

comisión del codex alimentarius S



ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES
UNIDAS PARA LA AGRICULTURA
Y LA ALIMENTACIÓN

ORGANIZACIÓN
MUNDIAL
DE LA SALUD



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

Tema 8 (a) del Programa

CX/MMP 06/7/13

Enero de 2006

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS COMITÉ DEL CODEX SOBRE LA LECHE Y LOS PRODUCTOS LÁCTEOS

Séptima Reunión

Queenstown, Nueva Zelanda, 27 de marzo – 1º de abril de 2006

MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO PARA LOS PRODUCTOS LÁCTEOS

El presente documento está dividido en tres partes:

Parte I - Informe del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo con respecto a la Revisión de los métodos actuales de análisis y muestreo para la leche y los productos lácteos y recomendaciones sobre actualizaciones a la lista de métodos (página 1)

Parte II - Informe del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo con respecto a los métodos de análisis requeridos en el Proyecto de Normas del Codex para la Leche y los Productos Lácteos que el CCMMP está elaborando en la actualidad (página 6)

Parte III - Informe del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo con respecto a las Recomendaciones para planes de muestreo para productos lácteos en base a las Directrices Generales del Codex sobre Muestreo (página 20)

Parte I

Informe del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo con respecto a la Revisión de los métodos actuales de análisis y muestreo para la leche y los productos lácteos y recomendaciones sobre actualizaciones a la lista de métodos.

1 INTRODUCCIÓN

Durante la 6ª Reunión del Comité del Codex sobre la Leche y los Productos Lácteos, se solicitó al Grupo de Trabajo sobre Métodos de Análisis y Muestreo de FIL/ISO/AOAC que revisara los actuales métodos de análisis y muestreo para la leche y los productos lácteos y proveyera recomendaciones para actualizar la lista de métodos. El Comité también acordó que se distribuyera el informe del Grupo de Trabajo FIL/ISO/AOAC sobre este tema y que se considerara durante su próxima Reunión.¹

2 INFORME DEL GRUPO INTERNACIONAL DE TRABAJO FIL/ISO SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO

Tras la decisión de no continuar con la colaboración tripartita FIL/ISO/AOAC que se tomara en septiembre de 2005, el Grupo Internacional de Trabajo sobre Métodos de Análisis y Muestreo FIL/ISO ha revisado las disposiciones referentes a los métodos actuales de análisis y muestreo ISO/FIL para la leche y los productos lácteos según aparecen en CODEX STAN 234-1999 - Métodos de Análisis y de Muestreo Recomendados, Parte I, Métodos de Análisis y de Muestreo en Orden Alfabético de las Categorías y de los Nombres de los Productos, páginas 24-31.

¹ Codex ALINORM 04/27/11, párrafos 135 y 136

Las Recomendaciones del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO Sobre Métodos de Análisis y Muestreo para la Leche y los Productos Lácteos se adjuntan a este informe. Las enmiendas propuestas se indican en el texto. El texto a suprimirse está tachado y las referencias actualizadas se colocaron en **bastardilla y negrita**.

Se debe notar que la revisión del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO no incluye los métodos de NMKL y AOAC Internacional a los que se hace referencia en CODEX STAN 234-1999 - Métodos de Análisis y de Muestreo Recomendados, Parte I, Métodos de Análisis y de Muestreo en Orden Alfabético de las Categorías y de los Nombres de los Productos, páginas 24-31.

Leche y Productos Lácteos				
Productos lácteos	Hierro	Norma FIL 103A:1986 ISO 6732:1985 (confirmada 1995)	Fotometría (batofenantrolina)	IV
Productos lácteos	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Productos lácteos	Muestreo	Norma FIL 113A:1990 ISO 5538:1987 (confirmada 1992) FIL 113 / ISO 5538:2004	Inspección por atributos	-
Productos lácteos	Muestreo	Norma FIL 136A:1992 ISO 8197:1988 (confirmada 1993)	Inspección por variables	-
Productos lácteos lácteos (productos no completamente solubles en amoníaco)	Grasa de la leche	Norma FIL 126A:1988 ISO 8262-3:1987 FIL 124-3 / ISO 8262-3:2005	Gravimetría (Weibull- Berntrop)	I
Mantequilla	Extracto seco magro de la leche	Norma FIL 80:1977 ISO 3727:1977 FIL 80-2 / ISO 3727-2:2002	Gravimetría	I
Mantequilla	Grasa de la leche	Norma FIL 80:1977 ISO 3727:1977 FIL 80-3 / ISO 3727-3:2003	Gravimetría	I
Mantequilla	Sal	Norma FIL 12B: 1988 ISO 1738:1997 FIL 12 / ISO 1738:2004	Titulometría (Mohr: determinación de cloruro, expresado como cloruro de sodio)	II
Mantequilla	Sal	Norma FIL 179:1997 FIL 179 / ISO 15648:2004	Potenciometría (determinación de cloruro, expresado como cloruro de sodio)	III
Mantequilla	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Mantequilla	Grasa vegetal	Norma FIL 54:1970 ISO 3594:1976 (confirmada 1996)	Gas líquido Cromatografía	II
Mantequilla	Grasa vegetal	Norma FIL 32:1965 ISO 3595:1976 (confirmada 1996)	Ensayo de acetato de fitosterilo	III
Mantequilla	Agua	Norma FIL 80:1977 ISO 3727:1977 FIL 80 / ISO 3727:2001	Gravimetría	I
Queso	Ácido Cítrico	Norma FIL 34C:1992 FIL RM 34 / ISO TS 34:2005	Método enzimático	II
Queso	Ácido Cítrico	ISO 2963:1997	Fotometría	III
Queso	Grasa de la leche	Norma FIL 5B: 1986 ISO 1735:1987 FIL 5 / ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid- Bondzynski-Ratzlaff)	I
Queso	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-

Leche y Productos Lácteos

Queso (y corteza)	Natamicina	Norma FIL 140A:1992 ISO 9223:1991 (confirmada 1996)	Espectrofotometría por absorción molecular y cromatografía de líquidos de alto rendimiento después de la extracción	II
Quesos en salmuera	Grasa de la leche en extracto seco	Norma FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 FIL 5 / ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Quesos en salmuera	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Crema	Grasa de la leche	Norma FIL 16C:1987 ISO 2450:1985	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Crema	Sólidos	Norma FIL 21B:1987 ISO 6731:1989	Gravimetría (con secado a 102°C)	I
Productos a base de caseína alimentaria	Ácidos libres	Norma FIL 91:1979 (confirmada 1986) ISO 5547:1978 (confirmada 1993)	Titulometría (extracción acuosa)	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Cenizas (incluso P ₂ O ₅)	Norma FIL 90:1979 (confirmada 1986) ISO 5545:1978	Horno, 825°C	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Cobre	Norma FIL 76A:1980 ISO 5738:1980 (confirmada 1995) FIL 76 / ISO 5738:2004	Colorimetría (dietilditiocarbamato)	III
Productos a base de caseína alimentaria	Lactosa	Norma FIL 106:1982 ISO 5548:1980 (confirmada 1996) FIL 106 / ISO 5548:2004	Fotometría (fenol y H ₂ SO ₄)	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Plomo	Norma FIL 133A:1992	Espectrofotometría (1,5-difeniltiocarbazona)	III
Productos a base de caseína alimentaria	Grasa de la leche	Norma FIL 127A:1988 ISO 5543:1986 (confirmada 1996)	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Productos a base de caseína alimentaria	Humedad	Norma FIL 78C:1990 ISO 5550:1978 FIL 78 / ISO 5550:2005	Gravimetría, (con secado a 102°C)	I
Productos a base de caseína alimentaria	pH	Norma FIL 115A:1989 ISO 5546:1979 (confirmada 1996)	Electrometría	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Proteína (total N x 6.38 en extracto seco)	Norma FIL 92:1979 (confirmada 1986) ISO 5549:1978 (confirmada 1993)	Titulometría, digestión Kjeldahl	IV
Productos a base de caseína alimentaria	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Productos a base de caseína alimentaria	Sedimento (partículas quemadas)	Norma FIL 107A:1995 ISO 5739:1983 FIL 107 / ISO 5739:2002	Comparación visual con discos estándar, tras filtración	IV
Leches evaporadas	Grasa de la leche	Norma FIL 13C: 1987 ISO 1737:1985	Gravimetría (Röse Gottlieb)	I
Leches evaporadas	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Leches evaporadas	Sólidos	Norma FIL 21B:1987 ISO 6731:1989	Gravimetría (con secado a 102°C)	I
Leches en polvo y cremas en polvo	Grasa de la leche	Norma FIL 9C: 1987 ISO 1736:1985	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I

Leche y Productos Lácteos

Leches en polvo y cremas en polvo	Proteína (extracto seco magro de la leche)	Norma FIL 20B:1993 FIL 20-1 / ISO 8968-1:2001	Titulometría, digestión Kjeldahl	I
Leches en polvo y cremas en polvo	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Leches en polvo y cremas en polvo	Partículas quemadas	Norma FIL 107A:1995 ISO 5739:1983 FIL 107 / ISO 5739:2002	Comparación visual con discos estándar, tras filtración	IV
Leches en polvo y cremas en polvo	Solubilidad	Norma FIL 129A:1988 ISO 8156:1987 FIL 129 / ISO 8156:2005	Centrifugación	I
Leches en polvo y cremas en polvo	Acidez titulable	Norma FIL 86:1981 ISO 6091:1980	Titulometría, titulación a pH 8.4	I
Leches en polvo y cremas en polvo	Agua	Norma FIL 26A:1993 FIL 26 / ISO 5537:2004²	Gravimetría, (con secado a 102°C)	IV
Productos a base de grasa de la leche	Antioxidantes (fenólicos)	Norma FIL 165:1993	Cromatografía líquida con gradiente en fase inversa	II
Productos a base de grasa de la leche	Ácidos grasos libres (expresados como ácido oleico)	Norma FIL 6B:1989 ISO 1740:1991 (confirmed 1996) FIL 6 / ISO 1740:2004	Titulometría	I
Productos a base de grasa de la leche	Grasa de la leche	Norma FIL 24:1964	Gravimetría (cálculo del contenido de extracto seco magro y del contenido de agua)	IV
Productos a base de grasa de la leche	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Productos a base de grasa de la leche	Grasa vegetal (esteroles)	Norma FIL 54:1979 ISO 3594:1976 (confirmed 1996)	Cromatografía Gas líquido	II
Productos a base de grasa de la leche	Grasa vegetal	Norma FIL 32:1965 ISO 3595:1976 (confirmada 1996)	Ensayo de acetato de fitosterilo	III
Productos a base de grasa de la leche	Agua	Norma FIL 23A:1988 FIL 23 / ISO 5536:2002	Titulometría (Karl Fischer)	II
Productos en base a queso fundido	Ácido Cítrico	Norma FIL 34C:1992 FIL RM 34 / ISO TS 2963:2005	Método enzimático	II
Productos en base a queso fundido	Ácido Cítrico	ISO 2963:1997	Fotometría	III
Productos en base a queso fundido	Grasa de la leche	Norma FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 FIL 5 / ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski- Ratzlaff)	I
Productos en base a queso fundido	Fosfato añadido (expresado en fósforo)	Norma FIL 51B:1991	Cálculo	IV
Productos en base a queso fundido	Fósforo	Norma FIL 33C: 1987 ISO 2962:1984 (confirmada 1994)	Espectrofotometría (molibdatoácido ascórbico)	II
Productos en base a queso fundido	Sal	Norma FIL 88A:1979 ISO 5943:1988 (confirmed 1996) FIL 88 / ISO 5943:2004	Potenciometría (determinación de cloruro, expresado como cloruro de sodio)	II
Leche condensada	Grasa de la leche	Norma FIL 13C: 1987 ISO 1737:1985	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I

