

CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION



Food and Agriculture
Organization of the
United Nations



World Health
Organization

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italy - Tel: (+39) 06 57051 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

Agenda Items 3, 4.1, 4.2, 5 and 8

MAS-CRD/23

ORIGINAL LANGUAGE ONLY

JOINT FAO/WHO FOOD STANDARDS PROGRAMME

CODEX COMMITTEE ON METHODS OF ANALYSIS SAMPLING

Comments of Chili

Tema 3 del programa

COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA ÁFRICA (23.ª reunión del CCAFRICA)***Métodos de análisis para las disposiciones del Anteproyecto de norma para la carne seca***

Método	Título	PRINCIPIOS	TIPO	COMENTARIOS
AOAC 988.05	Determinación del contenido de humedad	Gravimetría	I	<p>El método AOAC 988.05 propuesto, corresponde a metodología para la determinación de proteína cruda en pienso de animal o alimento para mascotas por Kjeldhal method. Se propone incluir el método AOAC 950.46 que sería más adecuado al propuesto.</p> <p>1.- Método secado en estufa al vacío 2g 95°C-100°C durante 5 horas y hasta peso constante.</p> <p>2. Método secado en estufa aire 2 g sometidos 100-102°C durante 16 -18 horas.</p> <p>En ambos casos hasta obtener peso constante entre dos pesadas consecutivas</p>
AOAC 928.08	Determinación de la proteína bruta	Kjeldhal	II	<p>Método propuesto corresponde a la determinación de nitrógeno en carne por Kjeldhal method. Este es el método con el que se determina contenido de proteínas, aplicado a muestras con alto y bajo contenido en grasa. Lo propuesto se apoya (método y tipo) -su ratificación.</p> <p>Método AOAC 928.08 Determination de Nitrógeno en carnes, en este caso utilizar la alternativa II que indica reemplazo del catalizador de mercurio por Sulfato de cobre y potasio.</p> <p>En este método se debiera considerar la aplicación del factor para obtener el resultado de proteína, ya que determina nitrógeno.</p> <p>Alternativamente se puede utilizar el método 981.10 , en este caso se sugiere el reemplazo de catalizador de mercurio debido a su toxicidad por el catalizador de sulfato de cobre y potasio indicado en el método 928.08</p>
ISO 1841-1 e ISO 1841-2	Determinación de la sal comestible	Método potenciométrico o de Volhard	II	<p>Métodos propuestos corresponden a la. Determinación del contenido de cloruros en Carne y productos cárnicos (método potenciométrico), con un contenido de cloruro de sodio igual o superior al 0,25% (m / m). Se recomienda la determinación de cloruro de sodio mediante método volumétrico de Mohr's (AOAC 937.09), para contenido igual o superior al 20% Sin embargo, lo propuesto se apoya (método y tipo) - su ratificación.</p> <p><i>Se sugiere incluir como método alternativo, el método volumétrico AOAC 935.47 sal en carnes, Método de volhard, debido a que es una referencia oficial en la matriz.</i></p>

ISO 18787	Determinación de la actividad del agua	Método potenciométrico	II	Método propuesto corresponde a métodos de determinación de la actividad del agua (aw) para productos alimenticios de consumo humano en general. Si bien tiene excepciones (productos almacenados por debajo de su punto de congelación, emulsiones de agua en grasa, productos cristalinos) estas no aplican a la matriz carne seca. Lo propuesto se apoya .(método y tipo) –su ratificación. Se sugiere incluir como método alternativo el método AOAC Method 978.18 Water Activity of Canned Vegetables
-----------	--	------------------------	----	---

COMITÉ COORDINADOR FAO/OMS PARA AMÉRICA DEL NORTE Y EL PACÍFICO SUDOCCIDENTAL
(15.ª reunión del CCNASWP)

Métodos de análisis para las disposiciones del Anteproyecto de norma regional para el zumo [jugo] fermentado de fruto de noni

Disposición	Método	Principio	Tipo	Notas	COMENTARIOS
Valor Brix	AOAC 983.17	Refractometría	I	Aprobado para jugos y néctares de frutas	Sin comentarios
Valor de pH	NMKL 179	Potenciométrica	II	Aprobado para jugos y néctares de frutas	<p><u>Codex:na14_09_add2e3</u>. Establece para jugo noni fermentado rango de pH de 3.55 a 4.00. Con 0.3% v/v de Etanol.</p> <p><u>NMKL 179</u>: El método se puede utilizar para medir el pH de todos los alimentos que contienen agua o que se pueden mezclar con agua. El rango de pH medido fue de 3,6 a 6,3.</p> <p><i>La medición de pH podría estar bajo en el límite inferior medido para la NMKL 179 de 3.6 puesto que el rango inferior para este jugo está informado en 3.55 Se sugiere que este sea incluido otro método para determinación de pH en jugo de frutas se aplica el método potenciométrico AOAC 945.27 pH (brewing Sugars and Syrups) como tipo III. Se apoya con observación el NMKL 179.</i></p>

<u>Valor pH</u>	<u>AOAC 981.12</u>	<u>potenciometría</u>	<u>I</u>	<u>Para Alimentos ácidos (sin restricciones)</u>	<p><u>Se propone incorporar este método por las razones siguientes :</u></p> <p><u>AOAC Official Method 981.12 / pH of Acidified Foods</u></p> <p><u>A. Principle pH is measurement of H ion activity and indicates acidity. It may be measured by determining electric potential between glass and reference electrodes, using commercial apparatus standardized against NIST primary standard pH buffers.</u></p> <p><i>La medición de pH está en lo que se considera un alimento acidificado en valores bajo 4.5 y el límite inferior para el producto de 3.55 estaría cubierto en este estándar. El Parámetro de pH es importante en productos fermentados no alcohólicos, por establecer un límite de inocuidad para alimentos, ya sean estos, ácidos o acidificados naturalmente o artificialmente; además, este parámetro define las variables de proceso a tener en consideración en los diferentes métodos de conservación, como los de pasteurización o de apertización o de conservas sometidas a tratamiento térmico, entre otros. En alimentos listos para el consumo un valor menor o igual a 4.4 NO favorece el desarrollo de Listeria monocytogenes. En otras referencias se mencionan valores límites en 4.3 de pH.</i></p>
Etanol	IFUMA 52	Determinación enzimática	II	Aprobado para jugos y néctares de frutas	<i>Este jugo estaría siendo un jugo de fruta analcohólico, pero no establece el límite máximo de alcohol en 0.3% v/v de etanol, y por esto debiera establecerse este límite en éste valor, que es donde debe estar el rango de detección para el método propuesto.</i>
Identificación de la escopoletina	Anexo A*	Cromatografía	IV		Se apoya la ratificación.
Identificación del ácido deacetilasperulosídico	Anexo B*	Cromatografía en capa fina	IV		Se apoya la ratificación.

1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

IDENTIFICACIÓN DE LA ESCOPOLETINA

COMENTARIOS GENERALES:

Se debe mejorar la descripción del método para que pueda ser desarrollado de manera correcta y estandarizada:

- Se categorizó las muestras a extraer individualizando el tipo de producto al comienzo de cada párrafo.
- En fruto fresco no se especifica la temperatura a aplicar para evaporación al vacío de solvente de extracción.
- Tampoco se indica si es a sequedad o hasta un volumen mínimo que tampoco se especifica
- En fruto de noni en polvo. se ordenó la redacción del proceso de secado para mejor comprensión.
- Dice: "El extracto de metanol se filtra y evapora hasta que esté seco al vacío y a 50 °C"
- Se cambia por: " El extracto en metanol se filtra y se elimina el solvente por evaporación al vacío. a 50 °C.
hasta

seguridad.

- En cromatografía se utilizó le verbo “sembrar” en vez de “ponga”. que es el termino técnico
- En la cromatografía en capa fina
- Dice:“con una fase móvil que contenga una solución más baja de diclorometano y metanol (19:1, v/v)”.
- Se cambia por:”con una fase móvil formada por una mezcla de diclorometano y metanol (19:1, v/v).

Que permite una mayor claridad en el texto.

- 1.1 **Fruto fresco.** Machacar el fruto de noni hasta textura fina. ~~Se extraen~~ **Extraer** dos gramos de fruto machacado dos veces con 125 ml de metanol cada vez. El extracto ~~de en~~ metanol se concentra mediante evaporación al vacío del solvente, ¿50 – 60 °C? A continuación, el extracto se vuelve a disolver en una pequeña cantidad de metanol, por ejemplo, 10 ml.
- 1.2 **Jugo.** Pasar el jugo de noni ~~se pasa~~ por un filtro de membrana de 0,45 µm y, a continuación, ~~se purificarlo~~ purificarlo por extracción en fase sólida con cartuchos de extracción Waters OASISS® o cartuchos de extracción en fase sólida similares. [Los cartuchos de extracción en fase sólida se equilibran con agua y luego metanol. A continuación, **cargar** las muestras ~~se cargan~~ en el cartucho y ~~se lavan~~ **lavar** con metanol al 5 %, seguido de metanol al 100 %. El eluido de metanol queda retenido para el análisis por cromatografía en capa fina.]
- 1.3 **Fruto de noni en polvo.** ~~Se extrae~~ **Extraer** 1 g de fruto de noni en polvo con 5 ml de metanol. El extracto ~~de en~~ metanol se filtra y ~~se elimina el solvente por evaporación al vacío, a 50 °C, hasta sequedad~~ **evapora hasta que esté seco al vacío a 50 °C.** El extracto **seco** ~~se disuelve~~ **redisuelve** en un 1 ml de metanol.

