma

$$\bar{x} + k \cdot s \leq USL,$$

donde \bar{x} es el valor medio de los resultados analíticos obtenidos de la inspección, s es la desviación estándar y USL es el límite superior de especificación.

En condiciones ideales, la desviación estándar s es una medida fiable de la variación de la característica de interés dentro del lote. Sin embargo, en la práctica, s puede incluir otros componentes, como la incertidumbre en la medición analítica.

- El valor medio \bar{x} se calcula a partir de varios resultados analíticos. Cuando se toma en consideración la incertidumbre en la medición en el criterio de aceptación, es necesario considerar cómo afecta el nivel medio a los diferentes componentes de la incertidumbre en la medición analítica.

^{xi} Para obtener más información sobre los enfoques de arriba hacia abajo, véanse las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* (CXG 54-2004).

En lo que concierne a los dos componentes del modelo de la norma ISO 5725-2¹¹ mencionado antes:

- promediar n resultados analíticos reducirá el componente de repetibilidad en un factor de \sqrt{n} ;
- sin embargo, promediar n resultados analíticos no reducirá el componente entre laboratorios.

En ausencia de variabilidad fundamental, la desviación estándar de un lote calculada a partir de un “único” resultado analítico de una muestra compuesta “bien mezclada” obtenida a partir de n incrementos se reducirá en \sqrt{n} .

5.2.5 El sesgo del laboratorio en el muestreo de aceptación

En relación con el muestreo de aceptación, cabe señalar lo siguiente:

- Si se dispone de información referente al sesgo de laboratorio en forma de una desviación estándar entre laboratorios obtenida en un estudio entre laboratorios realizado de conformidad con la norma ISO 5725-2¹¹, durante la inspección del lote las mediciones se deberán tomar en condiciones de repetibilidad y tomando en cuenta el sesgo, representado por la desviación estándar entre laboratorios, en el plan de muestreo.
- Los efectos de la matriz (la variación del sesgo entre matrices en el alcance del método) pueden afectar a los resultados analíticos de forma diferente en laboratorios distintos (véanse las secciones 10, 12 y 15 de las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* [CXG 54-2004]⁵). Ello significa que una estimación de la variación entre laboratorios puede ser válida para una determinada matriz, pero no para otra. La estimación del sesgo en diferentes matrices se puede obtener mediante un experimento interno. Si se dispone de dicha estimación, esta se debe tener en cuenta en el plan de muestreo.

Si se dispone de una estimación de la desviación estándar entre laboratorios, es importante considerar si dicha estimación es una caracterización fiable de la variación del sesgo del laboratorio, en el sentido de que la estimación se haya obtenido a partir de los datos de una cantidad suficientemente grande de laboratorios (véanse las secciones 16, 17 y 18 de las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición* [CXG 54-2004]⁵ [Error! Marcador no definido.]).

5.2.6 Variación dentro de un mismo elemento

En el caso de los lotes integrados por elementos discretos, hay una fuente de incertidumbre a la que se debe prestar especial atención: la **variación dentro de un mismo elemento**. Generalmente, se obtiene un valor de medición por elemento y la desviación estándar del lote se calcula a partir de estos valores específicos de cada elemento. Cada valor de medición trata de representar la concentración media del elemento en cuestión. Sin embargo, la desviación estándar del lote calculada de esta manera puede verse engrosada por la variación dentro de un mismo elemento. Hay que considerar dos casos:

Caso 1: submuestreo previo a la llegada de la muestra al laboratorio

En este caso, hay un paso de submuestreo entre la selección del elemento y la llegada de la muestra de laboratorio al laboratorio que provoca desviaciones no insignificantes entre las muestras de laboratorio de un único y mismo elemento (si se han tomado varias muestras de laboratorio del mismo elemento). Obsérvese que, en este caso, la desviación estándar del lote se verá engrosada por un componente de la incertidumbre en la medición relacionado con el muestreo (y no con el análisis). Corregir este tipo de sobreestimación de la desviación estándar del lote presenta problemas de practicabilidad y no se suele contemplar. En estas directrices, este caso se menciona solo para dar una visión completa.

Caso 2: submuestreo en el laboratorio

En este caso, el submuestreo dentro del laboratorio provoca desviaciones no insignificantes entre las porciones analíticas tomadas de la misma muestra de laboratorio (elemento). Conceptualmente, este componente de la incertidumbre en la medición es más analítico que de muestreo. Por lo tanto, se podrá obtener una estimación mediante un diseño experimental “duplicado”, que consiste en analizar dos porciones analíticas por cada muestra de laboratorio (elemento). Si se lleva a cabo un estudio de validación a partir de material de referencia certificado, tal vez no sea posible obtener una estimación de este componente. Además, dependiendo del contexto, este componente se podrá o no considerar parte de la precisión de un método determinado. En consecuencia, en algunos casos no será posible estimar este componente en absoluto o tal vez solo se pueda obtener mediante estudios realizados para determinar la incertidumbre del muestreo en lugar de la incertidumbre analítica.

5.2.7 Ausencia de sesgo del laboratorio

Con vistas a realizar estimaciones no sesgadas, la estimación de la desviación estándar del lote se debe corregir para tener en cuenta cualquier incertidumbre en la medición no deseada y los componentes del submuestreo (tal como se describe en el Caso 2 de la sección anterior). En ausencia de sesgo del laboratorio, esto se puede lograr mediante un procedimiento relativamente sencillo.

Si se puede suponer que:

- el sesgo es insignificante;
- la característica sigue una distribución normal en el lote objeto de inspección;
- los efectos de repetibilidad siguen una distribución normal;

se podrá aplicar el enfoque siguiente.

La desviación estándar s se ajusta “restando” la desviación estándar que representa el componente de la incertidumbre en la medición relacionado con la repetibilidad u :

$s_{aj}^2 = s^2 - u^2$. La desviación estándar ajustada se utiliza en el criterio de aceptación:

$\bar{x} + ks_{aj} \leq USL$. Si la incertidumbre en la medición es superior a s , la desviación estándar ajustada se fija en cero.

Si no existe variación de submuestreo, el procedimiento descrito será adecuado.

Si la desviación estándar del lote se ve engrosada por un componente de submuestreo y u refleja este componente, el procedimiento descrito será adecuado.