² el método de reemplazo ha sido sólo validado para las leches en polvo, no para las cremas en polvo

Leche y Productos Lácteos

Leches condensadas	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Queso de suero	Extracto seco	Norma FIL 58:1970 (confirmada 1993) ISO 2920:1974 (confirmada 1996) FIL 58 / ISO 2920:2004	Gravimetría (con secado a 88±2°C)	IV
Queso de suero	Grasa de la leche (en extracto seco)	Norma FIL 59A:1986 ISO 1854:1987	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Queso de suero	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Queso de suero	Cenizas	Norma FIL 90:1979 (confirmada 1986) ISO 5545:1978	Horno, 825°C	IV
Queso de suero	Cobre	Norma FIL 76A:1980 ISO 5738:1980 (confirmada 1995) FIL 76 / ISO 5738:2004	Fotometría (dietilditiocarbamato)	III
Sueros en polvo	Grasa de la leche	Norma FIL 9C:1987 ISO 1736:1985	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	I
Sueros en polvo	Humedad "libre"	Norma FIL 58:1970 (confirmada 1993) ISO 2920:1974 (confirmada 1996) FIL 58 / ISO 2920:2004	Gravimetría (con secado a 88±2°C)	IV
Sueros en polvo	Proteína (total N x 6.38)	Norma FIL 92:1979 (confirmada 1986) ISO 5549:1978 (confirmada 1978)	Titulometría, digestión Kjeldahl	IV
Sueros en polvo	Muestreo	Norma FIL 113A:1990 ISO 5538:1987 (confirmada 1992) FIL 113 / ISO 5538:2004	Inspección por atributos	-
Sueros en polvo	Muestreo	Norma FIL 50C:1995 ISO 707:1997 FIL 50 / ISO 707:2005	Instrucciones generales para obtener una muestra de productos a granel	-
Productos del yogur	<i>Lactobacillus bulgaricus</i> y <i>Streptococcus thermophilus</i>	Norma FIL 117A:1988 FIL 117 / ISO 7889:2003	Recuento de colonia a 37°C	
Productos del yogur	<i>Lactobacillus bulgaricus</i> y <i>Streptococcus thermophilus</i>	Norma FIL 146:1991 FIL 146 / ISO 9232:2003	Prueba para identificación	
Productos del yogur	Sólidos totales	Norma FIL 151:1991 FIL 151 / ISO 13580:2005	Gravimetría (con secado a 102°C)	I

Parte II

Informe del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo con respecto a Los métodos de análisis requeridos en el Proyecto de Normas del Codex para la Leche y los Productos Lácteos que el CCMMP está elaborando en la actualidad

1 INTRODUCCIÓN

Durante la 6ª Reunión del Comité del Codex sobre la Leche y los Productos Lácteos, se solicitó al Grupo de Trabajo sobre Métodos de Análisis y Muestreo de FIL/ISO/AOAC que revisara los actuales métodos de análisis y muestreo requeridos en los Proyectos de Normas del Codex para la leche y los productos lácteos que el CCMMP está elaborando en la actualidad, en base a la información recibida. El Comité también acordó que se distribuyera el informe del Grupo de Trabajo FIL/ISO/AOAC sobre este tema y que se considerara durante su próxima Reunión.³

2 INFORME DEL GRUPO INTERNACIONAL DE TRABAJO FIL/ISO SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO

Tras la decisión de no continuar con la colaboración tripartita FIL/ISO/AOAC que se tomara en septiembre de 2005, el Grupo Internacional de Trabajo sobre Métodos de Análisis y Muestreo FIL/ISO ha preparado una lista de métodos de análisis y muestreo requeridos en los Proyectos de Normas del Codex para la leche y los productos lácteos que el CCMMP está elaborando en la actualidad en base a la información recibida. La lista se adjunta a este informe. También incluye observaciones de los expertos del Grupo de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo.

³ Codex ALINORM 04/27/11, párrafo 135 y 136

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
Mezcla de leche evaporada desnatada y grasa vegetal (en el Trámite 5)	Total de grasa	$\geq 7,5\%$ m/m	FIL 13C:1987 ISO 1737:1999	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 22 CCMAS
	Extracto seco magro* de la leche (ESML)	$\geq 17,5\%$ m/m	FIL 21B:1987 ISO 6731:1989 FIL 13C:1987 ISO 1737:1999	Cálculo del contenido total de extracto seco y del contenido de grasa. Gravimetría (Röse-Gottlieb)		I	E 22 CCMAS
	Proteína de la leche en el extracto seco magro de la leche* (ESML)	$\geq 34\%$ m/m en el ESML	FIL 20-parte 1 o 2:2001 ISO 8963-parte 1 o 2:2001	Titulometría (Kjeldahl)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 23 CCMAS
Mezcla de leche evaporada parcialmente desnatada y grasa vegetal (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Total de grasa	$\leq 7,5\%$ m/m $\geq 1\%$ m/m	FIL 13C:1987 ISO 1737: 1999	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 22 CCMAS
	ESML*	$\geq 19\%$ m/m	FIL 21B:1987 ISO 6731:1989 FIL 13C:1987 ISO1737:1999	Cálculo del contenido total de extracto seco y del contenido de grasa		I	E 22 CCMAS (para leche evaporada)

* El contenido total de extracto seco y de extracto seco magro de la leche incluye el agua de cristalización de la lactosa.

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
	Proteína de la leche en el ESML*	$\geq 34\%$ m/m en el ESML	FIL 20-1:2001 ISO 8963-1:2001	Titulometría (Kjeldahl)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 23 CCMAS
Mezcla de leche desnatada y grasa vegetal en polvo (en el Trámite 5)	Total de grasa	$\geq 26\%$ m/m	FIL 9C:1987 ISO1736:1999	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	
	Agua*	$\leq 5\%$ m/m	FIL 26:2004 ISO 5537:2004	Gravimetría, secado a 87°C	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación. Con respecto a la leche de suero en polvo y la leche desnatada en polvo, los resultados obtenidos con este método no fueron muy diferentes a los obtenidos usando FIL26A:1993	I	
	Proteína de la leche en el ESML*	$\geq 34\%$ m/m en el ESML	FIL 20-parte 1 o parte 2:2001 ISO 8961-parte 1 o parte 2:2001	Titulometría (Kjeldahl)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	

* Agua que no incluya el agua de cristalización de la lactosa (de hecho, para que diga contenido de humedad)

* El contenido total de extracto seco y de extracto seco magro de la leche incluye el agua de cristalización de la lactosa.

** El contenido de agua no incluye el agua de cristalización de la lactosa (de hecho, para que diga contenido de humedad)

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
Mezcla de leche en polvo parcialmente desnatada y grasa vegetal en polvo (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Total de grasa	$\leq 26\%$ m/m $\geq 1,5\%$ m/m	FIL 9C:1987 ISO 1736:1999	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	
	Agua**	$\leq 5\%$ m/m	FIL 26:2004 ISO 5537:2004	Gravimetría, secado a 87°C	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación. Con respecto a la leche de suero en polvo y la leche desnatada en polvo, los resultados obtenidos con este método no fueron muy diferentes a los obtenidos usando FIL26A:1993	I	
	Proteína de la leche en el ESML*	$\geq 34\%$ m/m en el ESML	FIL 20-part 1 or part 2:2001 ISO 8961-part 1 or part 2:2001	Titulometría (Kjeldahl)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	
Mezcla de leche condensada desnatada y grasa vegetal (en el Trámite 5)	Total de grasa	$\geq [7-8\%]$ m/m	FIL 13C:1987 ISO 1737:1999	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 22 CCMAS

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
	Extracto seco magro* de la leche (ESML)	$\geq 20\%$ m/m	FIL 21B:1987 ISO 6731:1989 FIL 13C:1987 ISO 1737:1999	Cálculo del contenido total de extracto seco y del contenido de grasa Gravimetría (Röse-Gottlieb)		I	E 22 CCMAS
	Proteína de la leche en el ESML*	$\geq 34\%$ m/m en el ESML	FIL 20-parte 1 o parte 2:2001 ISO 8963-parte 1 o parte 2:2001	Titulometría (Kjeldahl)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 23 CCMAS
Mezcla de leche condensada parcialmente desnatada y grasa vegetal (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Total de grasa $\leq 8\%$ m/m $\geq 1\%$ m/m	$\leq 8\%$ m/m $\geq 1\%$ m/m	FIL 13C:1987 ISO 1737: 1999	Gravimetría (Röse-Gottlieb)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 22 CCMAS
	ESML* $\geq 20\%$ m/m	$\geq 20\%$ m/m	FIL 21B:1987 ISO 6731:1989 FIL 13:1987 ISO1737:1999	Cálculo del contenido total de extracto seco y del contenido de grasa		I	E 22 CCMAS (para leche evaporada)
	Proteína de la leche en el ESML*	$\geq 34\%$ m/m en el ESML	FIL 20-parte 1 o parte 2:2001 ISO 8963-parte 1 o parte 2:2001	Titulometría (Kjeldahl)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 23 CCMAS

* El contenido total de extracto seco y de extracto seco magro de la leche incluye el agua de cristalización de la lactosa.