2. PREPARACIÓN DEL MATERIAL DE REFERENCIA

- 2.1 ~~Se prepara~~ **Preparar** una referencia disolviendo 1 mg de escopoletina en 1 ml de metanol.
- 2.2 De manera alternativa, el material vegetal de referencia certificado de *Morinda citrifolia* se puede preparar de la misma forma que las muestras que se van a analizar. El material de referencia certificado de *Morinda citrifolia* debería proceder de la misma parte de la planta que las muestras objeto de análisis.

3. IDENTIFICACIÓN

3.1 CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA

~~Ponga~~ **Sembrar** 5 µL de las soluciones de muestra y de la solución de referencia en una placa de gel de sílice [60 F254] para cromatografía en capa fina, secada previamente a 110 °C durante 15 minutos en un horno de secado. [~~Eluya~~ **Eluir** la placa con una fase móvil ~~que contenga una solución más baja~~ **formada por** una mezcla de diclorometano y metanol (19:1, v/v).] ~~Observe~~ **Observar** los colores azules fluorescentes brillantes en la placa bajo una lámpara ultravioleta de 365 nm. ~~Identifique~~ **Identificar** la escopoletina en las muestras comparando los colores y los valores del factor de retención con la referencia.

REFERENCIAS

1. Deng S, West BJ, Jensen J. A Quantitative Comparison of Phytochemical Components in Global Noni Fruits and Their Commercial Products.
2. Potterat O, et al. Identification of TLC markers and quantification by HPLC-MS of various constituents in noni fruit powder and commercial noni-derived products. Journal of Agricultural and Food Chemistry 2007, 55(18):7489–7494.
3. Basar S, Westendorf J. Identification of (2E, 4Z, 7Z)-Decatrienoic Acid in Noni Fruit and Its Use in Quality Screening of Commercial Noni Products. Food Analytical Methods 2011, 4(1):57-65. DOI: 10.1007/s12161-010-9125-9.
4. Chan-Blanco Y, et al. The ripening and aging of noni fruits (*Morinda citrifolia* L.): microbiological flora and antioxidant compounds. Journal of the Science of Food and Agriculture 2007, 87:1710 – 1716.
5. West BJ, Deng S. Thin layer chromatography methods for rapid identity testing of *Morinda citrifolia* L. (noni) fruit and leaf. Advance Journal of Food Science and Technology 2010, 2(5):298-302.

IDENTIFICACIÓN DEL ÁCIDO DEACETILASPERULOSÍDICO

1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

COMENTARIOS GENERALES:

Se debe mejorar la descripción del método para que pueda ser desarrollado de manera correcta y estandarizada:

- Se cambió redacción a forma más impersonal para facilitar comprensión, empleando infinitivos verbales para indicar las acciones a realizar.
- Se categorizó las muestras a extraer individualizando el tipo de producto al comienzo de cada párrafo.
- En fruto fresco no se especifica la temperatura a aplicar para evaporación al vacío de solvente de extracción. Tampoco se indica si es a sequedad o hasta un volumen mínimo que tampoco se especifica
- En fruto de noni en polvo, se ordenó la redacción del proceso de secado para facilitar la comprensión de la operación.
- Dice: "El extracto de metanol se filtra y evapora hasta que esté seco al vacío y a 50 °C"
- Se cambia por: "El extracto en metanol se filtra y se elimina el solvente por evaporación al vacío, a 50 °C, hasta sequedad."
- En cromatografía se utilizó le verbo "sembrar" en vez de "ponga", ya que es más acorde con la expresión spot del inglés
- En la cromatografía en capa fina
- Dice:" con una fase móvil que contenga una solución más baja de diclorometano, metanol y agua (13:6:1, v/v/v)".
- Se cambia por:"con una fase móvil formada por una mezcla de diclorometano, metanol y agua (13:6:1, v/v/v)".
- Que permite una mayor claridad en el texto.
- En cuanto al revelado de la cromatografía
- Dice: "Rocíe la placa con una solución de anisaldehído al 2 % y ácido sulfúrico y etanol al 10 % y después caliéntela en el horno a 110 °C
- Se cambia por: "Rociar la placa con una solución de anisaldehído al 2 % y ácido sulfúrico al 10 % en etanol y después calentarla en horno a 110 °C

1.1 Fruto fresco. Machacar el fruto de noni hasta textura fina. ~~Se extraen~~ **Extraer** dos gramos de fruto machacado dos veces con 125 ml de metanol cada vez. El extracto ~~de en~~ metanol se concentra mediante evaporación al vacío del solvente, ¿50 – 60 °C? A continuación, el extracto se ~~vuelve a disolver~~ **redisuelve** en una pequeña cantidad de metanol, por ejemplo, 10 ml.

1.2 Jugo. Pasar el jugo de noni ~~se pasa~~ por un filtro de membrana de 0,45 µm y, a continuación, se purifica por extracción en fase sólida con cartuchos de extracción Waters OASISS® o cartuchos de extracción en fase sólida similares. [Los cartuchos de extracción en fase sólida se equilibran con agua y luego metanol. A continuación, las muestras se cargan en el cartucho y se lavan con metanol al 5 %, seguido de metanol al 100 %. El eluido de metanol queda retenido para el análisis por cromatografía en capa fina.]

1.3 Fruto de noni en polvo. ~~Se extrae~~ **Extraer** 1 g de fruto de noni en polvo con 5 ml de metanol. El extracto ~~de en~~ metanol se filtra y ~~se elimina el solvente al vacío, a 50 °C, hasta sequedad~~ **evapora hasta que esté seco al vacío a 50 °C.** El extracto **seco** se **redisuelve** en un 1 ml de metanol.

2. PREPARACIÓN DE MATERIAL DE REFERENCIA

2.1 ~~Se prepara~~ Preparar una referencia disolviendo 1 mg de ácido deacetilasperulosídico en 1 ml de metanol.

2.2 De manera alternativa, el material vegetal de referencia certificado de *Morinda citrifolia* se puede preparar de la misma forma que las muestras que se van a analizar. El material de referencia certificado de *Morinda citrifolia* debería proceder de la misma parte de la planta que las muestras objeto de análisis.

3. IDENTIFICACIÓN

3.1 CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA

Ponga Sembrar 5 µL de las soluciones de muestra y de la solución de referencia en una placa de gel de sílice [60 F254] para cromatografía en capa fina, secada previamente a 110 °C durante 15 minutos en un horno de secado. ~~Eluya~~ Eluir la placa con una fase móvil que contenga una ~~solución más baja~~ una mezcla de diclorometano, metanol y agua (13:6:1, v/v/v). ~~Recie~~ Rociar la placa con una solución de anisaldehído al 2 % y ácido sulfúrico al 10 % en etanol al 10 % y después ~~caliente~~ calentarla en el horno a 110 °C durante un minuto para revelar el color azul. ~~Identifique~~ Identificar el ácido deacetilasperulosídico en las muestras comparando los colores y los valores del factor de retención con la referencia.

REFERENCIAS

- Potterat O, et al. Identification of TLC markers and quantification by HPLC-MS of various constituents in noni fruit powder and commercial noni-derived products. Journal of Agricultural and Food Chemistry 2007, 55(18):7489–7494.
- Deng S, et al. Determination and comparative analysis of major iridoids in different parts and cultivation sources of *Morinda citrifolia*. Phytochemical Analysis 2011, 22(1):26-30.
- West BJ, Deng S. Thin layer chromatography methods for rapid identity testing of *Morinda citrifolia* L. (noni) fruit and leaf. Advance Journal of Food Science and Technology 2010, 2(5):298-302.

COMITÉ DEL CODEX SOBRE NUTRICIÓN Y ALIMENTOS PARA REGÍMENES ESPECIALES (41.ª reunión del CCNFSU)

Métodos de análisis para preparados para lactantes

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo	COMENTARIOS
Preparados para lactantes	Tiamina	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestión enzimática y Cromatografía líquida con espectrometría de masas (UHPLC-MS/MS)	II	Se apoya. AOAC 2015.14 tiene alcance para la determinación simultánea de vitaminas B1, B2, B3 y B6 en formulas infantiles por (LC-MS/MS). Método ISO DIS 21470 también permite la detección simultánea de vitaminas, pero mediante UHPLC-MS/MS, esto debiese indicarse en “principio”
		EN 14122	HPLC con tratamiento enzimático y derivatización pre y post columna	III	Se apoya. Método indicado No tiene alcance en analito ni matriz, debe haber un error.