Si la desviación estándar de lote se ve engrosada por un componente de submuestreo (como se describe en el Caso 2 de la sección a) y u “no” refleja este componente, se podrá utilizar otro enfoque para ajustar la desviación estándar del lote tanto para la repetibilidad como para la variación entre submuestras. En particular, si todos los elementos se analizan por duplicado, la incertidumbre en la medición se podrá ajustar para tener en cuenta tanto la variación del submuestreo como la repetibilidad. En este caso, la desviación estándar observada s calculada a partir de los todos los datos se ajustará restando la cantidad $\frac{1}{2}u^2$, donde u es la desviación estándar de las diferencias entre los resultados de cada par de muestras duplicadas:

$$s_{aj}^2 = s^2 - \frac{1}{2}u^2.$$

5.2.8 Presencia de sesgo del laboratorio

Consideremos el caso en que se dispone de una estimación de la variación entre laboratorios, por ejemplo, obtenida en un estudio de validación realizado previamente conforme a la norma ISO 5725-2¹².

Esta estimación se considera una medición del sesgo del laboratorio y se tendrá en cuenta en el plan de muestreo.

Si el sesgo del laboratorio es relativamente pequeño, se podrán realizar ajustes utilizando las técnicas descritas en el Anexo B de la norma ISO 3951-6¹⁰. Se supone que los efectos de la repetibilidad y los del sesgo de laboratorio, así como la característica, se distribuyen normalmente. Aunque el criterio de aceptación tiene la misma forma que en los otros planes por variables sin errores, en algunas circunstancias puede que no sea posible encontrar un plan de muestreo (el número de muestras n y la constante de aceptabilidad k) que controle el riesgo del productor y del consumidor de la manera deseada.

Si el sesgo del laboratorio (esto es, la estimación de la variación entre laboratorios) es demasiado grande para aplicar el procedimiento descrito en la norma ISO 3951-6¹⁰, el límite de especificación ajustado USL_{adj} se deberá calcular como $USL_{aj} = USL - q \cdot s_L$,

donde s_L es la estimación de la variación entre laboratorios (expresada como desviación estándar) y q es el cuantil apropiado. Si se dispone de una estimación de la variación del sesgo entre matrices s_{matriz} , el límite de especificación ajustado se deberá calcular como:

$$USL_{aj} = USL - q \cdot \sqrt{s_L^2 + s_{matriz}^2}.$$

5.2.9 No conformidad fraccional

Si la característica no sigue una distribución normal (véase la Sección 3.2.5), se podrán utilizar los planes basados en la no conformidad fraccional para tener en cuenta la incertidumbre en la medición analítica.

La no conformidad fraccional de una muestra se puede considerar como la probabilidad de que el valor verdadero de la muestra supere el límite de especificación, teniendo en cuenta cualquier incertidumbre en la medición presente.

Un plan de muestreo basado en el principio de ajuste de la no conformidad fraccional se define mediante dos números: n (el número de muestras que se tomarán) y Ac (el límite máximo de aceptación para la aceptación del lote). Estos dos números se determinan de la misma manera que en otros tipos de planes, es decir, considerando los riesgos permisibles en la calidad del riesgo del productor y del consumidor. Para elaborar estos planes también se requiere información adicional sobre el cociente entre la incertidumbre en la medición y la desviación estándar del lote.

Se aceptará un lote siempre que la suma de los valores de la no conformidad fraccional de las muestras individuales no supere el límite máximo de aceptación

$$\sum_{i=1}^n FNC_i \leq Ac$$

donde FNC_i es el valor de la no conformidad fraccional de la i ésima muestra ($i = 1 \dots n$).

Se prefiere utilizar el ajuste basado en la no conformidad fraccional a adoptar otros enfoques en los que las muestras se clasifiquen como conformes y no conformes respecto de un límite de especificación o “más allá de toda duda razonable” tomando en cuenta la incertidumbre en la medición. Estos enfoques necesitan más muestras, no controlan de forma óptima los riesgos del productor y el consumidor y es necesario someterlos a evaluación.

6 Otros asuntos relacionados con el muestreo

6.1 Muestreo físico

La teoría del muestreo (véase la Sección 4.4.2) se basa en procedimientos que representan las buenas prácticas para el muestreo físico de un lote de manera no sesgada. Estos procedimientos de muestreo deben seguirse con respecto a cada muestra individual tomada de un lote y cualquier mezcla y submuestreo posterior, etc., teniendo en cuenta que generalmente se requiere más de una sola muestra en los planes de muestreo de aceptación. Se debe hacer referencia a las normas ISO u otras normas específicas relativas al producto a fin de obtener información detallada de los procedimientos de muestreo de los distintos productos. El cumplimiento de los procedimientos de muestreo indicados puede ser un requisito legislativo o reglamentario en el caso de algunos productos en algunas jurisdicciones.

6.1.1 Muestreo aleatorio

En el caso de los lotes integrados por elementos discretos, el muestreo aleatorio implica que cada elemento tiene las mismas posibilidades de ser seleccionado en la muestra. El supuesto del muestreo aleatorio permite calcular la característica de operación; desviarse del muestreo aleatorio podría significar que el plan no controla los riesgos del productor o del consumidor como podría haberse previsto. En muchos casos el muestreo sistemático, es decir, la toma de muestras a intervalos regularmente espaciados en un lote, será suficiente para sustituir un muestreo aleatorio verdadero.

Es común que los lotes se encuentren “estratificados”. Los elementos individuales pueden estar envasados en cajas y puede que algunas (pero el mismo número) de estas cajas de menor tamaño se encuentren empaquetadas en una caja más grande y que algunas (aunque el mismo número) de estas cajas más grandes se encuentren embaladas en un palé. La selección de una muestra aleatoria de n elementos tendría lugar de la siguiente manera:

- se seleccionan n palés de entre el número de palés que integran el lote (el mismo palé se puede seleccionar más de una vez);
- se selecciona al azar una caja grande de cada lado de los palés seleccionados;
- se selecciona una caja de menor tamaño de cada una de las cajas más grandes que se hayan seleccionado;
- por último, se selecciona un elemento individual de cada una de estas cajas más pequeñas. Estos elementos constituyen la muestra que se analizará o examinará.

En el caso de los productos a granel, tomar una muestra aleatoria es más difícil. Muchos lotes de productos a granel pueden considerarse como una colección de segmentos; se emplea un muestreo aleatorio estratificado en el cual, en el caso más simple, los segmentos se seleccionan al azar de entre el número total de segmentos y luego se toma una muestra aleatoria de incrementos dentro de cada segmento que se haya elegido.

Esto se trata con más detalle en la Sección 4.4.

En principio no hay necesidad de realizar un muestreo aleatorio para fluidos o productos a granel bien mezclados; sin embargo, el muestreo aleatorio puede usarse aun así, como precaución contra la heterogeneidad o por razones de procedimiento.

6.1.2 Muestreo por conveniencia

El muestreo por conveniencia a menudo se denomina muestreo pragmático. Este método consiste en tomar muestras y, a veces, una sola muestra de una parte de una población que resulta práctica para muestrear, y se suele utilizar debido a su bajo costo. Es una forma de muestreo especial que a veces se usa en pruebas piloto.