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
Cheddar (C-1) (se aplica, <i>mutatis mutandis</i> , al Danbo (C-3), Edam (C-4), Gouda (C-5), Havarti (C-6), Samsø (C-7), Emmental (C-9), Tilsiter (C-11), St Paulin (C-13), Provolone (C-15), Coulommiers (C-18), (Cheddar y Danbo en el Trámite 5, y los demás en el Trámite 4)	Grasa de le leche en extracto seco (GLES)	>= 22% m/m Nivel de referencia [48-60%] m/m Este requisito sólo se aplica al Cheddar. Los otros quesos mencionados tienen otros requisitos en ese sentido que, en ciertos casos, son más complejos.	FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzinski-Ratzlaff)	FIL 5:2004/ISO 1735:2004 mide el contenido de grasa y, cuando el extracto seco (ES) se mide utilizando FIL 4:2004/ISO 5534:2004, la GLES se calcula usando los valores obtenidos como se menciona anteriormente.	I	E 22 CCMAS
	Extracto seco según la GES	GES 22-30% m/m >=49% GES 30-40% m/m >=53% GES 40-48% m/m >=57% GES 48-60% m/m >=61% GES >60% m/m >=66%	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C		I	E 23 CCMAS
Emmental (C-9) solamente (queso listo para la venta) (En el Trámite 4)	Acido propiónico >=150mg/100g				No existe un método específico FIL/ISO para medir el ácido propiónico en el queso.		
Emmental (C-9) (en el Trámite 4)	Calcio >= 800mg/100g		FIL 154: 1992 ISO 8070:1987	Espectroscopia a llamas de absorción atómica	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se estima que la incineración en seco o una digestión por ácido también podría usarse para el queso. (Nota: la experiencia	III	

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
					sugiere que el método de la ceniza seca podría producir a veces cierta pérdida de minerales) FIL 154 es una norma anticuada y provisoria que será suprimida cuando se publique la norma FIL 119/ISO 8070. FIL 119/ISO 8070 fue remitida en 2004 a un estudio de validación interlaboratorio. Se ha ampliado el ámbito de aplicación a Ca y Mg y a “otros productos lácteos”. Las cifras de precisión fueron satisfactorias.		
Queso Cottage (C-16) (en el Trámite 4)	Grasa de la leche	$\geq 0\%$ m/m Nivel de referencia 4-5% m/m	FIL 124-3:2005 ISO 8262-3:2005 FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Weibull-Berntrop)	Use FIL 5 excepto cuando el contenido de lactosa es $>5\%$ de extracto seco magro, en cuyo caso se debe usar FIL 124-3:2005. El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	<i>? En proceso de publicación IS FIL 124-3 / ISO 8262-3 en 2005</i>
	Extracto seco sin grasa	$\geq 18\%$ m/m	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C	FIL 4:2004/ISO 5534:2004 mide el ES cuando se usa con FIL 5:2004/ISO 5534:2004 (o FIL 124-3:2005 según corresponda) el ESM puede obtenerse mediante el cálculo.	I	E 23 CCMAS

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
Coulommiers (C-18) (en el Trámite 4)	Grasa de la leche en extracto seco	40% nivel 40% a 50% =>40% pero < 50% Nivel de referencia 42% => 50% pero < 60% Nivel de referencia 46% =>60% Nivel de referencia 52%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	FIL 5:2004/ISO 1735:2004 mide el contenido de grasa y cuando el ES se mide con FIL 4:2004/ISO 5534:2004, el GES se calcula entonces con los valores obtenidos como se menciona anteriormente.	I	22 CCMAS
	Extracto seco	40% nivel de referencia 40% a 50%	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C		I	23 CCMAS
Queso crema (C-31) (en el Trámite 4)	Grasa de la leche en el extracto seco	25% Nivel de referencia 60-70%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	FIL 5:2004/ISO 1735:2004 mide el contenido de grasa y cuando el extracto seco se mide con FIL 4:2004/ISO 5534:2004, la GES se calcula entonces usando los valores obtenidos según se menciona anteriormente.	I	E 22 CCMAS
	Humedad del producto desgrasado	67% No se especifica nivel de referencia	FIL 4:2004 ISO 5534:2004 FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Cálculo del contenido de grasa y del contenido de humedad Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.		E 22 CCMAS E 23 CCMAS

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
	Extracto seco	22% limitado por MMFB. No se especifica nivel de referencia	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C	El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	E 23 CCMAS
Camembert (C-33) (en el Trámite 4)	Grasa de la leche en el extracto seco	Contenido mínimo 30% Nivel de referencia 45-55%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)		I	E 23 CCMAS
	Extracto seco	=>30% pero < 40% nivel de referencia 38% =>30% pero <45% nivel de referencia 41% =>45 pero <55% nivel de referencia 43% => 55% nivel de referencia 48%	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C		I	E 22 CCMAS
Brie (C-34) (en el Trámite 4)	Grasa de la leche en extracto seco	Contenido mínimo 40% Nivel de referencia 45-55%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)		I	
	Extracto seco	=>40% pero < 45% nivel de referencia 42% =>45% pero <55% nivel de referencia 43% =>55 pero <60% nivel de referencia 48%	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C		I	E 22 CCMAS

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
		=> 60% nivel de referencia 51%					
Mozzarella (en el Trámite 4)	Grasa de la leche en extracto seco - con alto contenido de humedad	Mínimo 20% nivel de referencia 40%-50%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004		El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	
	Grasa de la leche en extracto seco - con bajo contenido de humedad	Mínimo 18% nivel de referencia 40%-50%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004		El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	
	Extracto seco	=>18% pero <30% nivel de referencia con bajo contenido de humedad 34% =>20% pero <30% nivel de referencia con alto contenido de humedad 24% =>30% pero <40% nivel de referencia con bajo contenido de humedad 39% nivel de referencia con alto contenido de humedad 26% =>40% pero <50% nivel de referencia con bajo contenido de humedad 42%	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C		I	E 22 CCMAS

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
		<p>nivel de referencia con alto contenido de humedad 29%</p> <p>=> 45% pero <50% nivel de referencia con bajo contenido de humedad 45%</p> <p>nivel de referencia con alto contenido de humedad 31%</p> <p>=>50% pero < 60% nivel de referencia con bajo contenido de humedad 47%</p> <p>nivel de referencia con alto contenido de humedad 34%</p> <p>=>60% pero <85% nivel de referencia con bajo contenido de humedad 53%</p> <p>nivel de referencia con alto contenido de humedad 38%</p>					

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
Provolone (C-15) Mozzarella	Textura fibrosa con largas fibras de proteína entrelazadas y orientadas en paralelo	Elaboración Pasta filata			No hay método FIL/ISO disponible		
Quesos de suero (en el Trámite 5)	Total de grasa		FIL 59A:1986 ISO 1854:1999	Gravimetría (Röse Gottlieb)		I	E 22 CCMAS
Quesos de suero obtenidos por medio de concentración (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Total de grasa		FIL 59A:1986 ISO 1854:1999	Gravimetría (Röse Gottlieb)			
Quesos de suero obtenidos por medio de coagulación (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Total de grasa		FIL 5:2004 ISO 1735:2004				
Quesos de suero obtenidos por medio de concentración (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Extracto seco (total sólidos)		FIL 58:2004 ISO 2920:2004	Gravimetría, secado a 88 °C		I	E 23 CCMAS
Quesos de suero obtenidos por medio de coagulación (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Extracto seco (total sólidos)		FIL 4:2004 ISO 5534:2004		El ámbito del método no incluye este tipo de producto. No obstante, se espera que el método sea de aplicación.	I	

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
	La proporción de proteína de suero a caseína, deberá exceder la de la leche				No hay método FIL/ISO disponible		
Queso de suero (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Grasa en el extracto seco	Mínimo 10% y < 33%	FIL 59 A: 1986 ISO 1854: 1999 y FIL 58:2004 ISO 2920:2004	Cálculo del contenido de grasa y del contenido de extracto seco	Se aplica solamente al queso de suero obtenido por concentración		
Queso de suero cremoso (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Grasa en el extracto seco	Mínimo 33%	FIL 59 A: 1986 ISO 1854: 1999 y FIL 58:2004 ISO 2920:2004	Cálculo del contenido de grasa y del contenido de extracto seco	Se aplica solamente al queso de suero obtenido por concentración		
Queso de suero desnatado (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Grasa en el extracto seco	Inferior al 10%	FIL 59 A: 1986 ISO 1854: 1999 y FIL 58:2004 ISO 2920 :2004	Cálculo del contenido de grasa y del contenido de extracto seco	Se aplica solamente al queso de suero obtenido por concentración		
Queso fundido (Trámite 2, proyecto actual de la FIL, DG Líder)	Grasa de la leche en extracto seco	Máximo 75%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	FIL 5:2004/ISO 1735:2004 [o FIL 124-1/3:2005/ISO 8262-1/3:2005] mide el contenido de grasa. Cuando el ES se mide con FIL 4:2004/ISO 5534:2004, la GES puede obtenerse por cálculo.	I	E 22 CCMAS

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
	Extracto seco	=>30% pero <50% nivel de referencia 34% =>50% pero <75% nivel de referencia 50% <30% nivel de referencia 29%	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C	No se ha verificado la aplicación de este método para este tipo de producto.		E 23 CCMAS
Queso fundido denominado como "para untar" (forma parte de la norma mencionada anteriormente)	Grasa de la leche en extracto seco	Máximo 75%	FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimetría (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	Use FIL 5 excepto cuando el contenido de lactosa es >5% de extracto seco magro, en cuyo caso se debería usar FIL 124-3:2005	I	?
	Extracto seco	=>30% pero <50% nivel de referencia 30% =>50% pero <75% nivel de referencia 40% <30% nivel de referencia 25%	FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimetría, secado a 102°C	No se ha verificado la aplicación de este método para este tipo de producto.	I	E 23 CCMAS
Proteína		Declarar el contenido de proteína de la leche para que su omisión no induzca a error al consumidor	FIL/RM 25: 2005 ISO/TS 17837:2005	Método Kjeldahl	Este método mide el contenido total de proteínas y no determina en forma específica la proteína de la leche	I	
Productos Lácteos para untar (en el Trámite 3)	Grasa de la leche<)	< 80% (m/m) > = 10% (m/m)	FIL 194: 2003 ISO 17189:2003	Determinación directa del contenido de grasa usando extracción con disolventes		I	

Producto	Disposición	Requisito	Método	Principio	Observaciones	Tipo	Estado de tramitación
	Grasa de la leche (tres cuartos de grasa de mantequilla) (mantequilla semigrasa)	< = 62% (m/m) > = 60% (m/m) < = 41% (m/m) > = 39% (m/m)					
Disposiciones para las Bebidas de Leche Fermentada (en el Trámite 3)	Ingredientes lácteos	=>40%			No hay método FIL/ISO disponible		