	AOAC 986.27	Fluorimetría	III	Se apoya. Método con alcance específico para determinar tiamina en formula infantil en base láctea.
Riboflavina	AOAC 2015.14 / ISO DIS	Digestión enzimática y LC-MS/MS	II	Se apoya. Ídem comentario en Tiamina
	EN 14152	HPLC	III	Se apoya. Método para determinar riboflavina con alcance a alimentos en general.
	AOAC 985.31	Fluorimetría	III	Se apoya. Método con alcance específico para determinar riboflavina en formula infantil en base láctea
Niacina	AOAC 2015.14 / ISO DIS	Digestión enzimática y LC-MS/MS	II	Ídem comentario en Tiamina. Se apoya.
	EN 15652	HPLC	III	Método para determinar niacina con alcance a alimentos en general.
	AOAC 985.34	Micro-bioensayo y turbidimetría	III	Método con alcance específico para determinar niacina en formula infantil en base láctea
Vitamina B6	AOAC 2015.14 / ISO DIS	Digestión enzimática y LC-MS/MS	II	Ídem comentario en Tiamina. Se apoya
	AOAC 2004.07 / EN 14164	HPLC	III	Se apoya :Método con alcance específico para determinar vit B6 en formula infantil reconstituída, mientras que EN 14164 lo es para Alimentos en general.
	AOAC 985.32	Micro-bioensayo	III	Se apoya: Método con alcance específico para determinar vitamina B6 en formula infantil en base láctea
	EN 14166	Micro-bioensayo	III	Se apoya: Método para determinar vitamina B6 con alcance a alimentos en general

Colina	AOAC 2015.10 / ISO DIS 21468	LC-MS/MS	II	Se apoya :AOAC 2015.10 tiene alcance para la determinación simultánea de colina y, carnitina en fórmulas para lactantes y fórmulas nutricionales para adultos / pediátricos. ISO DIS 21468 también aplica para igual analito y matriz.
	AOAC 999.14	Método enzimático de colorimetría con limitaciones en cuanto a la aplicabilidad debido a la concentración de colina y ascorbato	III	Se apoya Alcance para leche y formula infantil, revision indica limitaciones.
Carnitina	AOAC 2015.10 / ISO DIS 21468	LC-MS/MS	II	Se apoya AOAC 2015.10 tiene alcance para la determinación simultánea de colina y, carnitina en fórmulas para lactantes y fórmulas nutricionales para adultos / pediátricos. ISO DIS 21468 también aplica para igual analito y matriz.
Fructanos	AOAC 2016.14 / ISO DIS 22579 IDF 241	Digestión enzimática con HPAEC-PAD	II	Se apoya : Ambos métodos con Alcance para determinar fructanos en formula nutricional pediátrica y adulta
Betacaroteno	AOAC 2016.13 / ISO DIS 23443	UHPLC	II	Se apoya AOAC 2016.13 tiene alcance para la determinación de betacaroteno y licopeno en fórmulas nutricionales para adultos y pediátricos. Técnica es UHPLC no HPLC.
Licopeno	AOAC 2016.13 / ISO DIS 23443	UHPLC	II	OAC 2016.13 tiene alcance para la determinación de betacaroteno y licopeno en fórmulas nutricionales para adultos y pediátricos. Técnica es UHPLC no HPLC. Se apoya.
Biotina	AOAC 2016.02 / ISO 23305	HPLC-UV	II	AOAC 2016.02 tiene alcance para la determinación de biotina total en fórmulas infantil, adulta y pediátrico. Se apoya ratificación

		EN 15607	HPLC-fluorescencia	###	Sin comentarios
--	--	----------	--------------------	-----	-----------------

Tema 4.1 del programa

REVISIÓN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS EN CXS 234

CONJUNTO MANEJABLE PARA PRODUCTOS LÁCTEOS

GRUPO 3

Tabla G3.1.: Listas actuales de CXS 234

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo	Comentario
Leche en polvo y natas en polvo	Agua	ISO 5537 IDF 26	Gravimetría , secado 87°C	I	Se apoya proposición como tipo I equivalente debido a su ventaja su aplicabilidad, y además se utiliza para varias matrices.
<u>Leche en polvo y natas en polvo</u>	<u>Humedad</u>	<u>AOAC 927.05</u>	<u>Gravimetría, secado al vacío a 100°C</u>	<u>II</u>	Se propone incluir esta norma que es en el alcance de la matriz y su aplicabilidad por parte de los laboratorios es factible.

Tema 4.2.

EXAMEN DE LOS MÉTODOS DE ANÁLISIS EN LA NORMA CXS 234 CONJUNTO MANEJABLE DE GRASAS Y ACEITES

Producto	Disposición	Método	Principio	Tipo	Comentarios
----------	-------------	--------	-----------	------	-------------

Aceites de oliva y aceites de orujo de oliva	Características organolépticas	COI/T.20/Doc. n.º 15:	Análisis sensorial por un panel Entrenado de expertos reconocidos por COI	I	Mejorar redacción del principio, ya que el método requiere de un panel de Expertos
---	--------------------------------	-----------------------	---	---	--

OBSERVACIONES DE CHILE SOBRE:

- i) **Proyecto de revisión de las *Directrices sobre la incertidumbre en la medición*. CXG 54-2004.**
- ii) **Documento de información sobre los procedimientos para la estimación de la incertidumbre en la medición.**

GENERAL COMMENTS

1. In relation to the Draft revision of the Guidelines on measurement uncertainty (CXG 54-2004), it is considered positive that one wants to work or propose this guideline for estimating the uncertainty of Physical and Chemical measurements in food, since directs the efforts of food laboratories to work in a standardized way in terms of estimating and interpreting the uncertainty of their results.
2. It is proposed to improve the initial writing of the text so that its best understanding. It is important to note that the concepts are clearly explained, and duly provides all the necessary references so that the reader can go deeper if necessary. The examples presented can be easily followed. Although it is more developed towards the top-down approach, perhaps it would be useful to delve a little further into the other approach of the GUM.
3. In relation to the terminology that should be included in Guideline CXG 54-2004, it is important to include those that are directly contained in it and allow a better understanding of the content. In this sense, the incorporation of the definitions is suggested. of the VIM.
4. Regardless of the approach of estimating measurement uncertainty, it is important at a general level to indicate the steps involved in the estimation process that can be expressed in 5: Establishment of the components of measurement uncertainty, evaluation of the components in standard uncertainty, combined uncertainty estimate, expanded uncertainty estimate and measurement uncertainty report.
5. In paragraph 20 of the guide, mention is made of an Excel formula: $\text{SQRT}((N-1)/\text{CHISQ.INV}(0.05, N-1))$, request to include mathematical formula. In this sense is not considered convenient Inform excel formula because this software defers in the formulas from one language to another and according to its version. In the same way it would be important to clarify this point better with an example so that it is better understood.
6. It is necessary in the document to incorporate in the evaluation of the components in the standard uncertainties to incorporate in the description of the combined standard uncertainty and the expanded standard uncertainty.
7. It is necessary to incorporate complete bibliographic references of the specific standards or guides in the guide, for which they include including in an article 31 of the document.
8. Improving this guide, allowing a better introduction and understanding of the precision, use and interpretation of measurement uncertainty for food control laboratories in accordance with ISO / IEC 17025.

Tema 5

PROYECTO DE REVISIÓN DE LAS *DIRECTRICES SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN* (CXG 54-2004)

1. Los resultados de las mediciones **físicas y químicas correspondientes a** analíticas en el control de los alimentos se utilizan para evaluar si los productos alimenticios cumplen las especificaciones pertinentes. La precisión de los resultados de la medición se ve afectada por varios componentes de error, y es importante asegurarse de que los errores se consideren adecuadamente. Dado que se desconoce el valor verdadero de la **magnitud (cantidad de sustancia)** que se está midiendo, no se pueden conocer con exactitud los errores. Por consiguiente, el enfoque se desplaza hacia una evaluación de la incertidumbre asociada con un resultado de la medición. Todos los resultados de **una** medición tienen una incertidumbre asociada; la no estimación de la incertidumbre de la medición no significa que no exista incertidumbre. ~~La estimación de dicha incertidumbre es necesaria para establecer la rastreabilidad metrológica de los resultados de la medición.~~ Por consiguiente, la incertidumbre de la medición es de suma importancia en las pruebas **físicas y** analíticas y en la subsiguiente toma de decisiones.

2. ~~Cabe señalar que, en estas Directrices,~~ **El presente documento** no **proporciona orientación** ~~se incluye~~

para la evaluación de la **contribución a la** incertidumbre **total debido al** del muestreo.

3. El presente documento no ofrece orientación respecto de cómo tener en cuenta la incertidumbre de la medición en la especificación de los planes de muestreo de aceptación en conexión con la inspección de los lotes.

4. La Comisión del Codex Alimentarius ha elaborado las *Directrices para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos* (CXG 27-1997). Se recomienda que los laboratorios que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos adopten los criterios generales establecidos en la norma ISO/IEC 17025 (ISO, 2017). Esta norma ~~exige que, cuando sea necesario para la interpretación de los resultados de los ensayos, y según proceda, la incertidumbre de la medición se incluya en el informe del ensayo. Asimismo, la norma ISO/IEC 17025 establece que la incertidumbre de la medición y su nivel de confianza se pongan a disposición del usuario de los resultados (o cliente), previa petición. Debe documentarse el uso de la incertidumbre de la medición para establecer las normas que rigen las decisiones. En resumen, la norma ISO/IEC 17025 exige que la información relativa a la incertidumbre de la medición se~~ **facilite incorpore** en los informes de los ensayos en la medida en que sea pertinente para la validez o aplicación de los resultados de los ensayos, en respuesta a una petición del cliente, o cuando la incertidumbre afecte al cumplimiento de un límite de especificación.

Ámbito de aplicación

5. Estas Directrices abarcan los aspectos generales de la incertidumbre de la medición del análisis cuantitativo, proporcionan definiciones de la incertidumbre de la medición y la terminología relacionada, y aclaran el papel de la incertidumbre de la medición en la interpretación de los resultados de ~~los ensayos~~ las pruebas **en la evaluación de la conformidad** y ~~la relación entre la incertidumbre de la medición y los~~ **especifican** planes de muestreo **para la inspección de los lotes**. No abordan el componente de la incertidumbre asociado con el muestreo y se centran en la contribución de la incertidumbre en lo que atañe a la obtención de una muestra de ensayo a partir de la muestra de laboratorio, la toma de una porción analítica de una muestra de ensayo (es decir, los errores debidos a la heterogeneidad¹ entre las porciones analíticas) y el análisis de una porción analítica **tomadas** en el laboratorio.

