



PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS
COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Cuadragésima cuarta reunión

Virtual

5-8 y 14 de mayo de 2025

DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE HUMEDAD EN SUERO EN POLVO

(Preparado por Nueva Zelanda con la asistencia de Australia, Brasil, la Unión Europea, Uruguay y la Federación Internacional de Lechería (FIL))

ANTECEDENTES

1. El CCMAS43 (2024) acordó que Australia, Brasil, la Unión Europea (UE), Nueva Zelanda, Uruguay y la Federación Internacional de Lechería (IDF) (en adelante, el grupo) deberían elaborar un documento de debate sobre la aplicación de la determinación de la humedad¹ para:
 - i. recopilar los datos completos, incluidos los valores atípicos, de los estudios sobre la determinación de la humedad en polvos de suero de leche según el método de 102 °C y los datos relacionados con la validación ISO 5537 | IDF 26, y compartirlos dentro del grupo;
 - ii. si es necesario, recopilar más datos de comparación sobre la determinación de la humedad en polvos de suero de leche según ambos métodos (método de 102 °C contenido en los *Métodos recomendados de análisis y muestreo* (CXS 234-1999) – Apéndice III, ISO 5537 | IDF 26), que se proporcionarán, y compartirlos dentro del grupo;
 - iii. evaluar, con base en estos datos, si el método de 102 °C podría clasificarse excepcionalmente como Tipo IV para la determinación de humedad en sueros en polvo, con la nota «Debido a la accesibilidad al equipo y la calibración del método ISO 5537 | IDF 26, el método descrito en el Apéndice III figura como Tipo IV»; y
 - iv. proporcionar una recomendación para que la considere el grupo de trabajo sobre aprobación antes de la CCMAS44 (2025).

RESUMEN

2. Nueva Zelanda lideró el proceso que involucró a representantes de Australia, Brasil, la UE, Uruguay y la FDI para llevar a cabo las acciones concebidas en el CCMAS43.
3. Nueva Zelanda desea agradecer a todos los representantes (y colegas expertos) por su concentración y disposición para asistir a las reuniones virtuales, brindar información técnica y, lo que es más importante, responder a todas las solicitudes de manera oportuna e informada y trabajar juntos de manera activa y positiva para garantizar un proceso sólido.
4. Los puntos clave e información adicional sobre cada propuesta se presentan en el Apéndice I, Tabla 1 y Tabla 2.

DEBATE

5. En mayo de 2024, Nueva Zelanda estableció el proceso previsto para la preparación del documento de debate sobre la determinación de la humedad en sueros en polvo (*Norma para sueros en polvo* (CXS 289-1995)): evaluación del método candidato Tipo IV. Nueva Zelanda desempeñó el papel de presidente en esta labor, facilitando el proceso y recopilando información. Al actuar como presidente, Nueva Zelanda se mantuvo neutral durante todo el proceso.
6. Este proceso incluyó lo siguiente:

¹ REP24/MAS, párrafos 17 y 20 (vi)

- Se compartieron datos sin procesar de pruebas con el método de 102 °C y/o el método ISO/IDF en suero en polvo.
 - Revisión/análisis cruzado. Cada parte podía hacer libremente su propia revisión/análisis involucrando a otras partes según fuera necesario y utilizando su propio método. El resumen ya estaba disponible para el método de 102 °C de los países de América Latina y el Caribe (ALC), y el método IDF/ISO de IDF/ISO. Una expectativa razonable era tener al menos una revisión de los datos de la IDF/ISO por parte de los países de ALC, y una revisión de los datos de ALC por parte de la IDF/ISO.
 - Se compartirán los resultados de cada participante y la revisión incluirá observaciones generales, análisis estadísticos de los datos y referencias al principio o método utilizado para evaluar los datos (como por ejemplo ISO 5725).
 - Los pasos siguientes se decidirían en función del resultado de los debates. Una introducción al grupo que establece el proceso previsto en la preparación del documento de debate sobre la determinación de la humedad en sueros en polvo (CXS 289 - 1995) – evaluación del método candidato tipo IV.*****
7. En junio de 2024, Nueva Zelanda compartió con el grupo los datos sin procesar de las pruebas realizadas con el método de 102 °C y/o la norma ISO 5537 | IDF 26 con sueros en polvo, proporcionados por Uruguay e IDF. El grupo realizó una revisión/análisis cruzado de estos datos y los comentarios de cada participante se compartieron con el grupo.
 8. En diciembre de 2024, Nueva Zelanda convocó una reunión virtual del grupo para discutir los datos proporcionados y los comentarios recibidos hasta la fecha.
 9. Los comentarios plantearon una serie de problemas técnicos como los siguientes:
 - No hubo información sobre la configuración del estudio. ¿Se llevó a cabo de conformidad con la norma ISO 5725?
 - No había información disponible sobre la estabilidad y homogeneidad de la muestra.
 - ¿Se realizó un análisis multiplicado en la misma muestra o se proporcionaron muestras multiplicadas del mismo suero en polvo a cada laboratorio?
 - No se compartieron detalles sobre el método de secado aplicado con cada participante.
 - No se hizo mención de posibles comentarios de los participantes.
 - Dado que el laboratorio 8 presentó un valor atípico de Grubbs y el laboratorio 4 presentó un valor atípico de Cochran, solo quedaron datos de 6 laboratorios para el cálculo de los parámetros de precisión.
 - Los datos de repetibilidad y reproducibilidad obtenidos difirieron de los presentados: $r = 0,25$ y $R = 0,72$ (versus $r = 0,195$ y $R = 1,233$, como se presenta en CX/MAS 23/42/3 Add.1).
 - Uno de los archivos de datos «idf_wmp 102c method.xlsx» fue reemplazado por «idf wmp 102 using AOAC template outliers removed.xlsx». Ambos archivos estaban a disposición del grupo para proporcionar trazabilidad sobre qué observaciones habían sido eliminadas como valores atípicos.
 - Además, Uruguay solicitó información adicional relacionada con el estudio de validación ISO 5537 | IDF 26. Querían comprender mejor el descarte como parte de su revisión del tratamiento estadístico de los datos de humedad según la norma ISO 5537 | IDF 26, es decir, el análisis de causas que condujo a la eliminación de los valores atípicos requeridos por la norma ISO 5725-2. Esta información fue proporcionada a Uruguay por la IDF e incluía la plantilla AOAC y la versión DIS de la ISO5725-2.
 - IDF también informó que la norma ISO 5725-2 normalmente trata sólo el caso especial de datos en duplicados ciegos ($n = 2$), pero una parte posterior de la norma ISO 5725 se expande a casos con $n > 2$, y que las pruebas de valores atípicos tienen por objeto indicar si una observación puede ser un valor atípico y entonces deberían ser el estadístico y el director del estudio quienes decidan si la eliminación proporciona mejores estimaciones de r y R que las que reflejan la realidad del uso rutinario.
 10. En febrero de 2025, Nueva Zelanda resumió las respuestas del grupo luego de la reunión de diciembre. Se envió al grupo un conjunto de antecedentes, opciones y preguntas basadas en estas opciones para su revisión antes de la próxima reunión en marzo de 2025, que se puede encontrar en el Apéndice II.
 11. En marzo de 2025, Nueva Zelanda convocó una reunión virtual del grupo para analizar las preguntas y los comentarios al respecto y considerar el contenido de un documento de debate para su consideración en la

CCMAS44. Los principales comentarios planteados en esta reunión se encuentran en el Apéndice III. Los participantes acordaron:

- que no hubo consenso;
- que ambas posiciones deberían presentarse al CCMAS; y
- exponer el proceso que se ha seguido, informar que no se ha llegado a un consenso y preparar un documento de debate con las dos opciones para presentar al grupo de trabajo sobre la aprobación que se reunirá antes del CCMAS44.