Por lo general, el muestreo por conveniencia presenta más desventajas que ventajas. Existe la posibilidad de que se produzca un error de muestreo y de que la población no esté debidamente representada y, además, el uso del muestreo por conveniencia podría generar conflictos al no ser un procedimiento ni equitativo ni válido.

6.2 Lotes heterogéneos

Si bien en la Sección 3.2.4 se examinan las *condiciones en las que* un lote se puede considerar homogéneo, en la presente sección se aborda la cuestión de *cómo gestionar* los casos de lotes heterogéneos formados por elementos discretos. Para obtener más información sobre el muestreo de lotes heterogéneos formados por productos a granel, consúltese la Sección 4.4.

La mayoría de los planes de muestreo se basan en el supuesto de que los lotes son homogéneos. El uso de estos planes con lotes heterogéneos generalmente aumenta los riesgos del productor y del consumidor, por lo que la protección del consumidor puede verse comprometida.

Los lotes pueden ser heterogéneos debido a que los lotes de inspección difieren de los lotes de fabricación. En consecuencia, uno de los enfoques puede consistir en dividir los lotes de inspección heterogéneos en consonancia con los lotes de producción u otros procesos de fabricación estandarizados. Cada uno de los sublotes podría ser lo suficientemente homogéneo como para ser inspeccionado usando planes de muestreo por atributos o por variables convencionales, inspeccionando cada sublote con el mismo plan que se habría usado para todo el lote, si ese lote hubiera sido homogéneo. No obstante, los lotes no deben dividirse en sublotes basándose en los resultados obtenidos en análisis anteriores.

APÉNDICE I

GUÍA PARA LA SELECCIÓN Y LA ELABORACIÓN DE PLANES DE MUESTREO

1 Introducción

Los conceptos y criterios de los planes de muestreo descritos en esta guía son aplicables a las disposiciones de las normas del Codex. En el presente apéndice se proporciona una guía para elaborar estos planes de muestreo.

Se ha estructurado de tal forma que permita a los usuarios seguir el proceso de elaboración de un plan de muestreo desde los primeros principios a fin de determinar rápidamente las opciones de planes de muestreo que sean pertinentes para una situación particular en la que se lleva a cabo el muestreo.

Se proporcionan enlaces para que el usuario pueda acceder rápidamente a más información sobre opciones concretas de muestreo en el documento principal.

1.1 Punto de partida

Los ejemplos siguientes se proporcionan como ayuda en la elaboración de planes de muestreo y no deben considerarse recomendaciones.

Ejemplo: Opciones de planes de muestreo por atributos

En lo sucesivo, el riesgo del productor es del 5 % y el del consumidor del 10 %. Estos son los valores utilizados comúnmente.

Los planes de muestreo por atributos con calidad del riesgo del productor del 6,5 % se podrán aplicar a los productos con defectos como manchas y otros defectos visuales en la fruta fresca.

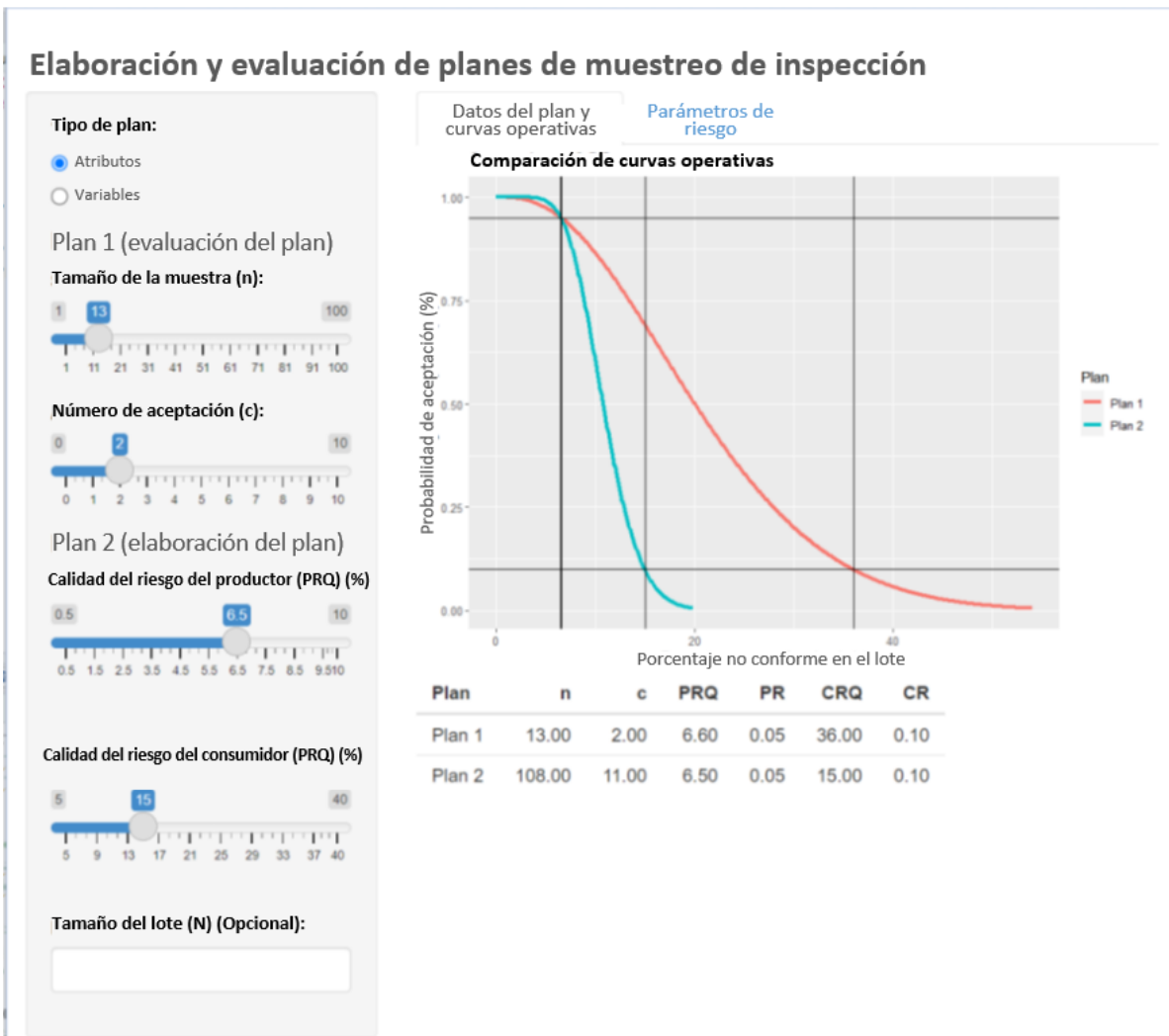
Un nivel de calidad del riesgo del productor del 6,5 % significa que los lotes que contengan un 6,5 % de elementos no conformes serán aceptados el 95 % de las veces, mientras que, por ejemplo, un nivel de calidad del riesgo del consumidor del 20 % significa que los lotes que contengan un 20 % de elementos no conformes serán rechazados el 90 % de las veces.