6. Si bien la función de ~~La medición- Los análisis físicos~~ **física y el análisis** químicos en el control de los alimentos ~~suele entrañar resultados de mediciones analíticas~~ **son a menudo cuantitativos, pero** los resultados **cuantitativos de los ensayos** también son pertinentes. **Si bien los ensayos cualitativos no se requiere la evaluación o estimación de la incertidumbre de la medición para obtener resultados cualitativos, se recomienda que los laboratorios identifiquen los factores que ejercen influencia en los resultados de dichas pruebas y establezcan procedimientos de aseguramiento de la calidad para controlar los efectos** relevantes. ~~Para la estimación de la incertidumbre de la medición asociada con los resultados cualitativos, debería aplicarse un enfoque diferente al de los resultados cuantitativos.~~

Requisitos previos

7. Los laboratorios que realizan ~~mediciones físicas o en análisis químicos~~ **análisis físicos y químicos** deben disponer de procedimientos eficaces de garantía de calidad (personal debidamente capacitado, mantenimiento y calibración de equipos, materiales y normas de referencia, documentación, participación en pruebas de aptitud, ~~tablas cartas de~~ control de calidad, etc.), que puedan utilizarse para evaluar la incertidumbre de la medición. Además, se recomienda un conocimiento estadístico suficiente, ya sea por parte de personal ~~cualificado-calificado~~ como de consultores externos, para garantizar que los métodos estadísticos, las fórmulas matemáticas y las normas que rigen las decisiones se aplican correctamente, y que se cumplen los criterios relativos a los riesgos para los productores y los consumidores (**JGCM 106:2012 e ISO 10576**). ~~Se pueden encontrar ejemplos y explicaciones de las normas que rigen las decisiones en las normas ISO 10576 y JGCM 106:2012.~~

¹ La heterogeneidad entre las porciones de prueba se compone de heterogeneidad de composición (HC) y heterogeneidad de distribución (HD). Ambas dan lugar a errores aleatorios al seleccionar una porción de prueba, lo que se conoce como “error de muestreo fundamental” —denominado asimismo variabilidad fundamental— y error de agrupación y segregación. La variabilidad fundamental es el resultado de la heterogeneidad de composición y ~~es la variabilidad entre las porciones de prueba que permanecen incluso bajo el mejor grado posible de reducción del tamaño de partículas.~~ La variabilidad fundamental tiene un efecto predominante sobre la variabilidad total cuando el “compuesto objetivo” se encuentra predominantemente en una fracción específica de las partículas (hay un número bajo de partículas con concentraciones relativamente altas del compuesto objetivo). La variabilidad fundamental se puede controlar mediante la recopilación de una porción de prueba que tenga una masa suficiente. El error de agrupación y de segregación se debe a la heterogeneidad de distribución y es la distribución no aleatoria (espacial o temporal) del “compuesto objetivo” dentro del material del cual se selecciona una porción de prueba. El error de agrupación y segregación se puede controlar a través de la recopilación de un número suficiente de incrementos aleatorios para constituir una porción de prueba.

Términos y definiciones

8. **A-Para** los efectos de las presentes directrices, se aplicarán los términos y definiciones de los siguientes documentos.
9. **a.** Directrices sobre la terminología analítica (CXG 72-2009).
 - b.** JCGM 200:2012 *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms* (VIM) (Vocabulario Internacional de Metrología: Conceptos básicos y generales y términos asociados).
 - c.** ISO 3534-1:2006 *Statistics – Vocabulary and symbols – Part 1: General statistical terms and terms used in probability* (Estadística -Vocabulario y símbolos - Parte 1: Términos estadísticos generales y términos utilizados en probabilidad).
 - d.** ISO 3534-2:2006 *Statistics – Vocabulary and symbols – Part 2: Applied statistics* (Estadística - Vocabulario y símbolos -Parte 2: Estadística aplicada).
 - e.** ISO 2859-1:2014 *Sampling procedures for inspection by attributes. Part 1: Sampling schemes indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection* (Procedimientos de muestreo para la inspección por atributos. Parte 1: Planes de muestreo indexados por límite de calidad de aceptación (LCA) para la inspección lote por lote).
 - f.** ISO 3951-1:2016 *Sampling procedures for inspection by variables – Part 1: Specification of single sampling plans indexed by acceptance quality limit (AQL) for lot-by-lot inspection for a single quality characteristic and a single AQL* (~~Procedimientos de muestreo para la inspección por variables. Parte 1: Especificación de planes de muestreo individuales indexados por límite de calidad de aceptación (LCA) para la inspección lote por lote respecto a una característica de calidad única y un LCA único.~~

- g.** ISO 6498:2012 *Animal feedingstuffs- Guidelines for sample preparation* (Piensos para animales: Directrices para la preparación de muestras).
- h.** ISO 10725:2000 *Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk materials* (Planes y procedimientos de muestreo de aceptación para la inspección de productos a granel).
- i.** ~~ISO/IEC 17025:2017 **Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de pruebas y calibración**~~ **General requirements for the competence of testing and calibration laboratories** (Requisitos para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración).

10. Para facilitar las referencias, se proporcionan las siguientes definiciones:

10.1. Inspección por variables: Inspección mediante la medición de la magnitud de una característica de un elemento. [Mencionar Referencia]

10.2. Incremento: Cantidad de material tomada de una sola vez de una cantidad mayor de producto para formar una muestra. [Mencionar Referencia]

10.3. Elemento: ~~Compuesto que puede describirse y considerarse individualmente.~~ **Mensurando:** magnitud que se desea medir [JCGM 200:2012 VIM].

10.4. Muestra de laboratorio : Muestra preparada (a partir del lote) para su envío al laboratorio y destinada a la inspección o ensayo. [Mencionar Referencia]

10.5. Lote: Un lote (para los fines de las presentes Directrices) es una cantidad definida de un producto determinado, elaborado u obtenido en condiciones presuntamente uniformes.

10.6. Incertidumbre de la medición: ~~Parámetro, asociado con el resultado de una medición, característico de la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente a lo que se mide.~~ **Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza** [JCGM 200:2012 VIM].

10.7. Muestra : Conjunto de uno o más elementos tomados de un lote y destinados a proporcionar información sobre él. [Mencionar Referencia]

10.8. Plan de muestreo: Tamaño de la muestra específico, metodología para seleccionar la muestra que se utilizará y los criterios de aceptación de los lotes asociados.[Mencionar Referencia]

10.9. Tamaño de la muestra: Número de elementos de la muestra. [Mencionar Referencia]

10.10. Muestra de ensayo: Submuestra o muestra preparada a partir de la muestra de laboratorio y de la que se tomarán porciones analíticas. [Mencionar Referencia]

10.11. Porción analítica: Cantidad de material extraído de la muestra de ensayo (o de la muestra de laboratorio si ambas son iguales). [Mencionar Referencia]

10.12. Contribuciones a la incertidumbre: **Declaración de una incertidumbre de medida y las componentes de esa incertidumbre, junto con su cálculo y combinación** [JCGM 200:2012 VIM].

10.13. Incertidumbre expandida, U : **Producto de una incertidumbre típica combinada y un factor de cobertura mayor que uno.** [JCGM 200:2012 VIM]. Nota: normalmente se utiliza un factor de cobertura $k=2$.

10.14. Incertidumbre típica combinada de medida, $u_c(y)$: **También llamada incertidumbre estándar combinada, incertidumbre combinada, es la incertidumbre típica obtenida a partir de las incertidumbres típicas individuales asociadas a las magnitudes de entrada de un modelo de medición.** [JCGM 200:2012 VIM].

10.15 Error sistemático: **componente del error de medida que, en mediciones repetidas, permanece constante o varía de manera predecible.** [JCGM 200:2012 VIM]

10.16 Error aleatorio: componente del error de medida que, en mediciones repetidas, varía de manera impredecible. [JCGM 200:2012 VIM]

10.17 Sesgo: valor estimado de un error sistemático. [JCGM 200:2012 VIM]

10.18 Intervalo de cobertura: intervalo que contiene el conjunto de valores verdaderos de un mensurando con una probabilidad determinada, basada en la información disponible. [JCGM 200:2012]

10.19 Probabilidad de cobertura: probabilidad de que el conjunto de los valores verdaderos de un mensurando esté contenido en un intervalo de cobertura especificado. [JCGM 200:2012]

10.20 Factor de cobertura: número mayor que uno por el que se multiplica una incertidumbre típica combinada para obtener una incertidumbre expandida. [JCGM 200:2012]

Muestra

~~Un conjunto de uno o más elementos tomados de un lote y destinados a proporcionar información sobre él.~~

~~Tamaño muestral~~

~~Número de elementos de la muestra.~~

~~Plan de muestreo~~

~~Combinación del tamaño de la muestra o muestras que se utilizarán y los criterios de aceptación de los lotes asociados.~~

~~Incremento del muestreo~~

~~Cantidad del producto a granel tomada en una sola acción por un dispositivo de muestreo.~~

~~Muestra compuesta~~

~~Agregación de dos o más incrementos del muestreo tomados de un lote para la inspección del lote.~~

Consideraciones generales

11. Cuando se realiza una medición, generalmente se asume que existe un “valor verdadero” de la cantidad objeto de la medición. Sin embargo, este valor se desconoce y, por lo tanto, solo está disponible como valor de referencia o como valor verdadero convencional. Por esta razón, el error de medición no puede estimarse de forma fiable y la atención se desplaza hacia la evaluación de la incertidumbre de la medición. La incertidumbre de la medición se expresa como un intervalo dentro del cual los valores que pueden atribuirse razonablemente a la cantidad medida se encuentran con una probabilidad de cobertura establecida. ~~Se supone que se ha realizado correctamente cualquier corrección de sesgo necesaria.~~ Dado que todos los resultados de las mediciones están sujetos a errores, se espera que los laboratorios estimen la incertidumbre de la medición asociada a cada resultado y, si es necesario, informen al respecto.