12. La secuencia de actividades del grupo se presenta en el Apéndice I, Tabla 3.

CONCLUSIÓN

13. No se llegó a un consenso y se presentaron dos propuestas para su consideración en la CCMAS44, dependiendo de la decisión de la CCMAS44 sobre si los datos proporcionados son adecuados para respaldar la aprobación. Las propuestas son las siguientes:

- **Propuesta 1:** los datos proporcionados respaldan la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo, y con notas explicativas sobre las condiciones de uso como notas a pie de página en CXS 234-1999.
- **Propuesta 2:** los datos proporcionados no respaldan la aprobación del método de 102 °C para sueros en polvo, y que se debe repetir el ensayo en varios laboratorios, junto con un estudio comparativo para estimar el sesgo en relación con el método ISO 5537 | IDF 26.

RECOMENDACIÓN

14. Se invita al CCMAS44 a:

- i. considerar las dos propuestas presentadas en el párrafo 13 con base en la información proporcionada en el Apéndice I, Tabla 1: Puntos clave de cada propuesta; y
- ii. decidir si los datos proporcionados son adecuados para respaldar la aprobación.

Tabla 1: Puntos clave de cada propuesta

Propuesta 1: Apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo	Propuesta 2: No apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo
<p>Tras la revisión de los datos completos, incluidos los valores atípicos, de los estudios sobre la determinación de la humedad en sueros en polvo según el método de 102 °C y los datos relacionados con la validación de la norma ISO 5537 IDF 26, se apoya que el método de 102 °C se incluya excepcionalmente como Tipo IV para la determinación de la humedad en sueros en polvo, con la nota «Debido a la accesibilidad al equipo y la calibración del método ISO 5537 IDF 26, el método descrito en el Apéndice III se incluye como Tipo IV» en 234</p> <p>Puntos clave:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Los países sudamericanos no solicitan equivalencia, todavía se utilizaría el método Tipo I para disputas, y el método Tipo IV se utilizaría en aplicaciones más rutinarias. • El uso del método de 102 °C como método tradicional es para fines nacionales y de control. En caso de disputa se utilizará el método ISO 5537 IDF 26 Tipo I. • La preocupación sobre el precedente potencial de los métodos coexistentes de Tipo I y Tipo IV: la aprobación como Tipo IV se solicita solo como un caso excepcional, teniendo en cuenta que esto ya se ha hecho para uno de los métodos de grasas y aceites. • Existen diferencias en el diseño experimental utilizado para la revisión de los métodos. • Ambos diseños tienen incertidumbres similares según la norma ISO 5725, por lo que son adecuados para el propósito. • Existen pocas diferencias en las pruebas estadísticas realizadas <ul style="list-style-type: none"> - Ambos métodos de procesamiento de datos cumplen con la norma ISO 5725 • Hay diferencias en los criterios de exclusión de valores atípicos; la exclusión de valores atípicos se basa en desviaciones estadísticas y físicas, especialmente cuando se trata de estudios de validación de métodos. 	<p>Tras la revisión de los datos completos, incluidos los valores atípicos, de los estudios sobre la determinación de la humedad en sueros en polvo según el método de 102 °C y los datos relacionados con la validación de la norma ISO 5537 IDF 26, no se apoya que el método de 102 °C se incluya como Tipo IV para la determinación de la humedad en sueros en polvo, con la nota «Debido a la accesibilidad al equipo y la calibración del método ISO 5537 IDF 26, el método descrito en el Apéndice III se incluye como Tipo IV» en 234</p> <p>Puntos clave:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Los datos actuales de los ensayos en varios laboratorios para el método de 102 °C son insuficientes para extraer conclusiones definitivas sobre su idoneidad para el propósito: <ul style="list-style-type: none"> - Los datos se han revisado siguiendo el protocolo AOAC, que es equivalente al IUPAC y al ISO5725. - Al analizar los datos sin eliminar los valores atípicos, se obtienen valores y estimaciones de precisión más deficientes que los de ISO5537 IDF 26. La eliminación de valores atípicos mejora la precisión, pero plantea dudas sobre el número de laboratorios, con la conclusión de que el estudio no es concluyente. • Se requiere una comparación con el método ISO5537 IDF 26 debido al sesgo potencial del método de 102 °C para sueros en polvo; el Manual de Procedimiento del Codex requiere la evaluación del sesgo (precisión). • El grupo encontró diferencias entre los datos del resumen del AWP basados en los datos brutos de Uruguay proporcionados al grupo y los datos resumidos del estudio colaborativo LAC 2022 informados previamente al CCMAS. El CCMAS44 debería considerar modificar los datos resumidos del estudio colaborativo LAC de 2022 presentados en CX/MAS 23/42/3 Add.1 y MAS43/CRD19.

Propuesta 1: Apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo	Propuesta 2: No apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo
<ul style="list-style-type: none"> No existen estudios comparativos de los dos métodos en sueros en polvo. 	<ul style="list-style-type: none"> En el Apéndice III se necesitan controles sobre el método de 102 °C, particularmente en lo que respecta al control de la humedad y el control de la temperatura. El método de 102 °C presenta problemas al probar productos que contienen lactosa en niveles superiores a los encontrados en la leche entera en polvo y la leche descremada en polvo: <ul style="list-style-type: none"> Temperaturas superiores a 90 °C provocan cambios de color y la lactosa empieza a perder su agua de cristalización. Esto explica por qué la precisión es peor para los sueros en polvo que para las leche en polvo comunes (SMP y WMP). La base para el estado Tipo IV del método de 102 °C para leche desnatada en polvo y leche entera en polvo está respaldada por datos del estudio de Grobecker et al. (1999). La aprobación del método como Tipo IV plantea cuestiones de coexistencia de los métodos Tipo I y Tipo IV y la posibilidad de que existan varios métodos Tipo IV, lo que podría crear problemas en el futuro. No existen estudios comparativos de los dos métodos, ya que el método de 102 °C se suspendió por no ser adecuado para su propósito y se desarrolló un método alternativo adecuado para su propósito en ISO 5537 IDF 26. El método de 102 °C se considera inadecuado para la determinación de la humedad en sueros en polvo debido a los problemas específicos de este tipo de matrices. No había ningún impulso para hacer tal comparación entre los dos métodos.

Además, y debido a la complejidad del tema, la información que sustenta las propuestas, junto con la secuencia de actividades incluyendo la información técnica proporcionada por los representantes al grupo para su revisión y consideración se encuentra a continuación en las Tablas 2 y 3. Es importante proporcionar esta información de fondo para que el CCMAS44 la considere más ampliamente.