En el cuadro siguiente se muestran las opciones de planes de muestreo para diferentes niveles de calidad del riesgo del consumidor.

Cuadro: Opciones de planes de muestreo cuando la calidad del riesgo para el productor es del 6,5 %

Calidad del riesgo del consumidor	Calidad del riesgo del productor	n	c
20 %	6,5 %	51	6
25 %	6,5 %	30	4
30 %	6,5 %	21	3
36 %	6,5 %	13	2

A continuación, se indican las características operatorias de estos dos planes; esto muestra la probabilidad de aceptar un lote con dichos planes en cualquier nivel de calidad. La elección de un plan de muestreo dependerá de la probabilidad de aceptación en todo el intervalo de niveles de calidad.



Ejemplo: Opciones de planes de muestreo por variables

La disposición relativa a la característica composicional de un producto indica que el porcentaje del contenido no debe superar un límite máximo. En este ejemplo se supone que la incertidumbre en la medición es insignificante y que se conoce la desviación estándar del lote.

En el cuadro siguiente se muestran las opciones de planes de muestreo por variables con un nivel de calidad del riesgo del productor del 3,5 % y diferentes niveles de calidad del riesgo del consumidor.

Cuadro: Opciones de planes de muestreo cuando la calidad del riesgo para el productor es del 3,5 %

Calidad del riesgo del consumidor	Calidad del riesgo del productor	n	k
10 %	3,5 %	31	1,52
15 %	3,5 %	16	1,39
20 %	3,5 %	10	1,29
25 %	3,5 %	7	1,19
30 %	3,5 %	6	1,14
35 %	3,5 %	5	1,08

A continuación, se indican las características operatorias de estos dos planes; esto muestra la probabilidad de aceptar un lote con dichos planes en cualquier nivel de calidad. La elección de un plan de muestreo dependerá de la probabilidad de aceptación en todo el intervalo de niveles de calidad. También dependerá de si se conoce o no la desviación estándar del lote.

Elaboración y evaluación de planes de muestreo de inspección

Tipo de plan:

Atributos

Variables

Tipo de desviación estándar

Conocida

Desconocida

Plan 1 (evaluación del plan)

Tamaño de la muestra (n):

1 28 100

1 11 21 31 41 51 61 71 81 91 100

Constante k (k):

1 1.38 3

1 1.2 1.4 1.6 1.8 2 2.2 2.4 2.6 2.8 3

Plan 2 (elaboración del plan)

Calidad del riesgo del productor (PRQ) (%)

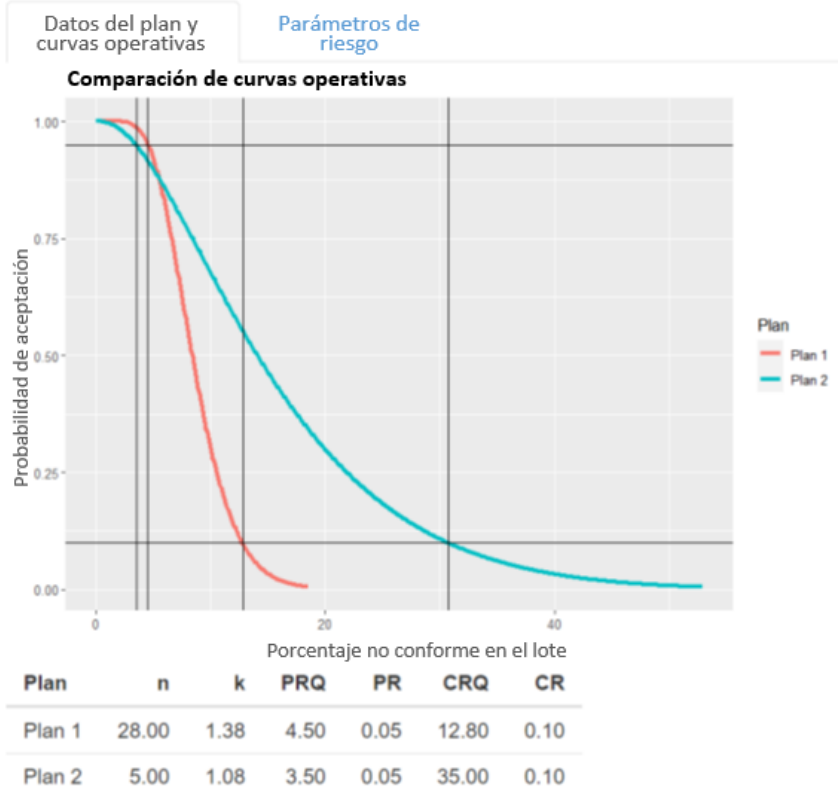
0.5 3.5 10

0.5 1.5 2.5 3.5 4.5 5.5 6.5 7.5 8.5 9.5 10

Calidad del riesgo del consumidor (PRQ) (%)

5 35 40

5 9 13 17 21 25 29 33 37 40



Distribución normal	Vaya al paso 4
Proporción composicional	Vaya al paso 6
Otro tipo de distribución	Vaya al paso 7

[Ayuda para la elaboración de planes por variables](#)

Paso 3.b. Planes para el nivel medio

Planes para el nivel medio	Vaya al paso 8
----------------------------	----------------

[Ayuda sobre la disposición](#)

[Ayuda sobre el nivel medio](#)

Paso 4. Planes por variables, características con distribución normal

¿La incertidumbre en la medición es insignificante o no insignificante?

Insignificante	CXG 50 4.3.3	Riesgo del productor y riesgo del consumidor	
	CXG 50 4.3.4	Solo riesgo del consumidor	ISO 395 1-6
	CXG 50 Apéndice 2	Solo riesgo del productor	ISO 395 1-1
No insignificante	Vaya al paso 5		

Paso 5. Planes por variables, características con distribución normal, incertidumbre en la medición no insignificante

¿La incertidumbre en la medición tiene una distribución normal o sigue algún otro tipo de distribución?

Distribución normal	CXG 50 5.2.7	Riesgo del productor y riesgo del consumidor	
	CXG 50 5.2.5	Solo riesgo del consumidor	ISO 395 1-6
Otro tipo de distribución	CXG 50 5.2.8	Riesgo del productor y riesgo del consumidor	

Paso 6. Proporciones composicionales

¿La incertidumbre en la medición es insignificante o no insignificante?