12. Las mediciones se ven afectadas por muchos factores como, por ejemplo, los efectos que se producen relacionados con cambios de temperatura, presión, humedad, variabilidad de la matriz o con la **valoración-repetibilidad** del analista. Estos errores pueden clasificarse como *sistemáticos* o *aleatorios*. **Los errores sistemáticos o aleatorios son componentes de la incertidumbre de medición.** El término *sesgo* se utiliza a menudo para referirse a un error sistemático. Aunque todos los componentes de *error sistemático* pudieran evaluarse y corregirse, los resultados de la medición seguirían estando sujetos a *errores aleatorios* que no pueden corregirse, lo que daría lugar a un intervalo de incertidumbre. Un ejemplo de la manera en que se manifiesta un error aleatorio es la dispersión de los resultados de la medición observada cuando las mediciones se realizan en un laboratorio en condiciones casi idénticas, es decir, en condiciones de repetibilidad. **Se deben cuantificar de manera resumida los componentes de incertidumbre de la medición tanto sistemáticos como aleatorios, respectivamente.** ~~Deben determinarse y estimarse los distintos componentes de la incertidumbre de la medición. Algunos de ellos~~ Los componentes **de la incertidumbre de la medición** pueden evaluarse a partir de la distribución estadística de los resultados de una serie de mediciones y caracterizarse mediante desviaciones típicas. Los demás ~~elementos~~ **componentes**, que también pueden caracterizarse mediante desviaciones típicas,

se evalúan a partir de distribuciones supuestas derivadas de la experiencia u otra información. Todos los componentes de la incertidumbre, incluidos los derivados de efectos sistemáticos como la incertidumbre de las correcciones de sesgo y las normas de referencia, contribuyen a la dispersión.

13. Es importante señalar que el tiempo y los recursos financieros no permiten la evaluación y corrección de todos los errores de medición. Por esta razón, la atención se centra en la determinación y evaluación de los *principales* componentes de la incertidumbre de la medición. **Sin embargo, es de suma importancia identificar y evaluar los componentes sistemáticos de la incertidumbre de medición, ya que estos no pueden reducirse mediante mediciones repetidas. Siempre que sea posible, se deben utilizar métodos de prueba que hayan sido validados por estudios colaborativos. En caso de que haya dos métodos con la misma incertidumbre de medición, se debe preferir el método que tiene un error sistemático más bajo.**

Componentes de incertidumbre

14. Al realizar una medición, es importante considerar todos los posibles componentes de incertidumbre que influirán en el resultado. **Las fuentes de** los componentes típicos de incertidumbre incluyen los efectos asociados con el equipo instrumental, el analista, la matriz de **la** muestra, el método, la calibración, el tiempo y el entorno (**Condiciones ambientales**). Estas fuentes pueden no ser independientes, en cuyo caso las respectivas correlaciones deben tenerse en cuenta en el cálculo de la incertidumbre, es decir, en la estimación de la incertidumbre total. Además, en determinadas circunstancias, el efecto asociado a un determinado componente de incertidumbre puede cambiar con el tiempo y, en consecuencia, puede ser necesaria una nueva estimación de la incertidumbre de la medición. Para más información sobre este tema, sírvase consultar la Guía CG 4 EURACHEM / CITAC.

Procedimientos para estimar la incertidumbre de la medición

15. Hay muchos ~~procedimientos~~ **enfoques** disponibles para estimar la incertidumbre de un resultado de la medición, en particular los descritos en la Guía ISO/IEC 98-3:2008 y en la Guía CG 4 EURACHEM / CITAC. En las directrices del Codex no se recomienda ningún enfoque en particular para estimar la incertidumbre de la medición, pero es importante que, independientemente del planteamiento que se utilice, este sea científicamente aceptable². **Entre estos enfoques científicamente aceptables, ninguno puede calificarse mejor que cualquier otro, o sea que no hay una “jerarquía” entre dichos enfoques.** La elección del ~~procedimiento~~ **enfoque** adecuado depende del tipo de **medición o** análisis, el método utilizado, el nivel de fiabilidad requerido y la urgencia de la solicitud de una estimación de la incertidumbre de la medición. En general, los procedimientos se basan en un planteamiento **de componente por componente llamado** “de abajo arriba” o **un enfoque** “de arriba abajo”; este último utiliza datos procedentes de ~~ensayos~~ **estudios** en colaboración, estudios de **ensayos de** aptitud, estudios de validación, e muestras destinadas al control de calidad dentro del laboratorio, o bien en una combinación de dichos datos. **Independiente del enfoque de la incertidumbre, en general para su determinación se debe establecer el siguiente proceso indicado en figura 1:**

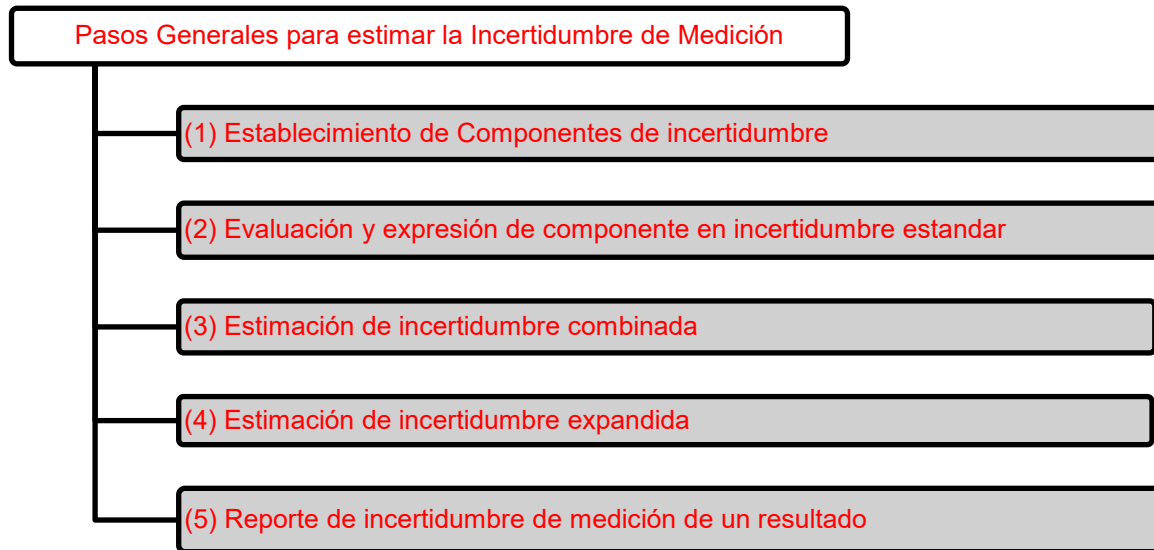


Figura 1: Pasos Generales para estimar la incertidumbre de medición

16. Enfoques más comunes para la evaluación de la incertidumbre de la medición:

16.1. Modelado (clásico ISO y GUM)

-Evaluación de abajo arriba componente por componente con arreglo a la norma ISO GUM **en base al modelo de medición.**

16.2. Validación en un único laboratorio

-Planteamiento de arriba abajo, por ejemplo, según Nordtest TR 537, procedimiento NMKL nº 5, Guía CG 4 EURACHEM / CITAC, **es decir**; incertidumbre de los resultados obtenidos utilizando el mismo procedimiento en un único laboratorio y en condiciones variables como las descritas anteriormente.

16.3. Validación entre laboratorios

-Planteamiento de arriba abajo utilizando la desviación típica de la reproducibilidad (**ISO 5725 e ISO 21748**), **es decir**; incertidumbre de los resultados obtenidos utilizando el mismo procedimiento en diferentes laboratorios.

16.4. Ensayos de aptitud (EA)

-Planteamiento de arriba-abajo utilizando la desviación típica de la reproducibilidad objetivo, **es decir**: incertidumbre de los resultados obtenidos mediante el análisis de la misma muestra o muestras en diferentes laboratorio.

17. Estos procedimientos no son equivalentes y pueden dar lugar a estimaciones diferentes de la incertidumbre de la medición. En el planteamiento de arriba - abajo, la desviación típica de la reproducibilidad obtenida a partir de estudios en colaboración se utiliza a menudo como **cálculo una estimación** de la incertidumbre de la medición. El componente de incertidumbre del desajuste de la matriz debe tenerse en cuenta adecuadamente durante la estimación de la incertidumbre de la medición. Para superar esta deficiencia se pueden utilizar diferentes matrices y niveles de concentración, dependiendo del alcance del método. En el caso de un estudio de validación en un solo laboratorio, **para** la estimación de la incertidumbre se **utiliza realiza utilizando la una** precisión intermedia (la reproducibilidad dentro del laboratorio) **y**, por lo tanto, **falta** el sesgo del laboratorio **no está incluido. Como consecuencia de lo anterior**, con el resultado de que la incertidumbre **obtenida** puede haber sido subestimada.