Tabla 2: Más información sobre cada propuesta

Propuesta 1: Apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo	Propuesta 2: No apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo
<p>P1: Si es necesario contar con validación adicional de datos para el método de horno a 102 °C considerando que este método cumple con la definición del Codex de método de Tipo IV por ser un método que ha sido utilizado tradicionalmente, se debe considerar la evidencia técnica revisada y los aspectos de aplicabilidad entre otros criterios de selección de métodos definidos en el Manual de Procedimiento del Codex.</p> <p>[basado en la Opción 1.1]</p>	<p>P1: ¿Los datos actuales son adecuados o debería realizarse un estudio de validación completo y, de ser así, cuál debería ser la forma de dicho estudio, en particular si debería incluir una estimación del sesgo en relación con el método ISO 5537?</p> <p>[basado en: Opciones 2.1, 2.2 y 2.3]</p> <ul style="list-style-type: none"> - Se debe tener en cuenta que los datos actuales muestran, con todos los datos de los participantes incluidos, que la precisión para el suero en polvo es «insatisfactoria» o que, si eliminamos una cantidad significativa de «valores atípicos», el estudio resulta «no concluyente». Por lo tanto, esto no respalda específicamente la inclusión del «método de horno a 102 °C» para la aprobación del CCMAS como «adecuado», y un estudio adicional es el único medio que vemos para superar esto. - Si se realiza un estudio adicional, sería aconsejable diseñar el estudio para garantizar un resultado «concluyente», pero también sugerir la inclusión de algunos, si no todos, los «controles» adicionales sugeridos para ver dónde los participantes pueden cumplir con estos «controles adicionales» (y tener problemas o no), y también guiar cualquier actualización requerida al método si el «método del horno a 102 °C» demuestra ser «apto para el propósito» para los sueros en polvo. - Cabe señalar que muchos de estos «controles» se alinearían con la acreditación ISO 17025 (o equivalente), por ejemplo, cámaras con temperatura controlada, incluidos hornos con especificación inicial del fabricante que proporcione un control de «temperatura de 102 ± 2 °C», luego calibración de uniformidad espacial cada 3 años utilizando IEC 60068 en 3 puntos en el rango de temperatura; verificación de la temperatura anualmente; y seguimiento de la temperatura en al menos un punto; además de inclusión rutinaria de materiales de referencia; evaluaciones de pruebas con gráficos de control. - La revisión independiente de los datos del estudio colaborativo utilizando el método descrito en el Anexo III de CXS 234-1999 (secado en horno a 102 °C) mostró que dos de los laboratorios participantes fueron identificados como valores atípicos (un valor atípico de Cochran, debido a una mayor variación dentro del laboratorio, y un valor atípico

Propuesta 1: Apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo	Propuesta 2: No apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo
	<p>de Grubbs debido a una mayor variación entre laboratorios). Al eliminar los datos atípicos de esos dos laboratorios sólo quedaron seis conjuntos de datos para una evaluación estadística adicional. Las normas internacionales ampliamente aceptadas para la validación de métodos de prueba en múltiples laboratorios, por ejemplo ISO 5725, requieren al menos ocho conjuntos de datos. En consecuencia, todos los revisores coincidieron en que el resultado del estudio no es concluyente. Por lo tanto, los datos actuales no son suficientes para respaldar el método como Tipo IV para la determinación de la humedad en sueros en polvo y el estudio colaborativo debe repetirse, donde el diseño del estudio debe garantizar que haya suficientes datos utilizables disponibles para la evaluación estadística.</p>
<p>P2: ¿Los datos actuales son adecuados o se debe realizar una validación de datos adicional?</p> <p>[basado en la Opción 1.2]</p>	<p>P2: ¿Debería incluirse en el Apéndice III de la norma CXS 234 la información adicional sobre los controles necesarios cuando se utiliza el método antiguo?</p> <p>[basado en la Opción 2.4]</p> <ul style="list-style-type: none"> - Tal vez no sea necesario incluir todos estos controles en el método específicamente, ya que algunos serían recomendados para laboratorios involucrados en el control de importación y exportación de alimentos con acreditaciones ISO 17025 (o equivalente) (ver CXG 27 - 1997 <i>Directrices para la evaluación de la competencia de los laboratorios de pruebas</i> involucrados en el control de importación y exportación de alimentos) y que potencialmente utilicen el «método del horno a 102 °C». - El riesgo para la exactitud y precisión debido a la posible degradación de la muestra de suero a la «temperatura de 102 ± 2 °C», fluctuaciones elevadas de temperatura (por encima de la temperatura de 102 ± 2 °C durante pruebas sin buenos controles de temperatura, rápida reabsorción de humedad si no se controla el entorno del laboratorio, además del diferencial en la sensibilidad relativa del «método del horno a 102 °C» y la «ISO 5537 IDF 26: 2004», que surge en gran medida de las diferentes masas de muestra, y que el «método del horno a 102 °C» no puede aumentar debido a la mecánica del proceso de secado «de lecho plano» versus «de columna». - Se acepta generalmente que los resultados obtenidos mediante el método de secado a 102 °C se ven especialmente afectados por la

Propuesta 1: Apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo

Propuesta 2: No apoyo a la aprobación del método de 102 °C como Tipo IV para sueros en polvo

humedad relativa del aire en el laboratorio donde se realiza la prueba (de Knecht & van den Brink, International Dairy Journal 8 (1998) 733-738), lo que conduce a una desviación típica relativamente alta en condiciones de reproducibilidad. Por lo tanto, las condiciones ambientales del laboratorio, en particular la humedad, deben controlarse cuidadosamente, mientras que los demás factores parecen menos importantes.