Insignificante	CXG 50 4.4.10	Riesgo del productor y riesgo del consumidor
No insignificante	Vaya al paso 5	

Paso 7. La característica no sigue una distribución normal ni una proporción composicional

¿La incertidumbre en la medición es insignificante o no insignificante?

Insignificante	CXG 50 4.2.7	Riesgo del productor y riesgo del consumidor
No insignificante	CXG 50 5.2.8	Riesgo del productor y riesgo del consumidor

Paso 8. La disposición se expresa en términos del nivel medio de un lote

¿La incertidumbre en la medición es insignificante o no insignificante?

Insignificante	CXG 50 4.4.8	Riesgo del productor y riesgo del consumidor
No insignificante		
[No se proporcionó información]		

**B. Indicar la rigurosidad del plan de muestreo
(planes para evaluar el cumplimiento de niveles mínimos o máximos)**

Nivel de calidad del riesgo del consumidor

¿Qué porcentaje de elementos no conformes (¿nivel de calidad?) permitiría en lotes que desearía <u>rechazar</u> la mayoría de las veces?	6,5 %
---	-------

Riesgo del consumidor

¿Qué riesgo del consumidor está preparado para permitir, esto es, con qué frecuencia desearía aceptar lotes que contuvieran un 6,5 % de elementos no conformes?	10 %
--	------

Si la característica es un problema "grave" de inocuidad alimentaria (o de otro tipo):

- podría no ser apropiado controlar explícitamente los riesgos del productor;

- se utilizarán planes ISO (o alternativas) que controlen únicamente el riesgo del consumidor.

Si la característica no es un problema “grave” de inocuidad alimentaria u otro tipo de problema, es apropiado controlar también el riesgo del productor.

Nivel de calidad de riesgo del productor

¿Qué porcentaje de elementos no conformes (¿nivel de calidad?) debería estar presente en los lotes que desearía <u>aceptar</u> la mayoría de las veces?	5 %
---	-----

Riesgo del productor

¿Qué riesgo del productor está preparado para permitir, esto es, con qué frecuencia desearía rechazar lotes que contuvieran un 5 % de elementos no conformes?	5 %
---	-----

C. Evaluar el plan para determinar sus parámetros y calcular la característica operatoria

Determinar el número de muestras y el número de aceptación (planes por atributos) o la constante de aceptabilidad (planes por variables)

Material complementario

Contexto	Término	Explicación
Naturaleza de la disposición	Disposición	Una disposición es un requisito que debe cumplir un producto para ajustarse a la norma.
Naturaleza de la disposición	Distribución general	Los límites de especificación se pueden expresar como un límite mínimo o máximo (o ambos) aplicado a la distribución general de la característica en el lote, por ejemplo, el porcentaje de elementos no conformes (nivel de calidad), o al nivel medio.
Naturaleza de la disposición	Nivel medio	En algunos casos, como el del peso neto de los envases, se establece un límite para que el nivel medio del lote no sea inferior al límite. En el Codex, los planes para las aflatoxinas, aunque constituyen un ejemplo de planes de muestreo para productos a granel, también se basan en el cumplimiento del nivel medio para garantizar que haya poca probabilidad de que el nivel medio de un

		<p>lote supere el límite máximo.</p> <p>Por lo general, se supone que la característica de calidad se distribuye normalmente; la idoneidad de la distribución es menos crítica cuando se evalúa el cumplimiento del nivel medio. También se suele suponer que existe un único límite de especificación, ya sea un límite de especificación inferior, L, o un límite de especificación superior, U.</p>
Tipos de datos	Atributos	Resultados analíticos nominales o que se miden en una escala, en particular los resultados binarios, como "apto" y "no apto", y cuyas mediciones se clasifican como resultados binarios.
Tipos de datos	Variables	Inspección por variables significa que los resultados de las mediciones realizadas en cada muestra es una cifra, generalmente decimal. Esto difiere que la inspección por atributos, donde se obtienen resultados de tipo "apto" y "no apto" o medibles en una escala (a veces descritos numéricamente, por ejemplo, 1-5).
Tipo de plan de muestreo	Plan por atributos	<p>La inspección por atributos consiste en examinar un elemento o sus características, y clasificar el elemento como "conforme" o "no conforme". La medida que ha de adoptarse se decide al contar el número de elementos no conformes o de no conformidades que se observan en una muestra aleatoria.</p> <p>En un plan de muestreo de inspección por atributos se indican el número de muestras (n) y el número máximo de elementos no conformes, lo que se conoce como constante de aceptación (c), para que el lote se acepte.</p> <p>Los valores de n y c se calculan a partir de los niveles determinados de riesgo admisible.</p>
Tipo de plan de muestreo	Plan por variables	Los planes de inspección por variables utilizan medias y desviaciones estándar calculadas a partir de las mediciones (datos variables) con vistas a tomar una decisión sobre la aceptación de un lote. Estos planes están determinados por el número de muestras que se deberán tomar (n) y la constante de aceptabilidad (k).
Incertidumbre en la medición		Parámetro asociado al resultado de una medición, que describe la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente al mensurando (es decir, la cantidad que se pretende medir). La medición puede constar de componentes aleatorios y sistemáticos.
Desviación estándar del lote		Un parámetro, generalmente expresado como una desviación estándar, que describe la variación de una característica dentro de un lote.
Incertidumbre en la medición insignificante		La situación en que la incertidumbre en la medición es pequeña en relación con la desviación estándar del lote y no es necesario tenerla en cuenta en la elaboración del plan de muestreo. Generalmente, la incertidumbre en la medición se considera insignificante si la desviación estándar que la representa es inferior al 10 % de la desviación estándar del lote.
Incertidumbre en la medición no insignificante		Se refiere a los casos en los que la incertidumbre en la medición NO es insignificante.
Desviación estándar		La desviación estándar es una medida de la cantidad de variación o dispersión de un conjunto de valores.

