



## PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

### COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Cuadragésima primera reunión  
Budapest (Hungría), 11-15 de mayo de 2020

#### DOCUMENTO DE DEBATE SOBRE CRITERIOS PARA SELECCIONAR MÉTODOS DE TIPO II DE VARIOS MÉTODOS DE TIPO III

Preparado por Suiza

#### **Resumen ejecutivo**

1. Con respecto a la inclusión de métodos analíticos del Codex en CXS 234-1999, es necesario aclarar los criterios para seleccionar el Tipo II (método de referencia) apropiado entre varios métodos de Tipo III (métodos alternativos aprobados).
2. En la 40.<sup>a</sup> reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (CCMAS), Suiza acordó preparar un documento de debate sobre los criterios para la selección de métodos de Tipo II entre varios métodos de Tipo III ([REP19/MAS, párrafo 38](#)) para la próxima reunión del Comité.
3. En este documento de debate, Suiza propone varios criterios para facilitar la selección de un método de Tipo II cuando existan varios métodos de Tipo III.

#### **Recomendaciones**

4. Se invita al Comité a considerar los criterios presentados en el Apéndice I para su inclusión en el documento de información: [Orientación integral respecto al proceso de presentación, examen y ratificación de métodos para su inclusión en la Norma CXS 234](#).

**Apéndice I****Documento de debate sobre criterios para seleccionar métodos de Tipo II entre varios métodos de 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
  - El método debe estar validado de acuerdo con un protocolo internacional reconocido, y los datos de validación deben estar publicados
- ii. Todos los métodos deben medir el mismo analito (entidad química).
- iii. La validación cubrirá el rango analítico para la disposición (por ejemplo, LMR).
- iv. Los métodos se validarán de preferencia sobre las mismas matrices.
- v. Si los métodos contienen diferentes pasos de análisis (por ejemplo, vitamina B6 con o sin digestión enzimática), se verificará que estos métodos sigan midiendo la misma disposición.
- vi. Se verificará los resultados de las pruebas de aptitud para detectar diferencias sistemáticas entre los métodos (por ejemplo, NIST <https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/ir/2019/NIST.IR.8266.pdf>).

**Criterios de decisión para seleccionar el mejor método (=Tipo II) entre varios métodos de Tipo III**

- i. Se debe preferir el método explícitamente validado para el producto indicado: por ejemplo, si se requiere un método para el cobre en preparados para lactantes, se debe preferir un método específicamente validado para este producto a un método validado para la leche en polvo.
- ii. Se debe preferir el método validado para el panel más grande de matrices.
- iii. Debe preferirse el método en el que se incluyó en la validación un material de referencia certificado, preferiblemente de una matriz similar a la utilizada en el alcance del método.
- iv. Se debe preferir el método con la mejor especificidad.

- v. Se debe preferir el método con los mejores datos de precisión (si esta diferencia de precisión es pertinente a la pregunta planteada).

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

- Deben preferirse los métodos con menos problemas de inocuidad (es decir, que no usan solventes o reactivos tóxicos).
- Deben preferirse los métodos con las preocupaciones éticas más bajas (es decir, que no utilizan pruebas con animales).

Deben preferirse los métodos con los costos económicos más bajos.

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)

1 Cuadro 1: Criterios de selección para métodos de Tipo III y II

				Tipo III									Tipo II					
										Consideraciones adicionales para la selección de métodos de Tipo II de varios métodos de Tipo III								
				Método fácilmente accesible	Validado según un protocolo internacional reconocido	Miden los mismos analitos	Validación cubre la disposición de ámbito analítico	Validados sobre las mismas matrices	Pasos analíticos diferentes	Resultados de la prueba de aptitud disponibles	Problemas de inocuidad	Problemas éticos más bajos	Costos económicos más bajos	Validado para el producto	Validado para matrices de panel más grande	Material de referencia certificado, incluido de preferencia un alcance de matriz similar	Mejor selectividad/especificidad	Mejores datos de precisión
Sodio/potasio en preparados para lactantes	AOAC 2015.06	ICPMS	Tipo II	x	x	x	x	sí		?				x	x	x		x
	AOAC 2011.14	ICPOES	Tipo III	x	x	x	x	sí		?				x	x	x		
	ISO 8070 IDF 119	FAAS	Tipo III era Tipo II	x	x	x	x	no	opción reducción a cenizas en seco	?				no, solo productos lácteos	x	sí, leche en polvo		
	AOAC 986.24	ICPOES	era Tipo III	x	x	x	?	no	no hay norma interna	?	x					?		

Cobre en productos de grasa de leche	AOAC 2015.06	ICPMS	Tipo II	x	x	x	x	sí		?				sí, mantequilla	x	sí, preparados para lactantes	x	
	ISO 5738 IDF 76	Fotometría	Tipo III	x	x	x	x	no		?				sí, mantequilla, grasa de leche	x	no		x
	AOAC 2011.14	ICPOES	candidato a Tipo III	x	x	x	no	sí	no	?				sí, mantequilla	x	sí, preparados para lactantes		
	AOAC 960.40	Fotometría	Tipo IV	x	?	?	NA	NA						? ámbito no especificado para la mantequilla o la grasa de leche		?		

Consideraciones respecto de la selección de método de Tipo II para el sodio/potasio en preparados para 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.

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.
- 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 y, por lo tanto, debe preferirse como Tipo II.

### **Conclusión**

Los criterios propuestos son adecuados para la selección del método de Tipo II apropiado cuando existen varios métodos de Tipo III y, por lo tanto, pueden apoyar al CCMAS en el proceso de consideración y aprobación de métodos para su inclusión en la Norma CXS 234.