Antecedentes: Lo que encontró el grupo	
<ul style="list-style-type: none"> Que al revisar los datos de desempeño del método ISO 5537 IDF 26:2023 y del «método del horno a 102 °C» se apoya la retención del método ISO 5537 IDF 26 como el Tipo I considerando la limitación de la aplicabilidad del método, pero sigue sin haber consenso sobre si el «método del horno a 102 °C» debe ser respaldado como un método Tipo IV para sueros en polvo. Algunos participantes entienden que, si bien la norma ISO 5537 IDF 26 tenía cifras de precisión apenas mejores que las del «método del horno a 102 °C», el «método del horno a 102 °C» cumple plenamente la definición del método Tipo IV del Codex, ya que es un método que se ha utilizado tradicionalmente y es adecuado para la seguridad alimentaria y el mercado comercial. Ambos métodos cumplen con los criterios de desempeño del Codex para el método de análisis definido en el Manual de Procedimiento del Codex. 	<ul style="list-style-type: none"> Que al revisar los datos de rendimiento del método ISO 5537 IDF 26: 2004 y del método «horno a 102 °C» se apoya la retención del método ISO 5537 IDF 26: 2004 como Tipo I, pero sigue sin haber consenso sobre si el «método del horno a 102 °C» se debe respaldar como un método Tipo IV para sueros en polvo.
<ul style="list-style-type: none"> Considerando el diseño experimental de los Estudios Colaborativos para AWP, después de la evaluación estadística de cada miembro del grupo sobre el «método del horno a 102 °C» y la norma ISO 5537 IDF 26, las opiniones son las siguientes: <ul style="list-style-type: none"> - Algunos participantes encontraron que durante la evaluación estadística de los datos originales de ocho participantes individuales para la humedad AWP mediante el «método de horno a 102 °C» del estudio colaborativo LAC de 2022, al menos dos y posiblemente tres datos de los participantes eran «valores atípicos». Pero esto hace que el conjunto de datos revisado sea demasiado pequeño (5 o 6 de los 8 laboratorios originales), por lo que el estudio es «no concluyente». - Otros participantes encontraron que los estudios colaborativos de LAC e IDF tienen diferentes diseños de experimentos (LAC 7-8 laboratorios con 5 réplicas cada uno / total 35-45 resultados individuales, IDF 12-11 laboratorios por duplicado cada uno / total 22-24 resultados individuales) que brindan incertidumbres comparables considerando el enfoque de ISO 5725-2. 	<ul style="list-style-type: none"> Después de que los miembros del grupo hayan realizado una evaluación estadística individual de los datos de los ocho participantes individuales originales sobre la humedad del suero ácido en polvo (AWP) mediante el «método de horno a 102 °C» que viene del estudio colaborativo LAC de 2022, se encontró que al menos dos y posiblemente tres datos de los participantes eran «valores atípicos». Pero esto hace que el conjunto de datos revisado sea demasiado pequeño (5 o 6 de los 8 laboratorios originales), por lo que el estudio es «no concluyente».
<ul style="list-style-type: none"> Se encontraron diferencias relacionadas con el análisis de datos estadísticos de los estudios LAC e IDF. El análisis de datos del estudio colaborativo LAC incluye como criterios de descarte de valores atípicos las pruebas de Cochran y Grubbs, mientras que IDF incluye otras más (prueba h y k). Ambos análisis de datos cumplen 	<ul style="list-style-type: none"> Los datos de la tabla 4 del resumen colaborativo LAC 2022 en Contenido de humedad del suero en polvo V01 241214LF, enviados por correo electrónico el 14 de diciembre de 2024 por Uruguay, ahora difieren significativamente de los datos resumidos que han sido enviados al CCMAS se presentan para el AWP en CX/MAS 23/42/3 Add.1 página 10 Tabla 2, y MAS43/CRD19 página 5 Tabla 2, pero el resumen estadístico de Uruguay

con las recomendaciones de la norma ISO 5725-2. Se encontraron diferencias entre los análisis de datos de los participantes del grupo.	proporcionado el 14 de diciembre de 2024 concuerda mejor con las evaluaciones estadísticas de los otros miembros del grupo. Esto significaría que los valores de humedad a 102 °C (presión normal) de la tabla 3 página 5 del documento MAS43/CRD19 también tendrían que modificarse.
<ul style="list-style-type: none"> Se encontraron diferencias relacionadas con el análisis de datos estadísticos de los estudios LAC e IDF entre los criterios respecto al descarte de datos que conducen a resultados de precisión ligeramente diferentes entre los dos métodos. Los análisis estadísticos del estudio colaborativo LAC están alineados con la norma ASTM E178 – 21 que recomienda descartar valores atípicos solo en casos de encontrar desviaciones estadísticas o físicas, lo que concuerda con los criterios de imparcialidad establecidos en la mayoría de las normas ISO, mientras que el análisis de datos de IDF considera criterios de descarte adicionales para comenzar con valores atípicos como recomendación de expertos técnicos. 	<ul style="list-style-type: none"> El análisis de valores atípicos se ha realizado en estricta conformidad con la norma ISO 5725. La norma ISO 5725 exige obtener primero una indicación de posibles valores atípicos mediante la realización de las estadísticas h y k de Mandel y luego confirmarlo con la prueba de Cochran y Grubbs. Cochran y Grubbs son decisivos, siempre que exista una base sólida derivada de información adicional del participante para eliminar dichos pares de datos. No se aplicaron criterios adicionales en el proceso de evaluación de valores atípicos con la extensión de la norma ISO 5536 IDF 26 a los sueros en polvo.
Opciones:	
<u>Opción 1.1</u> Pedir al CCMAS44 que reevalúe si el «método de horno a 102 °C» para AWP debería considerarse adecuado para su propósito como Tipo IV.	<u>Opción 2.1</u> Se deben modificar los datos resumidos del PT de LAC 2022 para el AWP presentados, en función de los resúmenes estadísticos presentados al grupo, y solicitar al CCMAS44 que reevalúe si el «método del horno a 102 °C» debe considerarse adecuado para su propósito como Tipo IV, teniendo en cuenta las observaciones del grupo.
<u>Opción 1.2</u> Indicar que la solicitud respecto del «método de horno a 102 °C» fue rechazada por varios participantes del grupo (pero no hubo consenso grupal) porque no se proporcionó al grupo evidencia clara del desempeño del método a partir de los datos del estudio colaborativo LAC de 2022 para el AWP para confirmar que es «apto para el propósito».	<u>Opción 2.2</u> Indicar que la solicitud respecto del «método de horno a 102 °C» fue rechazada por la mayoría del grupo (pero no hubo consenso grupal) porque no se proporcionó al grupo evidencia clara del desempeño del método a partir de los datos del estudio colaborativo LAC PT de 2022 para el AWP para confirmar que es «apto para el propósito» para sueros en polvo, con base en la precisión y también en la veracidad. Si bien CXS 234 enumera otros métodos sin datos de validación como tipo IV, la particularidad de la solicitud aquí es agregar un método como alternativa a un método de tipo I. Por lo tanto, la veracidad es un aspecto clave para demostrar la idoneidad para el propósito.
<u>Opción 1.3</u>	<u>Opción 2.3</u>

<p>Sugerir que el «método de horno a 102 °C» para AWP se modifique con más controles para que proporcione una mejor precisión. Estos incluyen:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Indicar en el método el límite de repetibilidad «r» y el límite de reproducibilidad «R» y suficientes réplicas dentro de un lote analítico para la evaluación del límite de repetibilidad. La inclusión de una muestra de «control» duplicada dentro de cada lote analítico permitiría evaluar el cumplimiento. - inclusión de materiales de referencia dentro de cada lote analítico; - inclusión rutinaria de materiales de referencia certificados (si están disponibles) 	<p>Al revisar los datos de participantes individuales para AWP del conjunto de datos de la Prueba de Competencia (PT) de LAC de 2022, se encontraron disparidades con los datos del resumen estadístico proporcionados en CX/MAS 23/42/3 Add.1 y MAS43/CRD19; todos los datos de las otras matrices de leche en polvo deben revisarse para identificar cualquier otra anomalía y corregirla. Indicar que se ha demostrado la precisión y veracidad para la leche entera como la desnatada, véase ref. [1] y ref. [2].</p>
	<p>Opción 2.4</p> <p>Sugerir que se modifique el «método de horno a 102 °C» con más controles para brindar una mejor precisión; pero esto requeriría un estudio colaborativo adicional para validarlo, pero indicando que no hay garantía de que el resultado de la validación cumpla con el enfoque de criterios, si la temperatura de secado a 102 °C es fundamentalmente «inadecuada para el propósito» para los sueros en polvo. Estos incluyen:</p> <ol style="list-style-type: none"> Incluir en el método que el analista registre las «Condiciones ambientales durante la medición», es decir, la temperatura y la humedad del laboratorio. Donde la humedad relativa debe mantenerse entre 40% y 60%, que son los límites recomendados por la mayoría de fabricantes de balanzas y por OIML R 111. Además, para una medición de alta precisión, la temperatura no debe variar más de ± 1 °C en un período de 24 horas a lo largo del año y debe variar menos de 0,5 °C durante cualquier serie de mediciones (normalmente menos de 1 hora). Por lo demás, se considera que un ambiente de trabajo cómodo es de 20 a 25 °C. Indicar en el método ejemplos de modelos o marcas de hornos de secado que puedan lograr una variación espacial de la cámara del horno de 102 ± 2 °C, ya que esto no se logra fácilmente. Como la norma ISO 5537:IDF 26:2004 utiliza una muestra de prueba de $5,0 \text{ g} \pm 0,3 \text{ g}$, y el «método del horno a 102 °C» utiliza