Desviación estándar (verdadera) conocida		Conceptualmente, la desviación estándar que se encontraría, por ejemplo, si se midieran todos los elementos de un lote. En la práctica, las desviaciones estándar se pueden considerar conocidas si se calculan a partir de un número razonablemente elevado de resultados analíticos, generalmente entre 100 y 200. Para considerar conocida una desviación estándar que representa la variación a más largo plazo de un proceso, este debe ser estable a lo largo del tiempo.
Desviación estándar (de la muestra) estimada		La desviación estándar calculada a partir de un número de muestras inferior al necesario para que la desviación estándar se considere conocida.
Distribución normal		Una distribución estadística utilizada habitualmente en muchas ramas de la estadística para describir la variación de un método de medición en ciertas condiciones o de una característica dentro de un lote. La distribución normal se describe por su media (su nivel medio) y su desviación estándar y sigue una curva característica en forma de campana.
Proporción composicional		Una característica cuya concentración dentro del lote se puede expresar como una "fracción de masa", una cifra que se sitúa entre 0 y 1. Estrictamente, las proporciones composicionales son adimensionales y no tienen unidades de medición, pero es habitual expresarlas en forma de porcentaje, partes por millón (ppm), etc.
Riesgo del productor		En términos generales, el riesgo del productor es el riesgo de que se rechace un lote de buena calidad. Más concretamente, en la elaboración de los planes de muestreo de aceptación, el riesgo del productor es la probabilidad de rechazar un lote cuyo nivel de calidad es igual al nivel de calidad de riesgo del productor.
Nivel de calidad de riesgo del productor		El nivel de calidad (porcentaje de elementos no conformes en el lote) al que la probabilidad de rechazar el lote es igual al riesgo del productor determinado.
Riesgo del consumidor		El riesgo del consumidor es el riesgo de aceptar un lote de mala calidad. Más concretamente, en la elaboración de los planes de muestreo de aceptación, el riesgo del consumidor es la probabilidad de aceptar un lote cuyo nivel de calidad es igual al nivel de calidad de riesgo del consumidor.
Nivel de calidad del riesgo del consumidor		El nivel de calidad (porcentaje de elementos no conformes en el lote) al que la probabilidad de acepta el lote es igual al riesgo del consumidor determinado.

APÉNDICE II

PLANES DE INSPECCIÓN REGIDOS POR EL RIESGO DEL PRODUCTOR

1 Planes de inspección de las normas ISO regidos por el riesgo del productor: introducción y antecedentes

Como se ha señalado en las Secciones 4.2.3 y 4.3.4, los planes de muestreo incluidos en las normas ISO 2859⁶ e ISO 3951⁷ difieren de los planes examinados en estas Directrices en que han sido formulados para controlar el riesgo del productor o el del consumidor, pero no ambos, y utilizan una relación del tamaño del lote para determinar el tamaño de muestra necesario.

1.1 Relación entre el tamaño del lote y el tamaño de la muestra

Desde el punto de vista estadístico, el tamaño del lote no es un aspecto importante a la hora de determinar la protección para los consumidores y los productores, mientras que los cambios en el tamaño de la muestra sí afectan a la protección brindada por cualquier plan.

A pesar de esto, se ha incorporado una relación entre el tamaño de lote y el tamaño de muestra en la elaboración de los planes de muestreo que figuran en las normas ISO. Esta relación es arbitraria, aunque tiene el efecto general de reducir el riesgo de adoptar decisiones incorrectas respecto de lotes de mayor tamaño, donde los costos que se generarían por la adopción de decisiones incorrectas serían mayores. Esta relación significa que las normas ISO solo son aplicables a los lotes formados por elementos discretos.

Como consecuencia de emplear la relación entre el tamaño de la muestra y el tamaño de lote, la ISO ha determinado que los planes de muestreo regidos por el nivel de calidad del riesgo del productor, que controlan explícitamente el riesgo del productor, se destinen a la inspección de una serie continua de lotes y que los planes regidos por el nivel de calidad del riesgo del consumidor, que controlan explícitamente el riesgo del consumidor, son adecuados para la inspección de lotes separados. No obstante, esta distinción deja de ser pertinente si se consideran ambos tipos de riesgo en la elaboración de los planes.

1.2 Esquemas de muestreo

Las normas ISO que se rigen por la calidad del riesgo del productor emplean esquemas de muestreo, es decir, conjuntos de planes de muestreo con diferentes niveles de inspección para garantizar que la calidad se controle de manera efectiva. Los esquemas de muestreo emplean reglas para cambiar entre niveles de inspección en función del historial de calidad reciente. Normalmente, y en las normas ISO, el cambio ocurre entre planes de inspección normal, rigurosa y reducida dentro de cada esquema de muestreo:

- la inspección normal se utiliza cuando se considera que el proceso está funcionando en los niveles de calidad del riesgo del productor o en un nivel ligeramente mejor;
- la inspección rigurosa emplea reglas de decisión más estrictas que las utilizadas en la inspección normal. El objetivo principal de utilizar una inspección estricta es ejercer presión sobre el productor cuando la calidad es peor que la calidad del riesgo del productor, mediante la introducción de una mayor tasa de rechazo;
- la inspección reducida permite utilizar tamaños de muestra más pequeños que en la inspección normal. Cuando el nivel de calidad presentado es suficientemente bueno, la inspección reducida permite reducir el número de muestras.

Los esquemas de muestreo ofrecen una garantía más completa que los planes de muestreo unitario. Sin embargo, aunque se pueden elaborar planes de muestreo que controlen los riesgos del productor y del consumidor en los mismos niveles que los esquemas de muestreo general, desde el punto de vista del consumidor en general se considera que las reglas de cambio son demasiado complejas para aplicarlas en el comercio internacional.

1.3 Cuadro: Planes de inspección por atributos conformes con la norma ISO 2859-1 ¡ERROR! MARCADOR NO D EFINIDO.

Tamaño del lote	Nivel de calidad aceptable	Nivel de inspección					
		Reducida		Normal		Estricta	
(número de paquetes, cada uno con una o más unidades)		<i>n</i>	<i>c</i>	<i>n</i>	<i>c</i>	<i>n</i>	<i>c</i>
2-8	0,65 %	8	0	8	0	8	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0
	6,50 %	2	0	2	0	3	0
9-15	0,65 %	8	0	15	0	15	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0
	6,50 %	2	0	2	0	3	0
16-25	0,65 %	8	0	20	0	25	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0
	6,50 %	5	1	8	1	13	1
26-50	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0
	6,50 %	5	1	8	1	13	1
51-90	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	13	1	20	1	32	1
	6,50 %	5	1	13	2	13	1
91-150	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	13	1	20	1	32	1
	6,50 %	8	2	20	3	20	2
151-280	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	13	1	32	2	32	1
	6,50 %	13	3	32	5	32	3
281-500	0,65 %	50	1	80	1	125	1
	2,50 %	20	2	50	3	50	2
	6,50 %	20	5	50	7	50	5
501-1 200	0,65 %	50	1	80	1	125	1
	2,50 %	32	3	80	5	80	3
	6,50 %	32	6	80	10	80	8
1 201-3 200	0,65 %	50	1	125	2	125	1
	2,50 %	50	5	125	7	125	5
	6,50 %	50	8	125	14	125	12
3 201-10 000	0,65 %	80	2	200	3	200	2
	2,50 %	80	6	200	10	200	8
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
10 001-35 000	0,65 %	125	3	315	5	315	3
	2,50 %	125	8	315	14	315	12
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
35 001-150 000	0,65 %	200	5	500	7	500	5
	2,50 %	200	10	500	21	500	18
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
150 001-500 000	0,65 %	315	6	800	10	800	8
	2,50 %	200	10	500	21	500	18
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
500 001 y superior	0,65 %	500	8	1 250	14	1 250	12
	2,50 %	200	10	500	21	500	18
	6,50 %	80	10	200	21	200	18

Si el tamaño de la muestra *n* es igual o superior al tamaño del lote, se realizará una inspección del 100 %.