Dependiendo del caso, ello puede abordarse, por ejemplo, estimando y corrigiendo el sesgo mediante un experimento de recuperación (teniendo debidamente en cuenta la “incertidumbre de la corrección de recuperación” en la incertidumbre **combinada**) o realizando una simulación del sesgo de laboratorio mediante la variación de los efectos que podrían afectar como, por ejemplo, los instrumentos analíticos, los analistas, el período de tiempo, el equipo para la preparación de muestras, etc. **También se pueden usar materiales de referencia certificados para estimar el sesgo y su incertidumbre.**

² La expresión “científicamente aceptable” se utiliza aquí para indicar que el enfoque ha sido descrito previamente en una norma o directriz internacional o que, tras el examen de los expertos, se ha acordado que el planteamiento utilizado al respecto es apropiado.

18. Estos procedimientos pueden variar en función de los efectos incluidos; no obstante, también hay a menudo una variación considerable debido a la variabilidad aleatoria de las cifras de la desviación típica _____(precisión intermedia [~~reproducibilidad dentro del laboratorio~~], reproducibilidad, repetibilidad). Por lo tanto, debe proporcionarse tanto el enfoque elegido para estimar la incertidumbre de la medición (validación interna, estudio conjunto, planteamiento “de abajo-arriba”, etc.), como el nivel estimado de confianza de la incertidumbre de la medición.

19. Casi todos los datos de la incertidumbre se expresan como desviaciones típicas o funciones de las desviaciones típicas. Si se calcula una desviación típica utilizando una pequeña cantidad de datos, **existe una incertidumbre considerable produciéndose una sobreestimación de esta incertidumbre** en la estimación de la incertidumbre de la medición obtenida.

20. Si la estimación de una desviación típica se obtiene a partir de un número reducido de pruebas realizadas por un solo laboratorio o de un estudio conjunto realizado por un número reducido de laboratorios, cada uno con una sola medición, la desviación típica real puede ser hasta dos o tres veces superior a la desviación típica estimada. **Bajo estas condiciones, la desviación estándar real puede calcularse de utilizando un factor de multiplicación f que relaciona los valores estimados y verdaderos como una función del número de mediciones. Para más información sobre la aplicación de este factor y fórmulas de cálculo de desviación estándar real, refiérase al documento Directrices sobre estimación de la incertidumbre de los resultados CXG 59-2006.** Este factor **exacto, por el que se debe multiplicar la estimación,** se puede calcular con la siguiente fórmula:

$$\text{Factor, } f = \frac{\sqrt{n-1}}{\text{inv} - X^2_{(\alpha=0,05;n-1)}}$$

Siendo:

n : número de laboratorios o el número de pruebas dentro de un único laboratorio

$\text{inv} - X^2_{(\alpha=0,05;n-1)}$: Invertido de Chi cuadrado para $n-1$ grados de libertad para un 95% de confianza.

Utilizando por ejemplo en Excel **la fórmula: SQRT((N-1)/CHISQ.INV(0.05,N-1)), donde N es el número de laboratorios o el número de pruebas dentro de un único laboratorio [indicar versión del Excel para dicha fórmula].** **La** ~~Esta incertidumbre~~ **fiabilidad** de los componentes de la incertidumbre de la medición debe tenerse en cuenta en el diseño de los estudios experimentales y en la evaluación de la incertidumbre de la medición.

21. Se recomienda que los laboratorios que realicen análisis de alimentos con métodos cuantitativos evalúen siempre la incertidumbre de la medición., ~~En los casos en que no pueda realizarse una evaluación rigurosa,~~ **Incluso cuando no se puedan evaluar algunos componentes de** la incertidumbre de la medición ~~debe estimarse, como mínimo,~~ **a menudo estos componentes pueden al menos estimarse** sobre la base de los principios, la experiencia y los conocimientos más avanzados, por ejemplo, sobre resultados de laboratorio, niveles de concentración, matrices, métodos analíticos o analitos comparables.

Una vez evaluados y definidos los componentes de la incertidumbre, se procederá a estimar la incertidumbre combinada de la medición, de acuerdo a la “Regla de propagación de las incertidumbres”. Posteriormente se deberá estimar la incertidumbre expandida de la medición U que es obtenida multiplicando la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$ por un factor de cobertura k . El valor del factor de cobertura está basado en el nivel de confianza requerido, frecuentemente se utiliza un 95% cuyo valor de $k=2$, en el caso de una distribución normal (gaussiana):

$$U = k \times u_c(y)$$

Nota: Cuanto mayor sea la incertidumbre de la desviación típica utilizada para el cálculo de la incertidumbre de la medición, menor será la probabilidad de cobertura de esta última. En tales casos puede ser razonable aumentar el factor de cobertura tomando el factor k correspondiente de la distribución t de Student.

22. Para demostrar que un laboratorio es competente en la aplicación de un método validado, existen dos enfoques posibles:

- a. el laboratorio utiliza un método de ensayo interno validado, con límites establecidos en relación con los principales componentes de la incertidumbre de la medición, junto con la forma exacta en que deben calcularse las cantidades pertinentes;
- b. el laboratorio utiliza un método oficial o normalizado, con características establecidas relativas al rendimiento del método y verifica que puede cumplir o superar los parámetros de rendimiento del laboratorio, de acuerdo con el método oficial normalizado y que todos los factores determinantes están bajo control.

23. La mayoría de los métodos utilizados en análisis de alimentos y recomendados en los documentos del Codex son métodos **bien conocidos** que han sido validados de manera fiable. Siempre que se haya demostrado la competencia del laboratorio en la aplicación de un método validado mediante uno de los dos enfoques descritos **anteriormente**, se considerará que la evaluación o la estimación de la incertidumbre de la medición se han realizado con éxito y se considerará que se han cumplido todos los requisitos relativos a la incertidumbre de la medición.

24. **En las Directrices para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos (CXG 27-1997) es un requisito que los laboratorios de control de alimentos, cumplan con los requisitos de la ISO/IEC 17025 exige a los laboratorios de ensayos que intervienen en la importación y exportación de alimentos que cumplan los criterios generales establecidos en la norma ISO/IEC 17025. Esta norma exige que los laboratorios, en este contexto los laboratorios deben utilizar- utilicen métodos validados; por lo tanto, suele ser recomendable utilizar los datos del estudio de validación realizado entre varios laboratorios o en un único laboratorio puedan usarse para estimar la incertidumbre de la medición después del enfoque de arriba hacia abajo, en lugar de otro enfoque como el planteamiento de abajo arriba.** En la Sección 7.6.2 de la Guía CG 4 EURACHEM / CITAC se proporciona un procedimiento para evaluar la incertidumbre de la medición utilizando datos de estudios conjuntos. En la Guía CG 4 EURACHEM / CITAC también se hace referencia a la norma ISO 21748 como fuente principal para la estimación de la incertidumbre a partir de los “datos de estudios colaborativos obtenidos de conformidad con la norma ISO 5725”. **Los informes de resultados y/o certificados emitidos deben cumplir con los requisitos de la ISO/IEC 17025.**

Usos de la incertidumbre de la medición

25. La incertidumbre de la medición tiene varios usos, entre los que se incluyen los siguientes:

- a. La notificación de los resultados de las mediciones (véase la norma ISO/IEC 17025): Por lo general, la incertidumbre de la medición se notifica como incertidumbre **ampliada expandida** de la medición U . **es decir, como la incertidumbre típica u multiplicada por un factor de cobertura $k = 2$ que, en el caso de la distribución normal (gaussiana), corresponde a una probabilidad de cobertura de aproximadamente el 95 %.**

~~Nota: Cuanto mayor sea la incertidumbre de la desviación típica utilizada para el cálculo de la incertidumbre de la medición, menor será la probabilidad de cobertura de esta última. En tales casos puede ser razonable aumentar el factor de cobertura tomando el factor k correspondiente de la distribución t de Student.~~

b. Para la evaluación de la conformidad, para evaluar si el valor verdadero de la muestra sometida a prueba se confirma está conforme o no a la especificación (véanse los párrafos 26 y 27). Esto es diferente a la inspección por muestreo, donde se evalúa la conformidad de un lote. Se encuentran ejemplos y notas explicativas en JCGM 106:2012 e ISO 10576.

c. La evaluación del **rendimiento desempeño** de los laboratorios (véase la norma ISO 13528).

~~Para eEl diseño de planes de muestreo de aceptación basado en la inspección por variables. (véanse la norma ISO 3951 y las Directrices CXG 50).~~

~~—La determinación del tamaño de la muestra y del número de aceptación para la inspección por atributos, así como del tamaño de la muestra y de la constante de aceptación para la inspección por variables se basa en los procedimientos y planes de muestreo previstos en las normas de la ISO y/o las directrices del Codex (por ejemplo, ISO 3951 y GL50). Cuando la incertidumbre de la medición es grande en relación con el proceso estándar de desviación, hay que tenerla en cuenta en estos cálculos. Este cálculo debe tomar en consideración los componentes de la incertidumbre de la medición.~~

~~e. La evaluación del **rendimiento desempeño** de los laboratorios (véase la norma ISO 13528).~~

f. Para eEl diseño de planes de muestreo de aceptación basado en la inspección por variables. (véanse la norma ISO 3951 y las Directrices CXG 50).

g. La determinación del tamaño de la muestra y del número de aceptación para la inspección por atributos, así como del tamaño de la muestra y de la constante de aceptación para la inspección por variables se basa en los procedimientos y planes de muestreo previstos en las normas de la ISO y/o las directrices del Codex (por ejemplo, ISO 3951 y GL50). Cuando la incertidumbre de la medición es grande en relación con el proceso de la desviación estándar del proceso de desviación, hay que tenerla en cuenta estos cálculos.