[1] Grobecker et al. 1999. Determinación del contenido de agua en la leche en polvo: Informe de un estudio colaborativo realizado en el período de junio y julio de 1999. Informe de la Comisión Europea, DG UE JRC-IRMM e IHCP

[2] de Knecht, R.J. & van den Brink, H. 1998. Mejora del método de horno de secado para la determinación del contenido de humedad de la leche en polvo. Int. Dairy J. 8, p 733-738.

	<p>una muestra de prueba de 1 g a 1,5 g, para lograr una sensibilidad comparable para la misma pérdida de peso con ambos métodos, es posible que el «método del horno a 102 °C» deba utilizar una balanza analítica con una sensibilidad entre 3,3 y 5 veces mayor. Las especificaciones de balanzas analíticas disponibles pueden alcanzar un rango de hasta 30 g, una legibilidad de 0,01 mg y una repetibilidad de 0,03 mg.</p> <ul style="list-style-type: none">d. Considerar si hay una mejor evaluación del punto final disponible en lugar del «peso constante de 0,5 mg» o, alternativamente, utilizar un «umbral de peso constante» más bajo, por ejemplo, 0,2 mg, ya que dudamos que el punto final se correlacione con un punto de inflexión en la curva de secado. Esto debería dar mayor reproducibilidad, pero sin cambiar significativamente el punto final, y requeriría una balanza analítica con mayor sensibilidad que la especificada actualmente.e. Indicar en el método el límite de repetibilidad «r» y el límite de reproducibilidad «R» y suficientes réplicas dentro de un lote analítico para la evaluación del límite de repetibilidad. El Boletín del estudio colaborativo IDF 2023 deriva en una especificación modificada de repetibilidad y reproducibilidad para ISO 5537 IDF 26:2004 con base en los datos de su estudio colaborativo. Se podría derivar una evaluación y especificación similares para el «método del horno a 102 °C» con base en datos de un «segundo estudio colaborativo más amplio con controles de parámetros del método adicionales» y daría una guía para la competencia y el control de calidad continuo. La inclusión de una muestra de «control» duplicada dentro de cada lote analítico permitiría evaluar el cumplimiento.f. Inclusión de materiales de referencia dentro de cada lote analítico;g. Inclusión rutinaria de materiales de referencia certificados (si están disponibles)h. La evaluación de los gráficos de control entre lotes analíticos tiene el potencial de garantizar que la repetibilidad y la reproducibilidad estén dentro de los límites. <p>Cabe mencionar que la introducción de los controles mencionados, cuando ya sean factibles en la operación rutinaria, hará que el método de 102 °C sea más complejo y laborioso en su ejecución que el método ISO 5537 IDF 26:2004.</p>
--	--

Secuencia de actividades

Tabla 3: Secuencia de actividades dentro del grupo y documentos relacionados – RECUERDE QUE TODOS LOS DOCUMENTOS RELACIONADOS ESTÁN DISPONIBLES [AQUÍ](#)

Fecha y título	Resumen de la actividad
<p>Mayo de 2024</p> <p>Documento de debate sobre la determinación de la humedad en sueros en polvo (CXS 289 - 1995) - evaluación del método candidato de tipo IV</p>	<p>Una introducción al grupo que establece el proceso previsto en la preparación del documento de debate sobre la determinación de la humedad en sueros en polvo (CXS 289) – evaluación del método candidato tipo IV.</p> <p>Esto incluye:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Compartir datos de pruebas sin procesar con el método de 102 °C y/o el método ISO/IDF en suero en polvo • Revisión/análisis cruzado. Cada parte podía hacer libremente su propia revisión/análisis involucrando a otras partes según fuera necesario y utilizando su propio método. El resumen ya está disponible para el método de 102 °C de los países del CCLAC (América Latina y el Caribe), y el método IDF/ISO, de IDF/ISO. Una expectativa razonable es tener al menos una revisión de los datos de la IDF/ISO por parte de los países de CCLAC, y una revisión de los datos de ALC por parte de la IDF/ISO. • Se compartirán los resultados de cada participante y la revisión incluirá observaciones generales y análisis estadísticos de los datos con referencia al principio o método utilizado para evaluar los datos (como por ejemplo ISO 5725). • Los pasos siguientes se decidirían en función del resultado de los debates.
<p>Junio de 2024</p> <p>Documento de debate sobre la determinación de la humedad en sueros en polvo (CXS 289 - 1995) - evaluación del método candidato de tipo IV - próximos pasos</p>	<p>IDF y Uruguay proporcionaron datos brutos de pruebas con el método de 102 °C y/o ISO 5537 IDF 26 sobre sueros en polvo.</p> <p>Los datos brutos se adjuntan de la siguiente manera:</p> <p>Uruguay: Lab 1_WP.xlsx - Lab 8_WP.xlsx</p> <p>IDF: Whey powder results from IDF collaborative study.xlsx, Bulletin of the IDF B524 Moisture eCodex.pdf</p> <p>Se solicitó al Grupo realizar una revisión cruzada y análisis de estos datos.</p>
<p>Diciembre de 2024</p> <p>Reunión</p>	<p>Información para la reunión (17/12/2025) proporcionada al Grupo:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Programa • La revisión de los métodos de Uruguay/Brasil e IDF y las respuestas de Australia y la UE <p>Nota:</p> <ul style="list-style-type: none"> • IDF: Información sobre el método Tipo I comparado con el método Tipo IV para la determinación de la humedad en suero en polvo (adjunto) (y comentario)