1.4 Cuadro: Planes de inspección por variables de la norma ISO 3951-1 (desviación estándar del lote desconocida)

Tamaño del lote (número de paquetes que contienen una o más unidades)	Nivel de calidad aceptable	Nivel de inspección					
		Reducida		Normal		Estricta	
		<i>n</i>	<i>k</i>	<i>n</i>	<i>k</i>	<i>n</i>	<i>k</i>
2-8	0,65 %	6	1,476	8	1,889	8	2,079
	2,50 %	4	0,850	4	1,242	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	4	0,735	3	0,950
9-15	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	4	0,850	4	1,242	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	4	0,735	3	0,950
16-25	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	4	0,850	4	1,242	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	6	0,939	6	1,061
26-50	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	4	0,850	9	1,323	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	6	0,887	9	1,218
51-90	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	6	1,061	13	1,475	13	1,569
	6,50 %	5	0,550	9	0,869	9	1,190
91-150	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	9	1,218	13	1,426	18	1,682
	6,50 %	7	0,507	14	0,935	14	1,147
151-280	0,65 %	11	1,642	22	1,972	15	2,079
	2,50 %	9	1,190	20	1,411	18	1,659
	6,50 %	9	0,628	21	0,945	21	1,227
281-500	0,65 %	17	1,769	30	2,079	28	2,153
	2,50 %	14	1,147	30	1,471	27	1,636
	6,50 %	14	0,601	33	1,036	32	1,225
501-1 200	0,65 %	23	1,893	31	2,061	38	2,263
	2,50 %	21	1,227	46	1,482	41	1,702
	6,50 %	21	0,830	52	1,120	50	1,245
1 201-3 200	0,65 %	24	1,862	48	2,043	40	2,237
	2,50 %	32	1,225	69	1,552	63	1,702
	6,50 %	33	0,954	79	1,195	78	1,281
3 201-10 000	0,65 %	37	1,853	71	2,101	61	2,230
	2,50 %	48	1,394	105	1,619	99	1,720
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
10 001-35 000	0,65 %	54	1,904	108	2,104	89	2,279
	2,50 %	71	1,489	159	1,683	150	1,752
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
35 001-150 000	0,65 %	84	1,914	159	2,166	137	2,285
	2,50 %	105	1,619	247	1,716	233	1,785
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
150 001-500 000	0,65 %	117	2,037	239	2,220	214	2,300
	2,50 %	105	1,619	247	1,716	233	1,785
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
500 001 y superior	0,65 %	169	2,117	348	2,268	323	2,324
	2,50 %	105	1,619	247	1,716	233	1,785
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325

Si el tamaño de la muestra *n* es igual o superior al tamaño del lote, se realizará una inspección del 100 %.

NOTAS

-
- ¹ FAO y OMS. 2009. *Directrices sobre la terminología analítica*. Directrices del Codex Alimentarius, n.º CXG 72-2009. Comisión del Codex Alimentarius. Roma.
- ² ISO. 1999. [*ISO 2859: Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos. Parte 1: Planes de muestreo para las inspecciones lote por lote, regidos por el límite de calidad de aceptación \(LCA\)*](#). Ginebra. ISO.
- ³ ISO. 2022. [*ISO 3951-1: Procedimientos de muestreo para la inspección por variables. Parte 1: Especificaciones para los planes de muestreo simple regidos por el nivel de calidad aceptable \(NCA\) para la inspección lote por lote para una característica de calidad única y un nivel de calidad aceptable \(NCA\) único*](#). Ginebra. ISO.
- ⁴ FAO y OMS. 2004. *Directrices sobre la incertidumbre en la medición*. Directrices del Codex Alimentarius, n.º CXG 54-2004. Comisión del Codex Alimentarius. Roma.
- ⁵ FAO y OMS. 2013. *Principios para el uso del muestreo y el análisis en el comercio internacional de alimentos*. Directrices del Codex Alimentarius, n.º CXG 83-2013. Comisión del Codex Alimentarius. Roma.
- ⁶ EURACHEM y CITAC. 2000. *Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas (primera edición española)*. Secretaría de EURACHEM. BAM (Instituto Alemán para la Investigación y el Análisis de Materiales) Berlín. www.eurachem.org
- ⁷ ISO. 2020. [*ISO 2859-2: Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos. Parte 2: Planes de muestreo para las inspecciones de lotes independientes, tabulados según la calidad límite \(CL\)*](#). Ginebra. ISO.
- ⁸ ISO. Próximamente. [*ISO/DIS 3951-6: Sampling procedures for inspection by variables – Part 6: Specification for single sampling plans indexed by limiting quality \(LQ\)*](#) (Procedimientos de muestreo para la inspección por variables. Parte 6: Especificación de planes de muestreo simple regidos por la calidad límite). Ginebra. ISO.
- ⁹ FAO y OMS. 1995. *Norma general para los contaminantes y las toxinas presentes en los alimentos y piensos*. Norma del Codex Alimentarius, n.º CXS 193-1995. Comisión del Codex Alimentarius. Roma.
- ¹⁰ ISO. 2017. [*ISO/IEC 17025: Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*](#). Ginebra. ISO.
- ¹¹ ISO. 2019. [*ISO 5725-2: Accuracy \(trueness and precision\) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*](#) (Exactitud [veracidad y precisión] de los métodos de medición y sus resultados. Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición estándar). Ginebra. ISO.
- ¹² ISO. 1994. [*ISO 5725-1: Accuracy \(trueness and precision\) of measurement methods and results – Part 1: General principles and definitions*](#) (Exactitud [veracidad y precisión] de los métodos de medición y sus resultados. Parte 1: Principios generales y definiciones). Ginebra. ISO.
- ¹³ ISO. 1994. [*ISO 5725-3: Accuracy \(trueness and precision\) of measurement methods and results – Part 3: Intermediate measures of the precision of a standard measurement method*](#) (Exactitud [veracidad y precisión] de los métodos de medición y sus resultados. Parte 3: Mediciones intermedias de la precisión de un método de medición estándar). Ginebra. ISO.