Parte III

Informe del Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo con respecto a las Recomendaciones para planes de muestreo para productos lácteos en base a las Directrices Generales del Codex sobre Muestreo

1. INTRODUCCIÓN

1. Durante la 6ª Reunión del Comité del Codex sobre la Leche y los Productos Lácteos, se solicitó al Grupo de Trabajo FIL/ISO/AOAC sobre Métodos de Análisis y Muestreo de que preparara planes de muestreo para productos lácteos en base a las Directrices Generales sobre Muestreo, recientemente finalizadas por el CCMAS. El Comité también acordó que se distribuyera el informe del Grupo de Trabajo FIL/ISO/AOAC sobre este tema y que se considerara durante su próxima Reunión.⁴

2. INFORME RESUMIDO DEL GRUPO INTERNACIONAL DE TRABAJO FIL/ISO SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO

2. Tras la decisión de no continuar con la colaboración tripartita FIL/ISO/AOAC que se tomara en septiembre de 2005, el Grupo Internacional de Trabajo FIL/ISO sobre Métodos de Análisis y Muestreo se ha comprometido a examinar las cuestiones inherentes a la implementación de los planes de muestreo de las Directrices del Codex. La conclusión general de esta revisión es que existen varios asuntos que imposibilitan la aplicación inmediata de las Directrices del Codex a la evaluación de conformidad de los productos lácteos. Dichos asuntos incluyen una falta de definición del rigor requerido para los planes de muestreo, la aplicación de planes de muestreo para serie finita de productos a los productos a granel, y la presencia de errores significativos de medición relacionados con el análisis de muchos parámetros del Codex en los productos lácteos.

3. RECOMENDACIONES DEL GRUPO INTERNACIONAL DE TRABAJO FIL/ISO SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y MUESTREO

3. No se pudo identificar ningún plan de muestreo para uso general del CCMMP debido principalmente a la presencia de errores de medición. Se recomienda remitir a un grupo de expertos en estadísticas el tema de los planes de muestreo y los errores significativos de medición, a fin de que se pueda encontrar una solución.

4. Si el CCMMP desea aplicar planes de muestreo a corto plazo, existen varias opciones disponibles, según se elabora en la revisión. No obstante, dichas opciones tienen deficiencias, especialmente con respecto a su validez o rigor. A menos que se pueda compensar el efecto del error significativo de medición, existe la posibilidad de disminuir seriamente el rigor de los planes de muestreo, y se debería informar al usuario con respecto a dichos riesgos antes de utilizar algunas de las opciones.

5. Las posibles opciones que se plantean en la revisión son:

- Ignorar los errores de medición y utilizar los planes de muestreo que aparecen en las Directrices del Codex
- utilizar los métodos que aparecen en la recientemente elaborada Norma ISO 22110/FIL207, para llevar a cabo una verificación de que las evaluaciones [nominales] realizadas por el proveedor y el consumidor son coherentes, considerando los errores de medición conocidos. La desventaja de esta opción es que requiere cooperación entre el proveedor y el consumidor, y que el resultado no es concluyente en caso de desacuerdo, sin que exista mecanismo alguno para determinar cuál de las partes tiene más razón.
- Utilizar métodos basados en consideraciones referentes a la incertidumbre de la medición. Dichos métodos se aplican mayormente utilizando evaluaciones de una muestra única pero, aunque que se pueden considerar válidos, no tienen la suficiente exactitud como para detectar nada que no sea grandes cantidades de producto que no cumple con las especificaciones.

⁴ Codex ALINORM 04/27/11, párrafo 135 y 136

- Utilizar métodos basados en EC2535/2001. La principal desventaja de este método es que se basa en estimaciones a largo plazo de desviaciones normales del proceso proporcionadas por el productor y calculadas en la suposición de que los procesos son estables.

La adopción de alguna de estas opciones debería considerarse sólo como una medida temporaria, mientras se busca un enfoque que tenga mayor validez y plantee riesgos aceptables sobre decisiones incorrectas referentes a la conformidad.

6. Si no es posible hallar planes de muestreo para alcanzar la conformidad con los niveles deseados de rigor, el CCMMP debería considerar lo siguiente:

- Relajar el rigor referente a las normas para productos a fin de lograr que el rigor deseado con los métodos de análisis y planes de muestreo disponibles.
- Redefinir las normas existentes en términos de parámetros que cumplan con el ámbito de las Directrices del Codex.
- Eliminación total de dichas normas.

7. El CCMMP debería convenir una reunión para tomar una decisión con respecto al rigor apropiado para las evaluaciones de conformidad con relación a las normas para los productos lácteos.

8. Se requiere realizar una labor ulterior para abordar la cuestión de la aplicación de las Directrices del Codex a lotes que consistan de una serie continua de productos. Por ejemplo, se podría seleccionar planes de muestreo en base a tamaños típicos del lote para el producto en cuestión.

9. Los motivos de dichas conclusiones se resumen más abajo y se analizan en más detalle en un estudio técnico adjunto.

3.1 TAMAÑO DE LA MUESTRA O TAMAÑO DEL LOTE

10. Tradicionalmente, los planes de muestreo, incluidos los que aparecen en las Directrices del Codex han supuesto que los lotes consisten de unidades individuales. Sin embargo, dicha limitación es innecesaria. Los planes de muestreo para la inspección por atributos e inspección por variables se aplican igualmente a la serie continua de producto (productos a granel).

11. Los programas de muestreo publicados también tienen planes de muestreo elegidos de acuerdo al tamaño del lote inspeccionado. Las personas que formulan dichos programas han aumentado el tamaño de la muestra en relación con el tamaño del lote en forma deliberada pero arbitraria, a efectos de reducir la posibilidad de tomar una decisión incorrecta en los lotes de mayor tamaño, en los que el costo de una decisión incorrecta es mayor. Sin embargo, la selección de un plan de muestreo en términos de tamaño del lote, con aumento del tamaño de la muestra en relación al tamaño del lote, generalmente no es adecuada para los productos lácteos, ya que el tamaño de los lotes, en términos de las cantidades de envases que contienen, se determina por el uso final del producto y no necesariamente por la cantidad del producto en el lote en sí.

12. Por cierto que las Directrices del Codex contienen planes de muestreo para productos a granel, basados en ISO/FDIS 10725 y de ISO11648-1. No obstante, dichos planes se utilizan para evaluar la conformidad con el nivel *promedio* de un atributo a un valor especificado. Aunque ello es importante en muchos acuerdos contractuales, dichos planes de muestreo generalmente no son adecuados a los fines del Codex, en los que se requiere la conformidad con un límite más bajo o más alto de especificación.

3.2 RIGOR

13. En la actualidad, la mayoría de las normas del Codex sólo especifican límites, sin proporcionar información sobre cómo se debe evaluar el producto para cumplir con dichos límites, o el rigor requerido en dichas evaluaciones. Por ese motivo han surgido una cantidad de interpretaciones y procedimientos ad hoc con lo cual se corre el riesgo de que no haya coherencia en las evaluaciones de un mismo producto, o que se exponga al consumidor o productores a riesgos innecesarios.

14. Se esperaba superar dicha situación con la elaboración de las Directrices del Codex, ya que las mismas proporcionarían una plantilla para la selección de planes de muestreo a utilizarse juntamente con las normas del Codex.

15. A efectos de seleccionar un plan de muestreo para una aplicación determinada, los Comités de Productos deben primeramente tomar una decisión con respecto al rigor requerido de dicho plan, es decir, los riesgos inherentes en aceptar un producto de poca calidad o de rechazar a producto de calidad aceptable. Es necesario que los Comités de Productos, incluido el CCMMP, tomen decisiones referentes a las normativas para determinar el nivel aceptable de riesgo antes de aplicar un plan oficial de muestreo.

3.3 ERROR DE MEDICIÓN

16. En términos generales, a menos que se tengan en cuenta consideraciones específicas, el uso de un método impreciso de análisis aumentará el riesgo de rechazar un producto de calidad aceptable o de aceptar un producto de baja calidad. Las Directrices del Codex se aplican sólo cuando el error de medición es inferior al 30% de la variación total. No obstante, resulta evidente de la revisión limitada de los datos, que muchos métodos utilizados para examinar los parámetros del Codex en los productos lácteos no satisfacen dicho requisito. Aunque se han sugerido una serie de soluciones para resolver dicho problema, pareciera que no existe ninguna metodología estadística general en la literatura, de existir un error de prueba significativo entre laboratorios, que proporcione un rigor prescrito.

17. Las cuestiones referentes al rigor y al uso de planes de muestreo para los lotes que no consistan de unidades individuales podrían resolverse en forma relativamente fácil, por ejemplo, por medio de decisiones normativas y utilizando tamaños nominales de lote respectivamente. No obstante, pareciera que no hay planes generales de muestro que controlen los riesgos en forma satisfactoria cuando hay errores de medición significativos entre laboratorios.

Anexo 1**ESTUDIO TÉCNICO****Introducción**

En el presente anexo se analizan las Directrices sobre Muestreo de CCMAS y se identifican cuestiones relacionadas con la implementación de los planes de muestreo contenidos en dichas directrices. La conclusión general es que las Directrices del Codex no pueden aplicarse en forma inmediata a la evaluación de la conformidad de los productos lácteos. Ello se debe principalmente a los errores significativos de medición entre laboratorios para muchos de los parámetros del Codex evaluados en los productos lácteos, con lo cual parecería difícil utilizar las Directrices del Codex. Lo que es más, de formular un plan de muestreo para controlar los riesgos a niveles prescritos, no parecería haber una manera simple de resolver dicho problema, debido a errores significativos de medición.

Definiciones

Las siguientes definiciones son útiles en el contexto de las deliberaciones sobre planes de muestreo.

Muestra (ISO3534-1977; 3.2)

Uno o más elementos de una población [lote] y que tiene por objeto ofrecer información sobre la población y posiblemente servir de base para adoptar una decisión relativa a la población o el proceso que la haya generado.

Plan de Muestreo (ISO3534-1977; 4.30)

Un plan que permite tomar una o más muestras para obtener información y posiblemente llegar a una decisión [con respecto al lote o al proceso que lo haya generado]

Plan de Muestreo para la Aceptación (ISO3534-1977; 4.37)

Un plan de muestreo destinado a determinar la aceptación o el rechazo de un lote.

Éste es el tipo de plan de muestreo al que se hace referencia en el Manual de Procedimiento del Codex. Se destaca que estos planes de muestreo especifican no sólo la cantidad de muestras a tomarse y posiblemente la forma de hacerlo, sino también los criterios para la aceptación del lote, en base a los resultados obtenidos de las pruebas de las muestras.