Fecha y título	Resumen de la actividad
	<ul style="list-style-type: none"> - Los expertos de la IDF han llevado a cabo su revisión de los datos obtenidos sobre los sueros en polvo y llegamos a los siguientes comentarios y preguntas: - No hay información sobre la configuración del estudio. ¿Se llevó a cabo de conformidad con la norma ISO 5725? - No hay información disponible sobre la estabilidad y homogeneidad de la muestra. - ¿Se realizó un análisis multiplicado en la misma muestra o se proporcionaron muestras multiplicadas del mismo suero en polvo a cada laboratorio? - No se compartieron detalles con los participantes sobre el método de secado aplicado. - No se hizo mención de posibles comentarios de los participantes. - Dado que el laboratorio 8 presentó un valor atípico de Grubbs y el laboratorio 4 presentó un valor atípico de Cochran, solo quedaron datos de 6 laboratorios para el cálculo de los parámetros de precisión. - Los datos de repetibilidad y reproducibilidad obtenidos difieren de los presentados: $r = 0,25$ y $R = 0,72$ (versus $r = 0,195$ y $R = 1,233$, como se presenta en CX/MAS 23/42/3 Add.1). Adjuntamos nuestro archivo de cálculo (con y sin valores atípicos). <p>Además:</p> <ul style="list-style-type: none"> • IDF: <ul style="list-style-type: none"> - La eliminación de «idf_wmp 102c method.xlsx» y su reemplazo por «idf wmp 102 using AOAC template outliers removed.xlsx». Se incluyen ambos archivos para proporcionar trazabilidad sobre qué observaciones habían sido eliminadas como valores atípicos. <p>Además:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Uruguay: <ul style="list-style-type: none"> - solicitó «información adicional relacionada con el estudio de validación ISO 5537 IDF 26. Estamos analizando el tratamiento estadístico de los datos de humedad según la norma ISO 5537 IDF 26, así que intentamos comprender mejor el descarte de datos. Es por eso que necesitamos el análisis de causas que condujo a la eliminación de los valores atípicos requeridos por la norma ISO 5725-2. ¿Sería posible enviarnos esta información para que podamos entender los criterios involucrados? • Respuesta de IDF a Uruguay: <ul style="list-style-type: none"> - Se adjunta la plantilla AOAC. Se adjunta la versión DIS de la norma ISO 5725-2. - La norma ISO 5725-2 normalmente trata solo el caso especial de datos en duplicados ciegos ($n = 2$), pero una parte posterior de la ISO 5725 se expande a casos con $n > 2$.

Fecha y título	Resumen de la actividad
	<p>- <i>Las pruebas de valores atípicos tienen como objetivo indicar si una observación podría ser un valor atípico y luego son el estadístico y el director del estudio quienes deciden si la eliminación proporciona mejores estimaciones de r y R que refleja la realidad del uso rutinario.</i></p>
<p>Febrero de 2025</p> <p>RE: Determinación de la humedad en suero en polvo</p>	<p>Nueva Zelanda resumió la información recibida, destacando su papel de neutralidad. Planteamos preguntas y antecedentes para que el Grupo los revise antes de la reunión de marzo de 2025:</p> <p><i>P1: ¿Los datos actuales son adecuados o debería realizarse un estudio de validación completo y, de ser así, cuál debería ser la forma de dicho estudio, en particular si debería incluir una estimación del sesgo en relación con el método 5537?</i></p> <p><i>[basado en las opciones 1 y 2 que siguen a continuación]</i></p> <p><i>P2: ¿Debería incluirse en el Apéndice III de la norma CXS 234 la información adicional sobre los controles necesarios cuando se utiliza el método antiguo?</i></p> <p><i>[basado en la opción 4 que sigue a continuación]</i></p> <p>Antecedentes:</p> <p><i>Lo que encontró el grupo:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <i>Que al revisar los datos de desempeño del método ISO 5537 IDF 26:2004 y del «horno a 102 °C» se apoya mantener el método ISO 5537 IDF 26:2004 como Tipo I, pero sigue sin haber consenso sobre si el «método del horno a 102 °C» debería ser aprobado como un método Tipo IV para sueros en polvo.</i> <i>Después de que los miembros del grupo hayan realizado una evaluación estadística individual de los datos de los ocho participantes individuales originales sobre la humedad en el suero ácido en polvo (AWP) mediante el «método de horno a 102 °C» que viene del estudio colaborativo LAC de 2022, se encontró que al menos dos y posiblemente tres datos de los participantes eran «valores atípicos». Pero esto hace que el conjunto de datos revisado sea demasiado pequeño (5 o 6 de los 8 laboratorios originales), por lo que el estudio es «no concluyente».</i> <i>Los datos de la tabla 4 del resumen colaborativo LAC 2022 en Contenido de humedad en el suero en polvo V01 241214LF, enviados por correo electrónico el 14 de diciembre de 2024 por Uruguay, ahora difieren significativamente de los datos resumidos que han sido enviados al CCMAS y que se presentan para el AWP en CX/MAS 23/42/3 Add.1 página 10 Tabla 2, y MAS43/CRD19 página 5 Tabla 2, pero el resumen estadístico de Uruguay proporcionado el 14 de diciembre de 2024 concuerda mejor con las evaluaciones estadísticas de los otros miembros del grupo. Esto significaría que los valores de humedad a 102 °C (presión normal) de la tabla 3 página 5 del documento MAS43/CRD19 también tendrían que modificarse.</i> <p><i>Opciones disponibles para el grupo:</i></p> <ol style="list-style-type: none"> <i>Modificar los datos resumidos del estudio colaborativo LAC 2022 para el AWP presentados en CX/MAS 23/42/3 Add.1 y MAS43/CRD19 en función de los resúmenes estadísticos presentados al grupo y solicitar al CCMAS44 que vuelva a evaluar si el «método de horno a 102 °C» debe considerarse adecuado para el propósito como Tipo IV.</i>

Fecha y título	Resumen de la actividad
	<p>2. Indicar que la solicitud respecto del «método de horno a 102 °C» fue rechazada por la mayoría del grupo (pero no hubo consenso grupal) porque no se proporcionó al grupo evidencia clara del desempeño del método a partir de los datos del estudio colaborativo LAC de 2022 para el AWP para confirmar que es «apto para el propósito».</p> <p>3. Tras la revisión de los datos de los participantes individuales respecto del AWP que se desprenden del estudio colaborativo LAC de 2022, se encontraron disparidades con los datos resumidos estadísticos proporcionados en CX/MAS 23/42/3 Add.1 y MAS43/CRD19; se deben revisar todos los datos de las demás matrices de leche en polvo para identificar otras anomalías y si el resultado de esta revisión puede afectar las consideraciones y la decisión tomadas por CCMAS42 para la inclusión del «método de horno a 102 °C» para la determinación del contenido de humedad de todos los tipos de leche en polvo, crema en polvo y mezclas de leche descremada en polvo con grasa vegetal.</p> <p>4. Sugerir que se modifique el «método de horno a 102 °C» con más controles para brindar una mejor precisión; pero esto requeriría un estudio colaborativo adicional para validarlo, pero indicando que no hay garantía de que el resultado de la validación cumpla con el enfoque de criterios, si la temperatura de secado a 102 °C es fundamentalmente «inadecuada para el propósito» para los sueros en polvo. Estos incluyen:</p> <ul style="list-style-type: none"> i. Incluir en el método que el analista registre las «Condiciones ambientales durante la medición», es decir, la temperatura y la humedad del laboratorio. Donde la humedad relativa debe mantenerse entre 40 % y 60 %, que son los límites recomendados por la mayoría de fabricantes de balanzas y por OIML R 111. Además, para una medición de alta precisión, la temperatura no debe variar más de ± 1 °C en un período de 24 horas a lo largo del año y debe variar menos de 0,5 °C durante cualquier serie de mediciones (normalmente menos de 1 hora). Por lo demás, se considera que un ambiente de trabajo cómodo es de 20 a 25 °C. j. Indicar en el método ejemplos de modelos o marcas de hornos de secado que puedan lograr una variación espacial de la cámara del horno de 102 ± 2 °C, ya que esto no se logra fácilmente. k. Como la norma ISO 5537:IDF 26:2004 utiliza una muestra de prueba de 5,0 g \pm 0,3 g, y el «método del horno a 102 °C» utiliza una muestra de prueba de 1 g a 1,5 g, para lograr una sensibilidad comparable para la misma pérdida de peso con ambos métodos, es posible que el «método del horno a 102 °C» deba utilizar una balanza analítica con una sensibilidad entre 3,3 y 5 veces mayor. Las especificaciones de balanzas analíticas disponibles pueden alcanzar un rango de hasta 30 g, una legibilidad de 0,01 mg y una repetibilidad de 0,03 mg. l. Considerar si hay una mejor evaluación del punto final disponible en lugar del «peso constante de 0,5 mg» o, alternativamente, utilizar un «umbral de peso constante» más bajo, por ejemplo, 0,2 mg, ya que dudamos que el punto final se correlacione con un punto de inflexión en la curva de secado. Esto debería dar mayor reproducibilidad, pero sin cambiar significativamente el punto final, y requeriría una balanza analítica con mayor sensibilidad que la especificada actualmente. m. Indicar en el método el límite de repetibilidad «r» y el límite de reproducibilidad «R» y suficientes réplicas dentro de un lote analítico para la evaluación del límite de repetibilidad. El Boletín del estudio colaborativo IDF 2023 deriva en una especificación modificada de repetibilidad y reproducibilidad para ISO 5537 IDF 26:2004 con base en los datos de su estudio colaborativo. Se podría derivar una evaluación y especificación similares para el «método del horno