APÉNDICE V

GUÍA PARA SELECCIONAR MÉTODOS DE TIPO II DE ENTRE MÚLTIPLES MÉTODOS DE TIPO III

(Para su inclusión en el documento de información: "Orientación general respecto al proceso de presentación, examen y ratificación de métodos para su inclusión en la norma CXS 234" [Sección 3.7 bis])

Introducción

No es inusual que se propongan varios métodos analíticos para una combinación determinada de producto y disposición. Sin embargo, solo uno de ellos puede designarse como método de referencia (método de Tipo II). En los siguientes párrafos se ofrece orientación sobre la selección de un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III.

Métodos de análisis del Codex

De acuerdo con el *Manual de procedimiento*, los métodos analíticos del Codex están pensados principalmente como métodos internacionales para la verificación de las disposiciones de las normas del Codex. Deben servir de referencia en la calibración de los métodos utilizados o introducidos para fines rutinarios de control y análisis.

Finalidad de los métodos de referencia (Tipo II)

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

Finalidad de los métodos alternativos aprobados (Tipo III)

Según la descripción del *Manual de procedimiento*, los métodos de Tipo III son los que satisfacen todos los criterios exigidos por el Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras para los métodos y pueden emplearse para fines de control, inspección o reglamentación.

En el caso de que existan varios métodos de Tipo III para la misma combinación de disposición y producto, se espera que estos métodos, aunque puedan usar enfoques diferentes, den como resultado decisiones equivalentes (conforme o no conforme).

Consideraciones relativas a la elección de un método de Tipo II de entre múltiples métodos de Tipo III¹.

- Puesto que el alcance de los métodos de análisis está en consonancia con varias matrices de numerosos grupos de productos (*Manual de procedimiento* del Codex, Criterios generales para la selección de métodos de análisis, Métodos de análisis y de muestreo recomendados [CXS 234-1999]), se dará preferencia al método validado explícitamente para el producto contemplado en la disposición del Codex: por ejemplo, si se requiere un método para el cobre en preparados para lactantes, se dará preferencia a un método específicamente validado para este producto a uno validado para la leche en polvo.
- Se dará preferencia al método validado para más de una matriz de un producto específico². Por ejemplo, se preferirá un método validado para preparados para lactantes a base de leche y proteína de soja a uno validado solamente para preparados para lactantes a base de leche.
- Se dará preferencia al método con la mejor selectividad.
- Se dará preferencia al método con los mejores datos de precisión (si esta diferencia de precisión reviste importancia para la pregunta planteada).
- Se dará preferencia al método que incluyó en la validación un material de referencia certificado, preferiblemente de una matriz similar a la utilizada en el alcance del método.
- El método debe ser viable y aplicable en condiciones normales de laboratorio.

¹ En algunas situaciones, el CCMAS puede decidir no aplicar estas consideraciones relativas a la selección, por ejemplo, por razones éticas, económicas o de seguridad. Esta decisión debe estar debidamente justificada.

² Diferentes matrices pertenecientes a un mismo producto. Por ejemplo, los preparados para lactantes incluyen los elaborados a base de leche, a base de soja y a base de proteína hidrolizada.

Apéndice I**Validación de la guía de decisión propuesta**

Para poner a prueba la guía para la selección de métodos, se utilizaron las siguientes combinaciones de producto y disposición con múltiples métodos del Tipo III incluidos en la norma CXS-234, a saber:

- sodio y potasio en los preparados para lactantes (un método de Tipo II y tres de Tipo III), y
- cobre en los productos a base de grasa de leche (un método de Tipo II y dos métodos de Tipo III).

Cuadro 1: Guía para la selección de métodos de Tipo II

Disposición y producto	Método	Principio	Tipo	Tipo II				
				Validado para el producto	Validado para el grupo mayor de matrices	Mejor selectividad	Mejores datos de precisión	Material de referencia certificado incluido, pref. matriz similar alcance
Sodio y potasio en preparados para lactantes	AOAC 2015.06	Espectrometría de masa con plasma acoplado inductivamente	Tipo II	x	x		x	x
	AOAC 2011.14	Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente	Tipo III	x	x			x
	ISO 8070 IDF 119	Espectrometría de absorción atómica con llama	Tipo III Era Tipo II	No, solo para productos lácteos	x			x Leche en polvo
	AOAC 986.24	Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente	Era de Tipo III					¿?
Contenido de cobre en los productos de grasa de leche	AOAC 2015.06	Espectrometría de masa con plasma acoplado inductivamente	Tipo II	Sí, para la mantequilla	x	x		Sí, para los preparados para lactantes
	ISO 5738 IDF 76	Fotometría	Tipo III	Sí, para la mantequilla y la grasa de la leche	x		x	No
	AOAC 2011.14	Espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente	Aspirante a Tipo III	Sí, para la mantequilla	x			Sí, para los preparados para lactantes

Consideraciones relativas a la selección del método de Tipo II para determinar el contenido de sodio y potasio en los preparados para lactantes:

- El método AOAC 986.24 no puede considerarse un método de Tipo II debido a la diferencia en los pasos analíticos respecto de otros métodos de Tipo III, que puede tener consecuencias en los resultados. Asimismo, este método plantea problemas de inocuidad (destrucción por ácido perclórico). El método ha sido acertadamente revocado por la organización de normalización y la norma CXS-234.

- El método ISO 8070|IDF 119 tiene la opción de utilizar la incineración en seco en la preparación de la muestra, lo cual no es apropiado para la determinación del contenido de sodio. Asimismo, el método no está validado para los preparados para lactantes. En conclusión, este método tiene varios inconvenientes en comparación con los otros dos métodos aspirantes a métodos de Tipo II: el AOAC 2011.14 y el AOAC 2015.06.
- Si comparamos los métodos AOAC 2015.06 y AOAC 2011.14, que están validados para las mismas muestras, el primero tiene mejores datos de precisión y, por lo tanto, se le debe dar preferencia como método de Tipo II (véase el documento MAS40/CRD05 para consultar los datos de precisión).

Consideraciones relativas a la selección del método de Tipo II para determinar el contenido de cobre en los productos a base de grasa de leche:

- La validación del método AOAC 2011.14 no abarca toda la disposición y, en consecuencia, no puede considerarse un método de Tipo II (véase el documento MAS40/CRD05 para consultar los datos de precisión).
- Aunque el método ISO 5738|IDF 76, basado en la fotometría, parece tener mejores datos de precisión, el método AOAC 2015.06, basado en la espectrometría de masa con plasma acoplado inductivamente, tiene una mejor selectividad y, por lo tanto, se le debe dar preferencia como método de Tipo II.

Conclusión

Atendiendo a los ejemplos del sodio y el potasio en los preparados para lactantes y el cobre en los productos a base de grasa de leche, se desprende que la guía es adecuada para la selección del método de Tipo II apropiado cuando existen múltiples métodos del Tipo III y, por consiguiente, puede utilizarse en apoyo del CCMAS en el proceso de consideración y ratificación de métodos para su inclusión en la norma CXS 234