Curva Característica Operativa para un plan de muestreo (ISO3534-1977: 4.44)

Respecto de un determinado plan de muestreo, una curva que describe la probabilidad de aceptación de un lote en función de su calidad efectiva.

Riesgo del Productor (ISO3534-1977:4.45)

*Un punto en la curva característica operativa que corresponde a una probabilidad de rechazo por lo general previsible y baja. Esta probabilidad de rechazo se llama **riesgo del productor**.*

Riesgo del Consumidor (ISO3534-1977: 4.46)

*Un punto en la curva característica operativa que corresponde a una probabilidad de aceptación por lo general previsible y baja. Esta probabilidad se llama **riesgo del consumidor** y la calidad del lote correspondiente se llama **calidad límite (CL)**.*

Nivel de Calidad Aceptable (ISO3534-1977: 4.51) (NCA)

Un nivel de calidad que en un plan de muestreo correspondiente a una probabilidad especificada pero relativamente alta de aceptación.

Inspección por Atributos

Un método que consiste en tomar nota de la presencia o ausencia de ciertas características cualitativas (atributos) de cada elemento de una población o de una muestra tomada de dicha población, e incluye el recuento de los elementos que poseen dicha característica o carecen de ella.

Inspección por Variables

Un método que consiste en medir una característica cuantitativa de cada uno de los elementos de una población o de una muestra tomada de dicha población.

Directrices del Codex sobre Muestreo

Las Directrices del Codex sobre Muestreo recopilan material de varias normas ISO y otras normas con respecto a la evaluación de la conformidad de productos a límites especificados. Las directrices tratan del control del nivel promedio y del porcentaje no conforme, aunque esta última situación es más común en el contexto del CCMMP.

Las Directrices del Codex sobre Muestreo tienen como objetivo proporcionar un catálogo relativamente sucinto y accesible de planes de muestreo a ser utilizados en el contexto de las Normas para Producto del Codex a fin de evaluar la conformidad de productos con dichas normas.

Por cierto, el Manual de Procedimiento del Codex establece lo siguiente:

Los métodos de muestreo del Codex tienen por objeto garantizar la aplicación de procedimientos de muestreo objetivo y válido para verificar la conformidad de un alimento con una determinada norma del Codex para Productos

El Comité de Producto del Codex correspondiente debería indicar:

1. *La base sobre la que se fundan los criterios que figuran en las normas del Codex para Productos,*
 - *cada elemento de un lote⁵*
 - *o una elevada proporción especificada deberá satisfacer las disposiciones de la norma*
 - *o si es la media de un grupo de muestras de un lote la que debe ajustarse a la norma y, en tal caso, si se ha de establecer una tolerancia mínima o máxima, según proceda.*
2. *El protocolo de muestreo puede incluir la siguiente información:*
 - *Los criterios estadísticos aplicables para la aceptación o el rechazo del lote, tomando como base la muestra*
 - *El procedimiento que ha de seguirse en caso de desacuerdo*

Las directrices también contienen una cierta cantidad de material explicativo referente a la teoría estadística de base y a la implementación de planes de muestreo.

El por qué de los Métodos Estadísticos de Muestreo

Todo plan de inspección de producto tiene como objetivo principal garantizar la calidad requerida por el consumidor, teniendo en cuenta que los recursos económicos no son ilimitados, y que el costo del producto debe reflejar el costo de inspección, como así también el costo de producción.

⁵ En principio, dicho resultado no se puede lograr por métodos de muestreo, ya que no todos los artículos de un lote se inspeccionan. Se supone que ello podría referirse a "cada artículo de la muestra", es decir a planes de muestreo de atributos con nivel de aceptación cero.

No obstante, hay variación en los procesos de fabricación y métodos de análisis - dos muestras tomadas de la misma tanda en el mismo proceso de fabricación, generalmente tienen distintas "composiciones" químicas o microbiológicas, y las mediciones repetidas de la misma muestra inevitablemente varían. Como consecuencia, hay una incertidumbre inherente relacionada con toda decisión tomada en base al muestreo y análisis del producto, con lo cual se corre el riesgo de tomar decisiones incorrectas con respecto a la conformidad del producto con las especificaciones. Como resultado de dicha incertidumbre, no es posible que los métodos de muestreo proporcionen una garantía del 100% de que todos los productos de un lote cumplen con una especificación - siempre debe haber algún riesgo.

No obstante, aun reconociendo los riesgos, es posible a menudo formular planes de muestreo utilizando métodos estadísticos que tomen en consideración errores de muestreo y medición, a fin de aceptar o rechazar un producto que no tenga más que un nivel prescrito de riesgo considerado apropiado para la situación.

Ello supone que, a menos que se empleen principios estadísticos en la formulación de los planes de muestreo, los usuarios de dichos planes pueden quedar vulnerables a altos riesgos no calculados y posiblemente injustificados.

Atributos o Variables

Básicamente, existen dos tipos de planes de muestreo - inspección por atributos, en la que los resultados medidos se consideran en base a aceptación/rechazo, presencia/ausencia o bases similares, e inspección por variables, en la que se toma una decisión según el valor de alguna estadística, normalmente calculada en base a la muestra media y desviación normal de los datos de análisis. El presente documento se ocupa únicamente de esta última situación, que se considera la más apropiada para la evaluación de la conformidad de parámetros de composición. Mientras algunas normas del Codex ya incluyen detalles de planes de muestreo basados en la inspección por atributos, dicho tipo de plan de muestreo es también susceptible a errores de medición, y no puede aplicarse en forma universal.

Cuestiones

Existen varios motivos técnicos y prácticos que pueden impedir la aplicación inmediata de las Directrices del Codex sobre Muestreo a los productos lácteos. Dichos temas se analizan más abajo. Se ofrecen algunas soluciones pero en otros casos se necesitará ulterior investigación antes de que se pueda proponer una solución satisfactoria.

En este estudio el término *productor* se utiliza para hacer referencia al productor mismo o a toda organización que lo represente o actúe en nombre del productor, y, en forma similar, el término *consumidor* se utiliza para hacer referencia al consumidor o a toda organización que actúa en nombre del consumidor, incluidas las organizaciones reglamentarias.

Rigor

En la actualidad, la mayoría de las normas del Codex sólo especifican límites, sin proporcionar información sobre cómo se debe evaluar el producto para cumplir con dichos límites, o el rigor requerido en dichas evaluaciones. Por ese motivo han surgido una cantidad de interpretaciones y procedimientos ad hoc con lo cual se corre el riesgo de que no haya coherencia en las evaluaciones de un mismo producto, o que se exponga al consumidor o productores a riesgos innecesarios.

Se esperaba superar dicha situación con la elaboración de las Directrices del Codex, ya que las mismas proporcionarían una plantilla para la selección de planes de muestreo a utilizarse juntamente con las normas del Codex.

A efectos de seleccionar un plan de muestreo para una aplicación determinada, los Comités de Productos deben primeramente tomar una decisión con respecto al rigor requerido de dicho plan, es decir, los riesgos inherentes en aceptar un producto de poca calidad o de rechazar un producto de calidad aceptable. Dichos riesgos se especifican generalmente con dos parámetros, el Nivel Aceptable de Calidad (NCA) y la Calidad Límite (CL), respectivamente.

La mayoría de las normas publicadas y normas generales del Codex incluyen planes de muestreo clasificados de la siguiente manera:

- Tamaño de la Muestra
- Nivel de Inspección
- Nivel Aceptable de Calidad

Parecería improbable que los consumidores, al desear mantener las cosas simples, apliquen las reglas de cambio que aparecen en las Directrices del Codex sobre Muestreo y en las normas. Por cierto, dichas reglamentaciones parecen mucho más apropiadas para el control de la calidad con destino al mercado que puede ejercer un productor, y ocasiona una inspección más severa (es decir, más rigurosa) al comenzar el deterioro de la calidad, y una posible relajación de la misma, luego de un período continuo y prolongado de buena calidad.

En la práctica se especifica sólo un riesgo único, normalmente un Nivel de Calidad Aceptable, para la inspección de una serie continua de lotes provenientes un solo fabricante, o una Calidad Límite para la inspección de lotes aislados.

FIL113A y FIL136A proporcionan la orientación siguiente:

Un defecto importante generalmente hace que el producto no sea apto para el consumo, es decir, en el caso de los productos lácteos, no apto para la venta al consumidor. Un defecto importante causaría deterioro en el producto o no apto para la venta o procesamiento. Los ejemplos incluyen

- a) Defecto de composición, que afectaría en nivel de calidad;*
- b) Contaminación con sustancias inhibitorias*

Un defecto menor significa que no se cumple con una especificación, pero no significa que la unidad no es apta para uso y venta, ni causa su deterioro. Por ejemplo, una unidad cuya composición química o contenido neto yace fuera de una especificación límite pero cerca de ella

Los planes de muestreo para defectos mayores se seleccionarán de las tablas que aparecen en ISO3951 utilizando un NCA que no exceda el 6,5%.

Los planes de muestreo para defectos menores se seleccionarán de las tablas que aparecen en ISO3951 utilizando un NCA que no exceda el 10%.

ISO3951 establece que la elección de nivel de inspección y NCA se rige por una cantidad de factores, pero que es mayormente un balance entre el costo total de la inspección y las consecuencias de que existan elementos no conformes que pasen a ser utilizados.

FIL136A proporciona planes de muestreo para NCA con porcentajes de no conformidad del 1%, 1,5%, 2,5%, 4%, 6,5% y 10%.

ISO3951 proporciona planes de muestreo para NCA con porcentajes de no conformidad del 0,10%, 0,15%, 0,25%, 0,40%, 0,65%, 1%, 1,5%, 2,5%, 4%, 6,5% y 10%.

Las Directrices sobre Muestreo del Codex contienen planes de muestreo para NCA con porcentajes de no conformidad del 0,65%, 2,5% y 6,5%.

Tamaño de la Muestra o Tamaño del Lote

Tradicionalmente se han documentado planes de muestreo que suponen que los lotes están compuestos de unidades individuales. No obstante, esa limitación es innecesaria. Los planes de muestreo para la inspección por atributos e inspección por variables se aplican igualmente a la serie continua de productos.