Fecha y título	Resumen de la actividad
	<p><i>a 102 °C» con base en datos de un «segundo estudio colaborativo más amplio con controles de parámetros del método adicionales» y daría una guía para la competencia y el control de calidad continuo. La inclusión de una muestra de «control» duplicada dentro de cada lote analítico permitiría evaluar el cumplimiento.</i></p> <p><i>n. Inclusión de materiales de referencia dentro de cada lote analítico;</i></p> <p><i>o. Inclusión rutinaria de materiales de referencia certificados (si están disponibles);</i></p> <p><i>p. La evaluación de los gráficos de control entre lotes analíticos tiene el potencial de garantizar que la repetibilidad y la reproducibilidad estén dentro de los límites.</i></p>
Marzo de 2025	<p>Información para la reunión del 11/3/2025 proporcionada al Grupo:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Programa • El proyecto de documento preparado por Nueva Zelanda y las respuestas de Australia, la UE y la IDF que apoyan el documento en principio • La respuesta de Uruguay y Brasil no apoya el documento y proporciona un texto alternativo
Actas de la reunión de marzo de 2025	Se distribuyeron las actas. Se recibieron respuestas de todos los participantes. Se adjunta la versión con todos los comentarios.

Apéndice II

Resumen de antecedentes, preguntas y opciones para revisión antes de la reunión de marzo de 2025

1. Antecedentes: Lo que encontró el grupo:

- Que al revisar los datos de desempeño del método ISO 5537|IDF 26:2004 y del «horno a 102 °C» se apoya mantener el método ISO 5537|IDF 26:2004 como Tipo I, pero sigue sin haber consenso sobre si el «método del horno a 102 °C» debería ser aprobado como un método Tipo IV para sueros en polvo.
- Después de que los miembros del grupo hayan realizado una evaluación estadística individual de los datos de los ocho participantes individuales originales sobre la humedad en el suero ácido en polvo (AWP) mediante el «método de horno a 102 °C» que viene del estudio colaborativo LAC de 2022, se encontró que al menos dos y posiblemente tres datos de los participantes eran «valores atípicos». Pero esto hizo que el conjunto de datos revisado fuera demasiado pequeño (5 o 6 de los 8 laboratorios originales), por lo que el estudio es «no concluyente».
- Los datos de la tabla 4 del resumen colaborativo LAC 2022 en Contenido de humedad en el suero en polvo V01 241214LF, enviados por correo electrónico el 14 de diciembre de 2024 por Uruguay, ahora difieren significativamente de los datos resumidos que han sido enviados al CCMAS y que se presentan para el AWP en CX/MAS 23/42/3 Add.1 página 10 Tabla 2, y MAS43/CRD19 página 5 Tabla 2, pero el resumen estadístico de Uruguay proporcionado el 14 de diciembre de 2024 concordaba mejor con las evaluaciones estadísticas de los otros miembros del grupo. Esto significaría que los valores de humedad a 102 °C (presión normal) de la tabla 3 página 5 del documento MAS43/CRD19 también tendrían que modificarse.

2. Preguntas para el grupo:

P1: ¿Los datos actuales son adecuados o debería realizarse un estudio de validación completo y, de ser así, cuál debería ser la forma de dicho estudio, en particular si debería incluir una estimación del sesgo en relación con el método 5537?

[basado en las opciones 1 y 2 que siguen a continuación]

P2: ¿Debería incluirse en el Apéndice III de la norma CXS 234 la información adicional sobre los controles necesarios cuando se utiliza el método antiguo?

[basado en la opción 4 que sigue a continuación]

3. Opciones disponibles para el grupo:

Opción 1: Modificar los datos resumidos del estudio colaborativo LAC 2022 para el AWP presentados en CX/MAS 23/42/3 Add.1 y MAS43/CRD19 en función de los resúmenes estadísticos presentados al grupo y solicitar al CCMAS44 que vuelva a evaluar si el «método de horno a 102 °C» debe considerarse adecuado para el propósito como Tipo IV.

Opción 2: Indicar que la solicitud respecto del «método de horno a 102 °C» fue rechazada por la mayoría del grupo (pero no hubo consenso grupal) porque no se proporcionó al grupo evidencia clara del desempeño del método a partir de los datos del estudio colaborativo LAC de 2022 para el AWP para confirmar que es «apto para el propósito».

Opción 3: La revisión de los datos de los participantes individuales respecto del AWP que se desprenden del estudio colaborativo LAC de 2022, se encontraron disparidades con los datos resumidos estadísticos proporcionados en CX/MAS 23/42/3 Add.1 y MAS43/CRD19; por lo tanto, se deben revisar todos los datos de las demás matrices de leche en polvo para identificar otras anomalías y si el resultado de esta revisión puede afectar las consideraciones y la decisión tomadas por CCMAS42 para la inclusión del «método de horno a 102 °C» para la determinación del contenido de humedad de todos los tipos de leche en polvo, crema en polvo y mezclas de leche descremada en polvo con grasa vegetal.

Opción 4: Sugerir que se modifique el «método de horno a 102 °C» con más controles para brindar una mejor precisión; pero esto requeriría un estudio colaborativo adicional para validarlo, pero indicando que no hay garantía de que el resultado de la validación cumpla con el enfoque de criterios, si la temperatura de secado a 102 °C es fundamentalmente «inadecuada para el propósito» para los sueros en polvo. Estos incluyen:

- a. Incluir en el método que el analista registre las «Condiciones ambientales durante la medición», es decir, la temperatura y la humedad del laboratorio. Donde la humedad relativa debe mantenerse entre 40 % y 60 %, que son los límites recomendados por la mayoría de fabricantes de balanzas y por OIML R 111. Además, para una medición de alta precisión, la temperatura no debe variar más de ± 1 °C en un período de 24 horas a lo largo del año y debe variar menos de 0,5 °C durante cualquier serie de

mediciones (normalmente menos de 1 hora). Por lo demás, se considera que un ambiente de trabajo cómodo es de 20 a 25 °C.