~~incertidumbre de la medición.~~

~~Este cálculo debe tomar en consideración los componentes de la~~

h. Para caracterizar materiales de referencia certificados (ISO Guide 35).

i. Para lLa comparación entre los resultados de las mediciones y los valores verdaderos o de referencia (ISO 5725-6).

Cómo notificar la incertidumbre de la medición en los resultados de los ensayos

26. De acuerdo con la norma ISO/IEC 17025, debe notificarse la incertidumbre de la medición para poder decidir si una *muestra de laboratorio* cumple una determinada especificación sobre la base de un resultado analítico. **El resultado de una medición se expresa convenientemente como:**

$$Y = y \pm U$$

Cuya interpretación significa que la mejor estimación del valor atribuible al mensurando Y es y , y que

$y - U$ a $y + U$ es un intervalo que se espera que abarque una gran fracción de la distribución de valores que razonablemente podrían ser atribuidos al mensurando.

27. ~~Sin embargo,~~ La norma ISO/IEC 17025 no **especifica con exactitud qué informaciones deben notificarse** establece cómo debe tenerse en cuenta la incertidumbre en la medición. ~~Está claro, Sin embargo, que sería útil incluir información~~ No basta con considerar únicamente la incertidumbre de la medición, sino que es necesario incluir información ~~sobre- acerca de si se ha aplicado una corrección~~ **al** el sesgo del método, (si es significativo) y **si el aporte correspondiente a la incertidumbre de la corrección del sesgo de la incertidumbre está incluido** sobre si se aplicó o no una corrección **en la incertidumbre de medición reportada. El lector podrá referirse también a las secciones relevantes del Manual de procedimiento de la Comisión del Codex Alimentarius (Edición 27ª, 2019).**

Ejemplos de Situaciones que se producen cuando se considera la incertidumbre de la medición- 4 CASOS

28. La siguiente Figura 1 ilustra cómo la incertidumbre de la medición puede afectar a las decisiones sobre si los valores verdaderos **de la muestra probada ensayada** se ajustan o no a los límites de la especificación. ~~Sin embargo, esta La~~ Figura 1 se proporciona para ilustrar **solo** el principio. Los intervalos de la incertidumbre de la medición, como los de la Figura 1, no pueden utilizarse como un procedimiento válido de evaluación de **la conformidad**. ~~producto.~~

29. La decisión sobre si la *muestra de laboratorio* cumple o no la especificación depende de las normas que las diferentes partes en cuestión hayan convenido en aplicar.

30. La ISO/IEC 17025 establece que los laboratorios evalúen la incertidumbre de medida y que apliquen una regla de decisión documentada cuando establezcan declaraciones de conformidad.

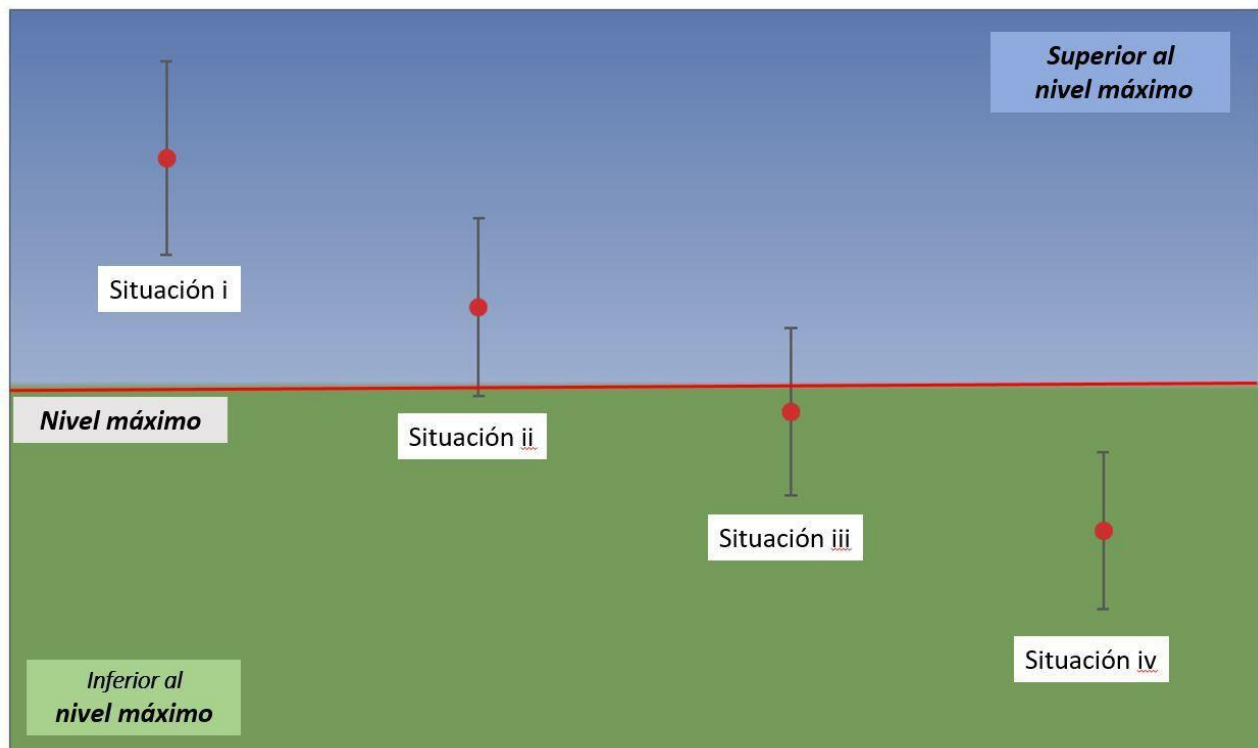


Figura 2: Cómo tener en cuenta la incertidumbre **ampliada expandida** de la medición en la comparación de los resultados de los ensayos con un nivel máximo. Para cada situación, el punto rojo representa un resultado de un ensayo individual (y) y la barra vertical representa el intervalo de la incertidumbre de la medición correspondiente (**es decir la incertidumbre expandida; $y \pm U$**).

Situación i

El resultado analítico menos la incertidumbre **ampliada expandida** de medición excede el nivel máximo. La conclusión es que está por encima de la especificación.

Situaciones ii y iii

El resultado analítico difiere del nivel máximo en menor medida que la incertidumbre **ampliada expandida** de la medición. La interpretación típica en este caso es que el resultado no es concluyente, **es decir; es dudoso**. La acción sobre este resultado depende de los acuerdos existentes entre los socios comerciales.

Situación iv

El resultado del análisis es inferior al nivel máximo en mayor medida que el valor de la incertidumbre **ampliada expandida** de la medición. La decisión es que está por debajo de la especificación.

Nota: El intervalo de incertidumbre de la medición utilizado en la Figura 1 y su comparación con el nivel máximo no están destinados a utilizarse para el muestreo de aceptación del lote o la evaluación de su conformidad, sino para ilustrar la correlación entre el resultado del ensayo analítico y su incertidumbre de la medición con respecto a un nivel máximo.

Nota: Las implicaciones de las situaciones *i* a *iii* en el caso de los ensayos sobre el cumplimiento del LMR se examinan ampliamente en las *Directrices sobre la estimación de la incertidumbre de los resultados* (CXG 59-2006). Si, al igual que en situaciones *ii* y *iii*, no puede llegarse a una conclusión, más allá de cualquier tipo de duda razonable (en relación con los riesgos para el consumidor y el productor que ello comporta), de que se ha rebasado el límite máximo de residuos (LMR), o que se ha obtenido un resultado de ensayo conforme, la decisión dependerá de las prácticas nacionales y de los acuerdos existentes entre los socios comerciales; ello puede tener, por tanto, un impacto considerable en la aceptación de los envíos comerciales. Esta cuestión se aborda en las Directrices CXG 83-2013, "Principios para el uso del muestreo y el análisis en el comercio internacional de alimentos". En ellas, se establece que "el país exportador y el país importador deberían llegar a un acuerdo sobre el modo en que se tiene en cuenta la incertidumbre de la medición analítica a la hora de evaluar la conformidad de una medición con respecto a un límite legal".

31. REFERENCIAS:

31.1. JCGM 200:2012 International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM) (Vocabulario Internacional de Metrología: Conceptos básicos y generales y términos asociados).

31.2. ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

31.3. Nordtest TR 537, Handbook for calculation of measurement uncertainty in environmental laboratories.

31.4. NMKL Procedure No.5, Estimation and expression of measurement uncertainty in chemical analysis.

31.5. CITAC Guide number 4, EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement.

31.6. Eurachem/CITAC Guide: Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement.

31.7. JCGM 100:2008 GUM Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement.

31.8. ISO 5725-2:2019 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results.

31.9. ISO 21748:2017 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty evaluation

TEMA 8

Documento de debate sobre los criterios para seleccionar métodos del Tipo II

de entre los múltiples métodos del Tipo III

Introducción

No es inusual que se propongan varios métodos analíticos para una combinación determinada de producto básico y disposición. Sin embargo, solo uno de estos puede designarse como método de referencia (método de Tipo II). En los siguientes párrafos se da orientación sobre la selección de un método de Tipo II entre varios métodos de Tipo III.

Métodos de análisis del Codex

De acuerdo con el Manual de procedimiento, los métodos analíticos del Codex están pensados principalmente como métodos internacionales para la verificación de disposiciones en las normas del Codex. Deberán servir de referencia, en la calibración de los métodos utilizados o introducidos para fines de control y análisis.