Los programas de muestreo publicados también presentan planes de muestreo elegidos según el tamaño del lote inspeccionado. Las personas que formulan dichos programas han aumentado el tamaño de la muestra con relación al tamaño del lote deliberada pero arbitrariamente, a efectos de reducir la posibilidad de tomar una decisión incorrecta en los lotes de mayor tamaño, en los que el costo de una decisión incorrecta es mayor. No obstante, dicho enfoque no es estrictamente necesario ni es generalmente apto para los productos lácteos, ya que el tamaño del lote, en términos de la cantidad de envases que contiene, se determina por el uso final del producto y no por la cantidad del producto del lote en sí.

Productos a Granel

Por cierto que las Directrices del Codex contienen planes de muestreo para productos a granel, basados en ISO/FDIS 10725 y de ISO11648-1. No obstante, dichos planes se utilizan para evaluar la conformidad con el nivel *promedio* de un atributo a un valor especificado. Aunque ello es importante en muchos acuerdos contractuales, dichos planes de muestreo generalmente no son adecuados a los fines del Codex, en los que se requiere la conformidad con un límite más bajo o más alto de especificación.

Cuestiones para Productores

Se anticipa que los planes de muestreo aprobados por el CCMMP serán utilizados primariamente por las organizaciones reglamentarias que deseen evaluar la conformidad de los productos importados con relación al Codex y a otras normas. En todo caso, generalmente no es apropiado que los productores y los consumidores utilicen exactamente los mismos planes de muestreo para evaluar el mismo producto. El motivo es que en práctica, se desconoce la cantidad real de producto que no cumple con las especificaciones. Es posible que un lote sea aceptado a cualquier nivel de calidad. En la peor de los casos, un lote con un 50% de probabilidad de aceptación también tendrá un 50% de probabilidad de rechazo al ser inspeccionado nuevamente por un consumidor que utilice el mismo plan de muestreo.

Ello plantea las siguientes cuestiones:

- Los productores deben estar al tanto de los métodos que utilizan los consumidores para evaluar sus productos, incluido el rigor de dichas evaluaciones.
- Se deberán elaborar planes de muestreo adecuados para permitir que los productores controlen los riesgos en forma satisfactoria, o se deberá proporcionar orientación a los productores para permitirles formular sus propios planes de muestreo en forma adecuada.

Esta última cuestión se ha destacado en los proyectos del Procedimiento del Codex con Respecto a los Desacuerdos, ya que las reglamentaciones destinadas a solucionar desacuerdos incluyen consideraciones que normalmente no tomarían en cuenta la evaluación del producto por parte del productor, antes del embarque.

Error de Medición

En general, a menos que se permitan márgenes específicos, el uso de un método impreciso de análisis aumenta el riesgo de rechazar un producto de calidad aceptable y de aceptar un producto de baja calidad. La primera figura muestra que la variación adicional debida a error de tipo repetibilidad del método de prueba hace que la proporción de resultados que excede el límite de máximo de especificación parezca mayor que la cantidad de producto que excede el límite.

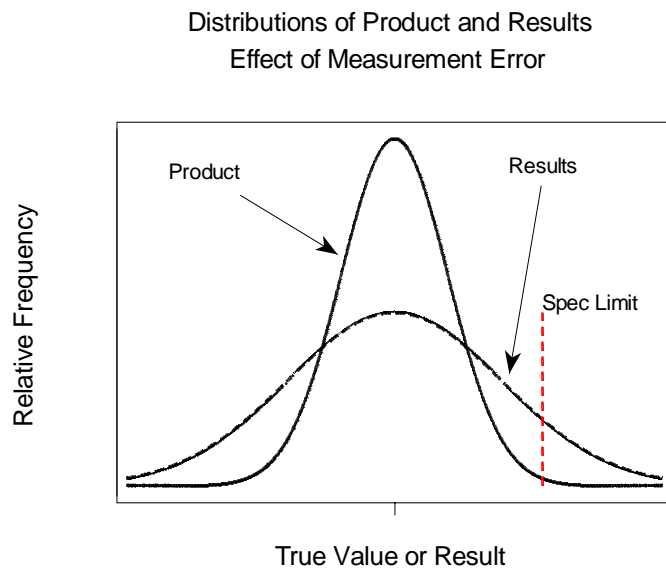
Distributions of Product and Results = Distribuciones de Producto y Resultados

Effect of Measurement Error = Efecto del Error de Medición

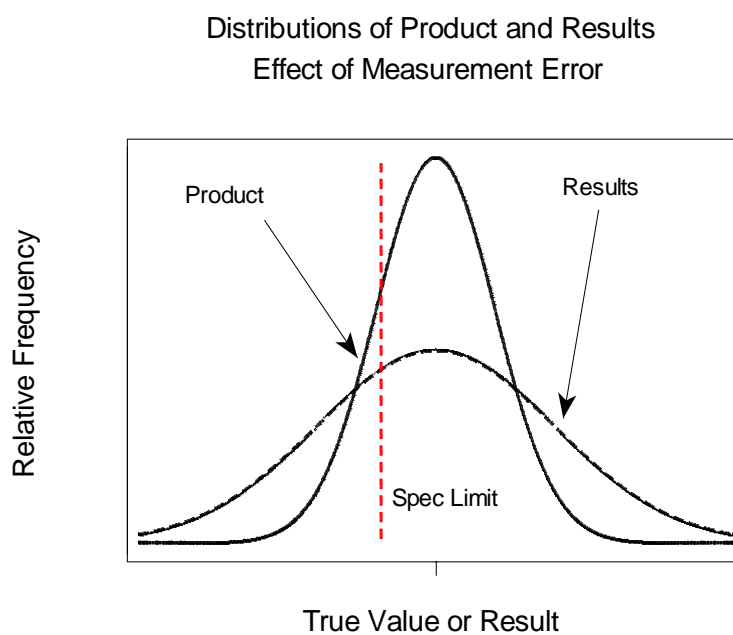
Relative Frequency = Frecuencia Relativa

True Value or Result = Valor o Resultado Reales

Spec limit = Límite de Especificación



La segunda figura muestra la situación opuesta, en la que el producto mayormente no cumple con las especificaciones con respecto al límite máximo, pero el error de medición hará que parezca que una mayor proporción de los resultados cumplen con las especificaciones de los que en realidad lo hacen.



En la mayoría de los casos, como la reproducibilidad de todo método de prueba es normalmente mucho más grande que su repetibilidad, el componente del error de prueba entre laboratorios será importante. Ello significa que el resultado de todo laboratorio estará naturalmente sesgado con respecto a los valores reales y en función de los resultados obtenidos por otro laboratorio.

Las Directrices sobre Muestreo del Codex son aplicables solamente cuando el error de medición es inferior al 30% de la variación total (medido con desviaciones normales). Notar este equivalente a la proporción entre la desviación normal del error de medición y la desviación normal del proceso no excede el 300%, aproximadamente.

Planes de muestreo en presencia de Error Significativo de Medición

Según se expresa anteriormente, las Directrices del Codex sobre Muestreo se aplican sólo cuando el error de medición es inferior al 30% de la variación total. No obstante, resulta evidente de la revisión limitada de los datos, que muchos métodos utilizados para examinar los parámetros del Codex en los productos lácteos no satisfacen dicho requisito. Aunque pareciera que no existe ninguna metodología estadística general en la literatura en caso de error significativo de prueba en el laboratorio, se han sugerido una serie de soluciones para resolver dicho problema:

- A. Ignorar los errores de medición y aceptar los riesgos más elevados que puedan hallarse presentes.
- B. Utilizar planes de muestreo que no acepten error de medición, pero que tengan niveles más altos de rigor que los requeridos para compensar los otros riesgos causados por el error de medición.
- C. Utilizar los métodos de la norma ISO/DIS 22110/FIL207, recientemente elaborada, para realizar una verificación de la coherencia de las evaluaciones del productor y del consumidor, en base a un rendimiento conocido de pruebas.
- D. Utilizar los métodos que aparecen en EC 2535/2001 elaborada originalmente para evaluar la conformidad del contenido de grasa en la mantequilla.
- E. Uso de evaluaciones de resultado único

Estas opciones se consideran en el apéndice y se llega a la conclusión de que, a menos que se puedan determinar los sesgos ocasionados por el error de prueba entre laboratorios, pareciera que no hay una manera simple de formular un plan válido de muestreo cuando el error de medición entre laboratorios no es insignificante, y mucho menos un plan que proporcione un rigor prescrito. No obstante, aun cuando los sesgos son conocidos, la presencia de otros sesgos debidos a variaciones en distintas tandas entre remesas de productos analizados en un laboratorio pueden ser suficientemente significativas como para ocasionar problemas.

Apéndice: Opciones para Planes de muestreo en Presencia de Error Significativo de Medición

El problema de la evaluación de la conformidad en presencia de error de medición ha sido estudiado ampliamente en el caso en que las medidas están contaminadas por una única fuente de error de análisis descritos por la variación del tipo repetibilidad.

No obstante, según se menciona anteriormente, muchos métodos de prueba utilizados en la evaluación de productos lácteos tienen un componente significativo de error de medición entre laboratorios, si se los compara con la variación del proceso, como así también error de repetibilidad. No parece haber ningún método publicado para la formulación de planes de muestreo, a efectos de controlar los riesgos del productor y/o consumidor a niveles prescritos, en dichas situaciones.

El parámetro σ_L .

El componente de error de medición entre laboratorios, descrito en el parámetro σ_L , ocasiona un sesgo aleatorio pero uniforme en cualquier laboratorio, lo que afecta todos los resultados de dicho laboratorio utilizando el método. σ_L es el componente entre laboratorios de la desviación normal de reproducibilidad σ_R . Las cantidades σ_L y σ_R se estiman normalmente como parte de estudios de validación.

No obstante, muchos estudios de validación que se basan en datos de una cantidad relativamente pequeña de laboratorios, pero aún con el mínimo usual de ocho laboratorios, las estimaciones de σ_L podrían ser bastante inciertas. En el peor de los casos, con ocho laboratorios, la incertidumbre (95% de intervalo de confianza) de la estimación de σ_L , relativa a su valor real, podría ser tan elevada como el $\pm 50\%$.⁶

Por supuesto, la variación de repetibilidad y reproducibilidad no son los únicos componentes de error de medición, también está la variación de tanda o remesa [de prueba], que ocasiona un sesgo constante en cada resultado de prueba de una remesa de muestras analizadas. Este tipo de error normalmente no se estima en estudios de validación, pero existe y puede tener un efecto material sobre las decisiones referentes a la conformidad.