- a. Indicar en el método ejemplos de modelos o marcas de hornos de secado que puedan lograr una variación espacial de la cámara del horno de 102 ± 2 °C, ya que esto no se logra fácilmente.
- b. Como la norma ISO 5537:IDF 26:2004 utiliza una muestra de prueba de 5,0 g \pm 0,3 g, y el «método del horno a 102 °C» utiliza una muestra de prueba de 1 g a 1,5 g, para lograr una sensibilidad comparable para la misma pérdida de peso con ambos métodos, es posible que el «método del horno a 102 °C» deba utilizar una balanza analítica con una sensibilidad entre 3,3 y 5 veces mayor. Las especificaciones de balanzas analíticas disponibles pueden alcanzar un rango de hasta 30 g, una legibilidad de 0,01 mg y una repetibilidad de 0,03 mg.
- c. Considerar si hay una mejor evaluación del punto final disponible en lugar del «peso constante de 0,5 mg» o, alternativamente, utilizar un «umbral de peso constante» más bajo, por ejemplo, 0,2 mg, ya que dudamos que el punto final se correlacione con un punto de inflexión en la curva de secado. Esto debería dar mayor reproducibilidad, pero sin cambiar significativamente el punto final, y requeriría una balanza analítica con mayor sensibilidad que la especificada actualmente.
- d. Indicar en el método el límite de repetibilidad «r» y el límite de reproducibilidad «R» y suficientes réplicas dentro de un lote analítico para la evaluación del límite de repetibilidad. El Boletín del estudio colaborativo IDF 2023 deriva en una especificación modificada de repetibilidad y reproducibilidad para ISO 5537 | IDF 26:2004 con base en los datos de su estudio colaborativo. Se podría derivar una evaluación y especificación similares para el «método del horno a 102 °C» con base en datos de un «segundo estudio colaborativo más amplio con controles de parámetros del método adicionales» y daría una guía para la competencia y el control de calidad continuo. La inclusión de una muestra de «control» duplicada dentro de cada lote analítico permitiría evaluar el cumplimiento.
- e. Inclusión de materiales de referencia dentro de cada lote analítico;
- f. Inclusión rutinaria de materiales de referencia certificados (si están disponibles);
- g. La evaluación de los gráficos de control entre lotes analíticos tiene el potencial de garantizar que la repetibilidad y la reproducibilidad estén dentro de los límites.

Apéndice III**Resumen de los principales comentarios planteados en la reunión de marzo de 2025**Australia

- Los datos actuales son inadecuados y se requiere una comparación con el método ISO5537 | IDF 26 para obtener una respuesta más concluyente.
- Se necesitan controles sobre el método, particularmente en lo que respecta al control de la humedad y el control de la temperatura.
- La aprobación del método como Tipo IV plantea cuestiones de coexistencia de los métodos Tipo I y Tipo IV y la posibilidad de que existan varios métodos Tipo IV, lo que podría crear problemas en el futuro.
- Se necesitan datos comparativos para evaluar el sesgo/la precisión y la equivalencia; se observa que el trabajo previo sobre equivalencia se había abandonado y no ha habido sugerencias sobre cómo se podría avanzar en esto.

Brasil

- Los países sudamericanos no solicitan equivalencia, todavía se utilizaría el método Tipo I para disputas, y el método Tipo IV se utilizaría en aplicaciones más rutinarias.
- La preocupación sobre el precedente potencial de los métodos coexistentes de Tipo I y Tipo IV - la aprobación como Tipo IV se solicita solo como un caso excepcional, teniendo en cuenta que esto ya se ha hecho para uno de los métodos de grasas y aceites.
- Hay dos puntos de vista opuestos, Brasil quisiera ver ambas opiniones incluidas en el documento final que se remite al Grupo de Trabajo Físico (GTF) para decidir sobre el asunto.
- Brasil también mencionó que no consideraba que la revisión de las aprobaciones del mismo método para otras disposiciones estuviera dentro del alcance actual.

UE

- Está de acuerdo en principio con Australia.
- Los datos se han revisado siguiendo el protocolo AOAC, que es equivalente al IUPAC y al ISO5725.
- Al analizar los datos sin eliminar los valores atípicos se obtienen precisiones inferiores a las de ISO5537 | IDF 26.
- La eliminación de valores atípicos mejora la precisión, pero plantea dudas sobre el número de laboratorios, con la conclusión de que el estudio no es concluyente.
- Es necesario contar con datos de validación más sólidos; es necesario repetir el ensayo con al menos 10 laboratorios para garantizar que haya suficientes laboratorios después de la detección de valores atípicos.
- La comparación con ISO5537 | IDF 26 podría ser una ventaja pero, por definición, los métodos empíricos son imparciales, lo que hace difícil hablar de equivalencia.
- El CCMAS consideró la equivalencia de los métodos Tipo I, pero las propuestas de los EE. UU. no se implementaron; es discutible si existe algún beneficio en realizar un estudio de ese tipo.
- Podría abrirse una caja de Pandora si se permitiera que un método Tipo IV se ubicara junto a un método Tipo 1 en el contexto del sistema de tipificación del Codex.

Uruguay

- No hemos escuchado ninguna posición nueva; no queremos repetirla ya que la nuestra fue presentada en el documento de retroalimentación de Uruguay y Brasil.
- Destacar que existen diferencias en el diseño experimental.
- Entender que ambos diseños tienen incertidumbres similares según la norma ISO 5725, por lo que son adecuados para el propósito.
- Existen pocas diferencias en las pruebas estadísticas realizadas; ambos métodos de procesamiento de datos cumplen con la norma ISO 5725

- Hay diferencias en los criterios de exclusión de valores atípicos; entendemos que la exclusión de valores atípicos se basa en desviaciones estadísticas y físicas, especialmente cuando se trata de estudios de validación de métodos.
- Destacar que no existen estudios comparativos de los dos métodos en suero en polvo, ya que el estudio realizado en el pasado fue sobre leche en polvo.

IDF

- Está de acuerdo con Australia y la UE.
- El estudio no es concluyente por las razones mencionadas y se debería realizar un nuevo estudio en condiciones controladas.
- El método de 102 °C presenta problemas al probar productos que contienen lactosa en niveles superiores a los encontrados en la leche entera en polvo y la leche descremada en polvo. Temperaturas superiores a 90 °C provocan cambios de color y la lactosa empieza a perder su agua de cristalización.
- Esto explica por qué la precisión es peor para los sueros en polvo que para las leches en polvo comunes (leche en polvo desnatada y leche entera en polvo).
- Por lo tanto, IDF cree que el ensayo multilaboratorio debe repetirse siguiendo la norma ISO 5725 o un procedimiento equivalente e incluyendo controles críticos de temperatura y humedad.
- Las comparaciones deben realizarse con el método ISO5537 | IDF 26 que fue desarrollado para ser equivalente al método de 102 °C para leche entera y leche descremada en polvo, pero con mejor precisión.
- Existen dudas sobre si el método de 102 °C es equivalente para el suero en polvo.
- La IDF también recordó su solicitud de que los datos incorrectos en el resumen del estudio colaborativo LAC 2022 para el AWP presentado en CX/MAS 23/42/3 Add.1 y MAS43/CRD19 se modifiquen en función de los resúmenes estadísticos presentados al grupo.