Métodos de referencia (Tipo II)

Definición según el Manual de procedimiento: Un método de Tipo II es el método de referencia designado para casos en que no se aplican los métodos de Tipo I. Debe seleccionarse entre los métodos del Tipo III (como se define a continuación). Debe recomendarse para su uso en casos de disputa y para fines de calibración.

Métodos alternativos aprobados (Tipo III):

Según se describe en el Manual de procedimiento, un método de Tipo III es uno que cumple con los criterios requeridos por el Comité del Codex de Métodos de Análisis y Toma de Muestras para los métodos y se puede usar para fines de control, inspección o reglamentación.

En el caso de que existan varios métodos de Tipo III para la misma combinación de disposición y producto, se espera que estos métodos, aunque puedan usar enfoques diferentes, den como resultado decisiones equivalentes (conformes o no conformes).

La situación actual

Actualmente, solo se dispone de orientación general (Manual de procedimiento) para clasificar los métodos analíticos como Tipo II o III. Por este motivo, proponemos aplicar los siguientes criterios adicionales:

Criterios de inclusión para métodos químicos o físicos de Tipo III

- i. Un método potencial de Tipo III debe cumplir los siguientes criterios, además de los criterios generales para la selección de métodos de análisis (véase el Manual de procedimiento, p. 78):
 - El método debe ser fácilmente accesible (por ejemplo, desde las páginas web de los SDO) y practicable (se preferirán los métodos que puedan aplicarse para uso habitual).
 - El método debe estar validado de acuerdo con un protocolo internacional reconocido, y los datos de validación deben cumplir con los requisitos establecidos.
- ii. Todos los métodos deben medir el mismo analito (entidad química específica a determinar).
- iii. La validación cubrirá el rango analítico para la disposición (por ejemplo, LMR).
- iv. Los métodos se validarán de preferencia en la matriz específica solicitada para su oficialización, sin embargo, de no contar con validación en la matriz específica podrá ser validado en matrices de composición similar (en cuanto a su contenido de grasa, proteínas y carbohidratos).
- v. Si los métodos contienen diferentes etapas de análisis o procesos de preparación de la muestra, se verificará que estos métodos sigan midiendo el mismo analito y disposición sin ser afectado por el proceso de medición.

- vi. Se preferirá métodos cuyos resultados han sido evaluados en pruebas de aptitud de organismos acreditados por ISO/IEC 17043 para detectar diferencias entre distintos métodos.

Criterios de decisión para seleccionar un método de referencia (Tipo II) entre varios métodos de Tipo III

Para este proceso se requerirá de parte del SDO u organismo que desarrollo el método la información requerida de la validación del método correspondiente a precisión, selectividad y exactitud obtenidos en la validación del mismo.

- i. Se debe preferir el método validado para la matriz y analito específico del producto indicado: por ejemplo, si se requiere un método para cobre en preparados para lactantes, se debe preferir un método específicamente validado para este producto a un método validado para uno similar como es la leche en polvo.
- ii. Se debe preferir un método validado que considere un mayor número de matrices disponibles (más de 2 matrices).
- iii. Debe preferirse el método que haya obtenido una mejor exactitud y que incluyó en la validación un material de referencia certificado (CRM), preferiblemente de una matriz similar o igual a la utilizada en el alcance previsto
- iv. Se debe preferir el método con la mejor especificidad o selectividad.
- v. Se debe preferir el método con los mejores datos de precisión en condiciones de repetibilidad y/o reproducibilidad.

Consideraciones adicionales para la selección de Tipo II cuando varios métodos de Tipo III cumplen con todos los criterios anteriores:

- Deben preferirse los métodos que utilicen sustancias con menor peligrosidad o toxicidad para el medioambiente o analistas.
- [Se elimina este párrafo debido a que el Codex Alimentarius no aborda los temas de bienestar animal en su mandato].**

Deben preferirse los métodos con mejor practicabilidad, es decir los costos económicos más bajos e instrumental disponible accesible.

Para la comparación de los métodos podría considerarse la utilización de la siguiente tabla por parte del CCMAS:

Método Tipo III	Fundamento/ Principio	Validación en Matriz específica (SI/NO)	Validación en ≥ 2 matrices.	Exactitud (% R, % sesgo)	Especificidad/ Selectividad	Precisión (R & r) %CV	Practicabilidad	Menor Toxicidad	Tipificado como III

Ejemplo: Para probar los criterios de selección propuestos, se utilizaron las siguientes combinaciones de producto y disposición con varios métodos de Tipo III incluidos en la Norma CXS-234:

- Cobre en productos de grasa láctea (un método de Tipo II, dos métodos de Tipo III y un método de Tipo IV)

- Sodio y potasio en preparados para lactantes (un método de Tipo II y tres métodos de Tipo III).

Respecto del ejemplo lactantes:

- El AOAC 986.24 no puede considerarse como Tipo II debido a la diferencia en los pasos analíticos en comparación con otros métodos de Tipo III, que pueden tener implicaciones en los resultados. Además, este método tiene "problemas de inocuidad" (destrucción del ácido perclórico). El método es revocado legítimamente por el SDO y CXS-234.
- El ISO 8070 | IDF 119 tiene la opción de usar la reducción a cenizas secas como método de preparación de la muestra, lo que no es apropiado para la determinación del sodio. Además, el método no está validado para preparados para lactantes. En conclusión, este método tiene varios inconvenientes en comparación con los otros dos métodos candidatos de Tipo II: AOAC 2011.14 y AOAC 2015.06.
- Comparando el AOAC 2015.06 y el AOAC 2011.14, ambos validados en las mismas muestras, el AOAC

2015.06 tiene mejores datos de precisión y, por lo tanto, debe preferirse como método de Tipo II.

[No hay datos de precisión entregados para poder concluir con la tabla lo mencionado].

Consideraciones respecto de la selección de método de Tipo II para el cobre en productos de grasa de leche:

- La validación del AOAC 2011.14 no cubre el rango de la disposición y, en consecuencia, no puede

considerarse como un método de Tipo III. **[No hay datos de el rango entregados para poder concluir con la tabla lo mencionado].**

- Aunque el ISO 5738 | IDF 76 basado en fotometría parece tener mejores datos de precisión, el AOAC

2015.06 basado en ICP-MS tiene una **mejor selectividad/especificidad.**

- El método ISO 5738 | IDF 76 es de menor costo. Por lo cual el comité debe seleccionar entre estos 2 métodos el que debe ser elegido como Tipo II.
- **Se debe considerar la aplicabilidad del método por parte de los laboratorios y recursos asociados a cada uno.**

Conclusión

Los criterios propuestos son adecuados para la selección del método de Tipo II apropiado cuando existen varios métodos de Tipo III **, sin embargo deben considerarse varios aspectos y antecedentes para fines de poder ser utilizados por el procesos, pues pueden presentarse diferentes variables al respecto, sin duda estas directrices pueden apoyar al CCMAS en el proceso de consideración y aprobación de métodos para su inclusión en la Norma CXS 234.**

Point 3 de l'ordre du jour : Confirmation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse et plans d'échantillonnage figurant dans les normes Codex (CX/MAS 21/41/3) :

Observations d'ordre général :

Le Mali confirme:

- les Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme pour la viande séchée ;
- les Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le jus de noni fermenté ;
- Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons (CXS 72-1981);

- l'approbation des méthodes d'analyse et plans d'échantillonnage pour les dispositions de la Norme pour la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang), la Norme pour la sauce au piment («sauce chili») («piments forts»), la Norme pour le chutney de mangue (CXS 160-1987), la Norme générale pour les fruits séchés, et la Norme générale pour les mélanges de fruits en conserve ;

Point 4.1 de l'ordre du jour : Examen des méthodes d'analyse dans la norme CXS 234 Ensemble exploitable sur les produits laitiers (CX/MAS 21/41/4)

Observations d'ordre général :

Le Mali félicite le groupe de travail électronique présidé par les États-Unis et co-présidé par la Nouvelle-Zélande pour la préparation du document et soutient la progression du document aux prochaines étapes de la procédure.

Le Mali valide les propositions figurant dans l'Appendice I et II et approuver les modifications proposées à la norme CXS 234.

Point 4.2 de l'ordre du jour : Examen des méthodes d'analyse dans la norme CXS 234 Ensemble exploitable sur les graisses et huiles (CX/MAS 21/41/5)

Le Mali félicite le groupe de travail électronique présidé par les Pays Bas pour la préparation du document, soutient la progression du document aux prochaines étapes de la procédure.

- Le Mali approuve l'appendice I et approuve les modifications proposées à la norme CXS 234 ;
- Confirme que le CCMAS examine toute nouvelle méthode dans la norme CXS 33 une fois qu'elle aura été achevée par le CCFO et soumise au CCMAS pour confirmation.

Point 5 de l'ordre du jour : Révision des directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004) (CX/MAS 21/41/7) :

Observations d'ordre général :

- Le Mali félicite le groupe de travail électronique présidé par l'Allemagne pour la préparation du document soutient la progression du document aux prochaines étapes de la procédure ;
- Le Mali soutient les directives à l'étape 8, et l'adoption par la quarante-quatrième session de la CAC.

Révision des directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004) (CX/MAS 21/41/7)

Observations d'ordre général :

- Le Mali approuve le projet de document d'information proposé (Appendice I) ;
- Le Mali soutient la publication du document d'information sur le site Web du Codex.