Parecería que σ_L tiene una función vital en el rendimiento de todo plan de muestreo en presencia de error significativo de prueba entre laboratorios, ya sea que los riesgos estén controlados a niveles prescritos o no lo estén. Ello ocurre porque en planes de inspección por variables, cuando las decisiones se toman en base a funciones de desviaciones medias y normales, los términos que incluyen el proceso y las desviaciones normales de repetibilidad tienden a dividirse por la raíz cuadrada del número de muestras, mientras que los términos que incluyen σ_L no lo son. Ello plantea una importante cuestión, ya que un laboratorio debería asegurarse de que su rendimiento cumple con σ_L , antes de utilizar dicho valor en un criterio de aceptabilidad, cosa que un laboratorio no puede hacer en forma aislada sin considerar otros laboratorios.

La Regla del 30%

Los planes de muestreo de las directrices del Codex se consideraron aplicables siempre que el error de medición no excediera el 30% de la variación total. La regla se derivó considerando que la desviación normal de los resultados de pruebas sería sólo escasamente mayor que la desviación normal del proceso real cuando se aplica el 30%.

⁶ Basado en el resultado citado en Box, Hunter & Hunter, *Statistics for Experimenters*, Wiley 1978, de que el intervalo de confianza del 95%, expresado como porcentaje, para una desviación normal estimada s en términos de valor real σ es de $\pm 200/(\sqrt{2n})$ en donde n es la cantidad de 'grados de libertad'.

Propiedad de la Información

En la práctica, un *consumidor* no tiene acceso a la información referente a la variabilidad del proceso del fabricante, a menos que haya recibido grandes cantidades del producto en el pasado y las haya analizado considerablemente. Ello plantea la cuestión de cómo un *consumidor* puede determinar si la condición con respecto a la error de medición del error (30%) se ha satisfecho, para decidir si las directrices del Codex sobre muestreo tienen aplicabilidad.

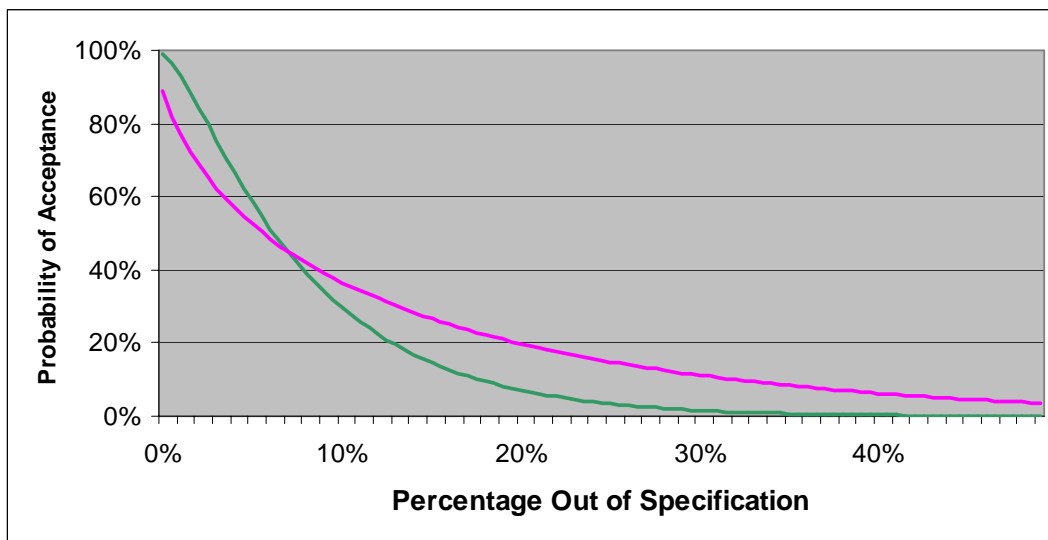
Una solución sería que los consumidores solicitaran información a los productores sobre las medidas de la variabilidad de sus procesos. Sin embargo, se corre el riesgo de que el consumidor desconfíe de la información suministrada por el productor, y se sienta obligado a verificar los datos e imponer límites que excedan los parámetros establecidos en una Norma de Producto del Codex. Ello podría aumentar el *Riesgo del Productor* exigiendo el cumplimiento de parámetros de proceso declarados, por ejemplo, como así también de límites legales. Otra consideración a tener en cuenta es que los productores pueden ser reacios a divulgar dicha información sobre sus procesos.

Evaluación de Opciones para Planes de Muestreo en Presencia de Error Significativo de Medición Opción A: Ignorar el Error de Medición

El siguiente gráfico muestra las curvas de Características Operativas para el plan de muestreo de inspección por variables basado en $n = 10$ muestras y en una constante de aceptabilidad de $k = 1,5$. La curva más pronunciada representa la curva CO cuando no existe error de medición, mientras que la curva menos pronunciada muestra el desempeño del mismo plan en presencia de error de medición. Se supone que la desviación normal del proceso $\sigma = 0,2$, y las desviaciones normales de repetibilidad y reproducibilidad $\sigma_r = 0,05$ y $\sigma_R = 0,15$ respectivamente ⁷.

Probability of Acceptance = Probabilidad de Aceptación

Percentage Out of Specification = Porcentaje que no cumple con la Especificación



⁷ Las Características Operativas de los planes de muestreo en presencia de error de medición se evaluaron utilizando los métodos descritos por Christie (2002).

Este gráfico muestra un aumento en los riesgos del productor y del consumidor ocasionados por el error de medición. Obviamente, se debería tomar una decisión, ya sea que dichos aumentos en los riesgos fueran aceptables o no, pero tales decisiones tendrían que hacerse caso por caso, considerando la variación del producto y los errores de medición en cada aplicación del plan de muestreo. Este enfoque no parece prestarse al uso de normas genéricas.

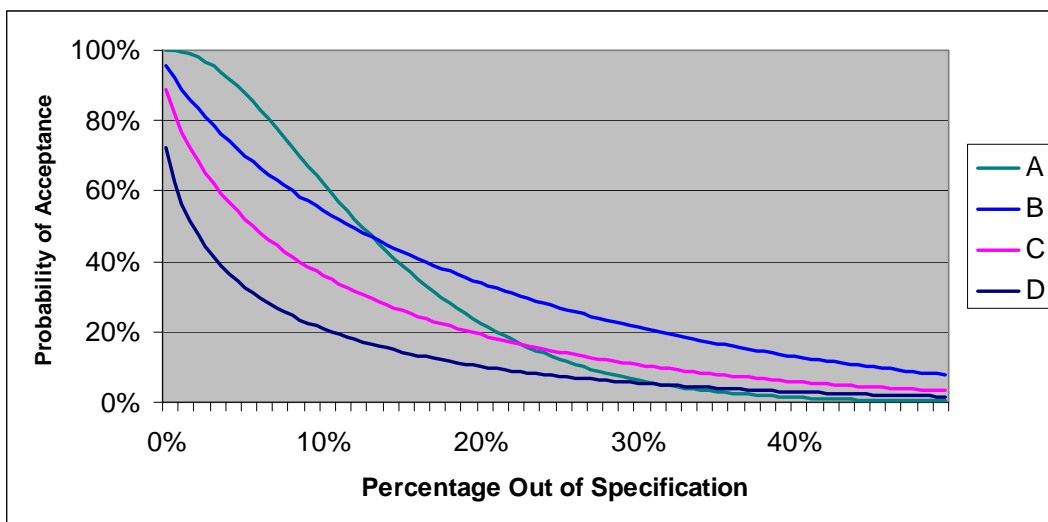
Opción B: Uso de un Mayor Rigor para Compensar el Error de Medición

Se consideró la opción de utilizar planes de muestreo con un mayor rigor para compensar los efectos del error de medición. El siguiente ejemplo, utilizando planes de muestreo de las Directrices del Codex sobre Muestreo (Tabla 17, p80), muestra que eso no funciona en este caso -hay un aumento en el riesgo del productor y en algunos casos en el riesgo del consumidor, pero los perfiles de riesgo no se parecen a los del plan de muestreo original sin errores.

La curva A muestra la curva CO para el plan de muestreo de inspección por variables (con desviación normal conocida) para $NCA = 6,5\%$, es decir, $n = 15$ y $k = 1,13$, cuando no hay error de medición. La curva B muestra la CO en la situación que se describe anteriormente, con el mismo error de medición.

Probability of Acceptance = Probabilidad de Aceptación

Percentage Out of Specification = Porcentaje que no cumple con la Especificación



Las curvas C y D son las curvas CO (en presencia de error de medición) para los planes más rigurosos que aparecen en la misma sección de la tabla en las Directrices del Codex sobre Muestreo, a saber $NCA = 2,5\%$ ($n = 11$, $k = 1,51$) y $CNA 0,65\%$ ($n = 8$, $k = 1,96$) respectivamente.

Ello demuestra que aumentar el rigor nominal de un plan de muestreo no parece ser un método satisfactorio para resolver el problema de medición, por lo menos en esta instancia. En el mejor de los casos, uno se enfrenta con los mismos casos descritos anteriormente, es decir, decidir caso por caso si el aumento en el riesgo del consumidor y el productor serían aceptables.

Opción C: Utilizar Métodos de EC2535/2001

La CE introdujo esta reglamentación para evaluar la conformidad del contenido de grasa en la mantequilla. Con arreglo a esta reglamentación, se consideraba que la mantequilla cumplía con un límite máximo de grasa, digamos U , siempre que:

$$\bar{x} \leq U - 1.645\sigma + 1.645\sqrt{\sigma_L^2 + \frac{\sigma^2}{n} + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

cuando

\bar{x} es el resultado de grasa promedio, determinado por n muestras.

σ es la 'desviación normal típica del proceso', declarada por el productor

σ_r es la desviación normal de repetibilidad del método de análisis para la grasa, estimado a partir de datos de validación

σ_R es la desviación normal de reproducibilidad del método de análisis para la grasa, estimado a partir de datos de validación

σ_L es el componente entre laboratorios de la desviación normal de reproducibilidad, que se calcula usando

$$\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2$$

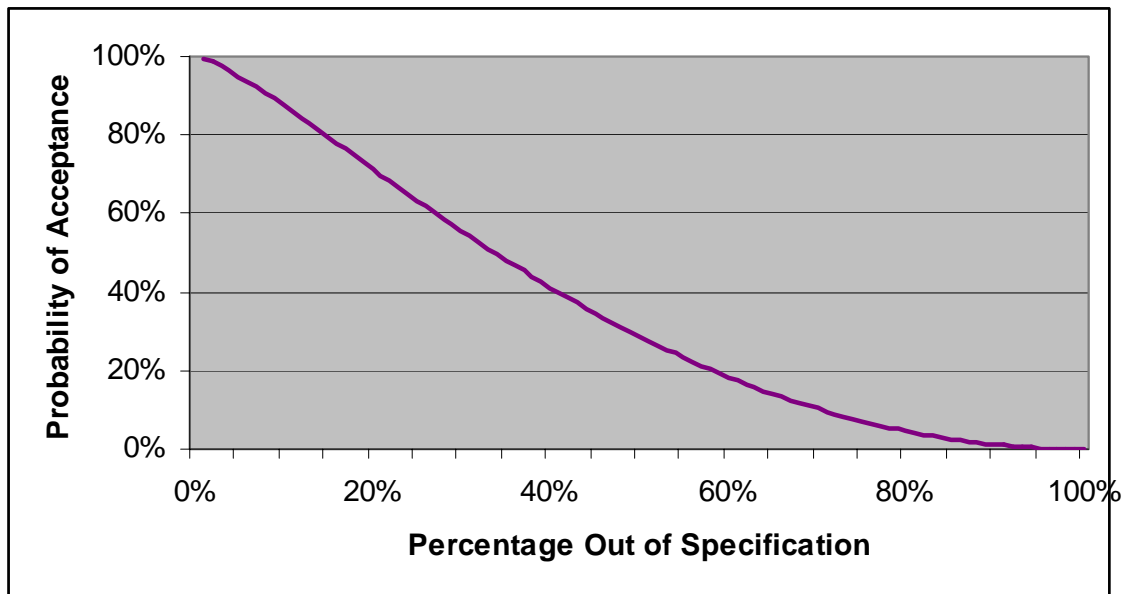
No obstante, este esquema parece tener algunas deficiencias:

- Depende de que el productor que suministre un valor para la desviación normal típica suministre un valor para el proceso de fabricación. Según se menciona anteriormente, se estima que, en muchos casos, los productores sean reacios a proporcionar tal información sobre sus procesos.
- Los lotes se verifican en función de su conformidad con esta desviación normal, según se describe en otras secciones de EC2535/2001, además de la evaluación de la conformidad con el límite máximo de grasa. Las medidas tomadas cuando no hay conformidad, para reemplazar a la desviación normal típica con la estimación de la muestra del lote, tienen la posibilidad de aumentar considerablemente el riesgo del productor [de rechazo injustificado].
- El esquema tiene un NCA del 5%. Hay un 5% de probabilidad de rechazo cuando el 5% del producto del lote no cumple con las especificaciones. Dicho nivel de calidad no es coherente con los de las Directrices del Codex sobre Muestreo, es decir 0,65%, 2,5% ó 6,5%. Asimismo, este NCA es sólo nominal ya que no se prevé margen para el sesgo ocasionado por el componente de error de medición entre laboratorios.

La siguiente CO muestra el rendimiento de este plan de muestreo, con las desviaciones típicas normales de error de medición y proceso de lo que ocurre con la grasa en la mantequilla, suponiendo que el sesgo ocasionado por el error entre laboratorios es cero.

Probability of Acceptance = Probabilidad de Aceptación

Percentage Out of Specification = Porcentaje que no cumple con la Especificación



Opción D: Utilizar métodos de ISO 22110/FIL 207

Esta norma, actualmente en proceso de finalización, reconoce la presencia de sesgo aleatorio debido a error de análisis entre laboratorios, y adopta un enfoque diferente. En lugar de proponer una evaluación del producto, esta norma propone una verificación, para controlar la coherencia de las evaluaciones independientes del producto efectuadas por el productor y el consumidor, considerando los errores de análisis conocidos. Las evaluaciones realizadas por el productor y consumidor se basan en las cantidades $\bar{x} \pm k \cdot s$, de manera de no permitir errores de análisis inter laboratorios o explícitamente errores intra laboratorios.

Aunque esta propuesta proporciona una manera de superar lo inextricable de establecer planes de muestreo que permitan errores significativos de medición entre laboratorios, parecería tener algunas desventajas:

- La aplicación del método requiere cooperación entre el consumidor y el productor. Puede ser que no haya cooperación, o que no sea conveniente organizarla.
- Las evaluaciones comparativas realizadas por el productor y el consumidor en este método son sólo nominales, ya que ignoran la presencia de error de medición.
- El resultado de la verificación no es concluyente en términos del estado del producto. Se concluye que las evaluaciones realizadas por las dos partes son coherentes o no lo son.
- No hay un mecanismo, estadístico o no, para una ulterior investigación, a efectos de determinar cuál de las partes tiene más razón.

Opción E: Uso de Evaluaciones de Resultado Único

Aunque no aparezca en las Directrices del Codex sobre Muestreo ni en ISO, el uso de evaluaciones de resultado único es cada vez más común hoy en día, especialmente como resultado de trabajos realizados con respecto a la medición de la incertidumbre.

En este enfoque, el producto se considera no conforme si el único resultado del análisis yace fuera del límite de la especificación por una cantidad mayor de la que se puede justificar razonablemente a causa de la incertidumbre de medición del método de prueba. A menudo, se hace referencia a esto como el enfoque de "fuera de duda razonable".

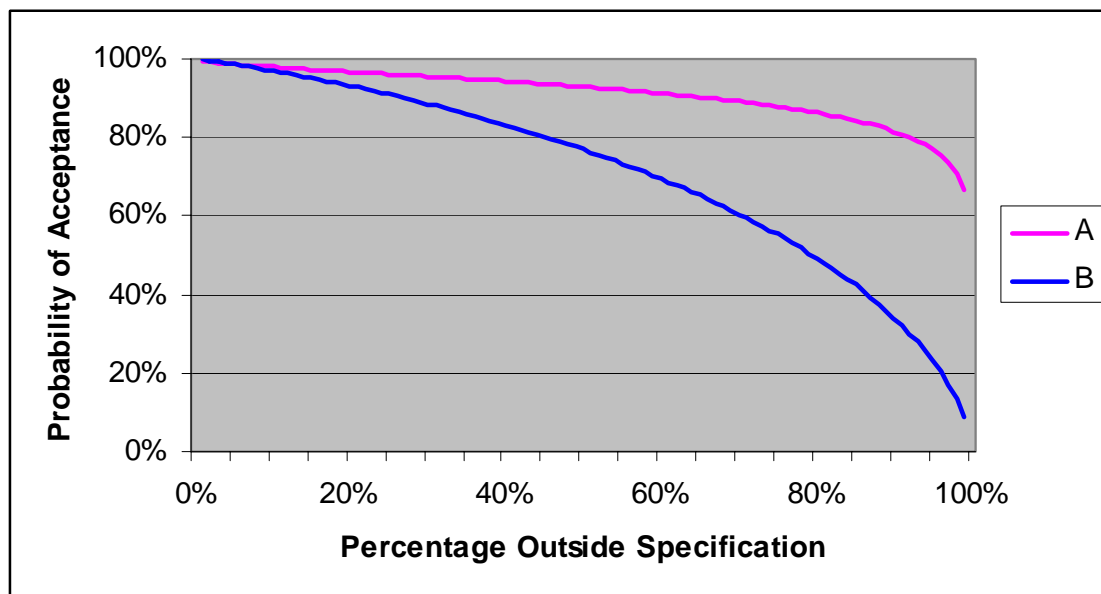
Sin embargo, hay varias cuestiones relacionadas con el rigor de las evaluaciones de muestra única, y su coherencia con las Directrices del Codex sobre Muestreo:

- A diferencia de los planes de muestreo de las Directrices del Codex sobre Muestreo, estos planes no han sido formulados para proporcionar un rigor prescrito - se debe hacer una verificación para asegurar que los planes tengan un rigor aceptable para el usuario.
- A diferencia de las Directrices del Codex sobre Muestreo, el usuario no tiene la opción del rigor—generalmente la incertidumbre [extendida] de medición se define con antelación.
- La incertidumbre de medición siempre se ha tomado en cuenta, de manera que estos esquemas no son coherentes con las Directrices del Codex sobre Muestreo, que estipulan que el error de medición se debe considerar sólo cuando es significativo.
- El error de muestreo se ignora aun cuando es significativo, pero en estos casos, teniendo en la incertidumbre de medición servirá como una consideración adicional para la conformidad del producto.

Las siguientes características operativas muestran el desempeño de un esquema de evaluación de muestra única:

Probability of Acceptance = Probabilidad de Aceptación

Percentage Out of Specification = Porcentaje que no cumple con la Especificación



La Curva A ilustra una situación con baja variación de producto, pero con alta variación de análisis, mientras que la Curva B muestra lo opuesto, una alta variación de producto pero baja variación de análisis.

Sin tener en cuenta si el error de medición es significativo o no, el plan de muestreo tiene una elevada posibilidad de aceptar un producto que contenga una alta proporción que no cumple con las especificaciones.

En principio, se podrían atenuar las cuestiones que plantea el rigor, estableciendo un límite al valor inferior al límite [superior] de la especificación, formulado para controlar el riesgo del consumidor. No obstante, ello ocasionaría un aumento al riesgo del productor y parecería tener desventajas, ya que:

- Cuando un producto de confianza se rechaza como no conforme, generalmente se considera que el consumidor tiene la responsabilidad de demostrar la no conformidad, en lugar de que el productor deba demostrar la conformidad del producto, y

- Como la elección de esquemas de muestreo, tamaños de muestras y métodos analíticos de prueba se hallan normalmente bajo el control del consumidor, las falencias de los mismos deberán pagarse en términos de riesgo del consumidor más que en riesgo del productor.

Estos dos principios son coherentes con el principio del Codex de utilizar procedimientos leales en las evaluaciones de alimentos.

Referencias

ISO/DIS 22110/FIL 207 Leche y productos lácteos —Muestreo —Inspección por variables en presencia de error de medición

ISO 10725:2000 (E) Procedimientos de aceptación de muestreo para la inspección de productos a granel.

ISO2859-1:1999 Procedimiento de Muestreo para la Inspección por Atributos – Parte 1: Programas de muestreo indexados por límite de calidad aceptable (LCA) para la inspección lote por lote.

ISO8197/FIL113A Inspección por Atributos en la Muestreo de la Leche y los Productos Lácteos

ISO8197/FIL136A Inspección por Variables en la Muestreo de la Leche y los Productos Lácteos

ISO3951:1989 (E) Procedimientos de Muestreo y tablas para la inspección por variables para porcentajes no conformes

ISO3534:1977 (E/F) Estadísticas – Vocabulario y Símbolos.

Christie, DS 2002 Pruebas de Equivalencia en la Clasificación Estadística. Tesis de Maestría No Publicada, Universidad de Waikato, NZ.

Jowett JH 2005 Documento de Trabajo sobre una Aplicación del Enfoque a los Criterios