



PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

Cuadragésima segunda reunión Budapest (Hungría)

13 – 16 de junio de 2023, con aprobación del informe el 20 de junio de 2023 (de manera virtual)

DOCUMENTO DE DEBATE SOBRE CRITERIOS PARA SELECCIONAR MÉTODOS DEL TIPO II DE ENTRE LOS MÚLTIPLES MÉTODOS DEL TIPO III

Preparado por Suiza

Antecedentes

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 apropiado (método de referencia) de entre varios métodos del Tipo III (métodos alternativos aprobados).
2. En la 40.^a reunión (2019) 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 del Tipo II de entre varios métodos del Tipo III ([REP19/MAS, párrafo 38](#)) para la próxima reunión del Comité.
3. El documento de debate inicial se publicó en febrero de 2020 (CX/MAS 20/41/10), en el que Suiza propuso varias reglas para facilitar la selección de un método del Tipo II cuando existen varios métodos del Tipo III.
4. Debido a la pandemia de la COVID-19, y haciendo uso del tiempo adicional a disposición del Comité, se solicitaron comentarios a través de una carta circular (CL 2020/31/OCS-MAS) para ayudar al mayor desarrollo del documento de debate.
5. Durante la 41.^a reunión del CCMAS, que se llevó a cabo virtualmente del 17 al 21 y el 25 de mayo de 2021, se discutieron las reglas revisadas que habían considerado los comentarios vertidos en respuesta a la carta circular CL 2020/31/OCS-MAS ([REP21/MAS, párrafo 119](#)). Se acordó hacer circular nuevamente las reglas propuestas para la selección de métodos del Tipo II de entre varios métodos del Tipo III para recabar comentarios, realizar una revisión adicional por parte de Suiza y someterlo a la consideración del CCMAS, en su 42.^a reunión.
6. En marzo de 2022, se solicitaron comentarios a través de una carta circular (CL 2022/23/OCS-MAS). Se recibieron comentarios del Brasil, el Canadá, Colombia, Egipto, la Unión Europea, Kenya, México, Perú, Filipinas, Singapur y Tailandia y están disponibles [aquí](#).
7. Las reglas revisadas (Apéndice I) consideran estos comentarios.
8. **Resumen de los principales cambios** Prerrequisito ii, consideración adicional iii de los prerrequisitos y reglas de decisión i y ii: nueva redacción o redacción añadida para mayor claridad.

Validación de las reglas

9. Para probar las reglas de selección propuestas, se utilizaron combinaciones específicas de producto y disposición con varios métodos del Tipo III que recoge el documento CXS 234 (véase el Apéndice II).
10. Las reglas también fueron probadas por el GTE sobre la revisión del conjunto de grasas y aceites, y su análisis se presenta en [CX/MAS 21/41/5](#) y el Apéndice III de este documento.

Conclusión

11. A partir de los ejemplos de sodio y potasio en preparados para lactantes y de cobre en productos de grasa de leche (Apéndice II) y el análisis del GTE sobre la revisión del conjunto de grasas y aceites (Apéndice III), las reglas propuestas son adecuadas para la selección del Tipo II apropiado cuando existen

varios métodos del Tipo III y, por lo tanto, pueden ayudar al CCMAS en el proceso de consideración y aprobación de métodos para su inclusión en CXS 234.

Recomendación

12. Se invita al Comité a acordar las reglas propuestas que se presentan en el Apéndice I para su inclusión en el documento de información: [*Orientación integral para el proceso de presentación, consideración y aprobación de métodos para su inclusión en CXS 234.*](#)

Apéndice I

Reglas para seleccionar métodos del Tipo II de entre los múltiples métodos del Tipo III

(los cambios están en modo negrita/subrayado o tachado)

Introducción

Con frecuencia se proponen varios métodos analíticos para una combinación de producto y disposición. Sin embargo, solo uno de estos puede designarse como método de referencia (método del Tipo II). Los siguientes párrafos ofrecen orientación sobre la selección de un método del Tipo II de entre varios métodos del Tipo III.

Métodos de análisis del Codex

Según el Manual de procedimiento, los métodos analíticos del Codex están pensados principalmente como métodos internacionales para la verificación de las disposiciones de las normas del Codex. Deben utilizarse como referencia, en la calibración de métodos en uso o introducidos para fines de control y pruebas de rutina.

Finalidad de los métodos de referencia (Tipo II)

Definición según el Manual de procedimiento: Los métodos del Tipo II son los denominados métodos de referencia, que se utilizan cuando no se aplican los métodos del Tipo I. Se seleccionan de entre los métodos del Tipo III (según se definen más adelante). Se recomendará su uso en casos de controversia y para fines de verificación.

Finalidad de los métodos alternativos aprobados (Tipo III)

Según la descripción del Manual de procedimiento, un método del Tipo III es aquel que cumple los criterios exigidos por el Comité de Métodos de Análisis y Toma de Muestras para los métodos y puede utilizarse con fines de control, inspección o reglamentación.

Si hay varios métodos del Tipo III para la misma combinación de disposición y producto, se espera que estos métodos, aunque pueden usar enfoques diferentes, den lugar a decisiones equivalentes (conformes frente a no conformes).

Situación actual

Actualmente, solo se dispone de orientación general (según el Manual de procedimiento) para la clasificación de métodos analíticos como Tipo II o III. Por este motivo, proponemos aplicar las siguientes reglas¹:

Requisitos previos para su inclusión en las normas del Codex para métodos químicos o físicos del Tipo III

- i. El método se valida de acuerdo con un protocolo reconocido internacionalmente y los datos de validación se publican.
- ii. El método debe cumplir **con los criterios generales para la selección de métodos de análisis del Manual de procedimiento de desempeño del método en el Manual de procedimiento.**
- iii. El método debe ser de fácil acceso, p. ej. desde los sitios web de los organismos de normalización.
- iv. Los comités del Codex (de productos), las delegaciones de los países o las ONG que presenten métodos de análisis al CCMAS para su consideración deben proporcionar información técnica utilizando la plantilla MAS/40 CRD 28 (véase el documento CRD05 de la 40.^a reunión del CCMAS)
- v. La validación cubre el rango analítico para la disposición (por ejemplo, LMR).

Consideraciones adicionales en los casos en que se comparan los resultados de varios métodos del Tipo III para la misma combinación de producto y disposición, y el enfoque de criterios no es una opción:

- i. Todos los métodos deben medir el mismo analito (entidad química concreta por determinar), especialmente si los métodos contienen pasos de análisis o preparación de la muestra diferentes (por ejemplo, vitamina B6 con o sin digestión enzimática). Si está disponible, la suposición puede confirmarse mediante un estudio de equivalencia.
- ii. Los métodos se validan preferiblemente en las mismas matrices. En ausencia de métodos que cubran el producto que figura en la disposición, se puede considerar un posible método adecuado validado en matrices de composición similar (en términos de contenido de grasas, proteínas y carbohidratos).

¹ En algunas situaciones, el CCMAS puede decidir no aplicar estas reglas de selección, p. ej. por razones éticas, económicas o de seguridad. Esta decisión debe estar debidamente justificada.

- iii. Verificar la disponibilidad de los resultados de **round robins** o pruebas de aptitud² para detectar las diferencias sistemáticas entre los métodos.

Reglas de decisión para elegir el mejor método (= Tipo II) de entre varios métodos del Tipo III³

- i. **Como el alcance de los métodos de análisis está alineado con varias matrices de muchos grupos de productos (Manual de procedimiento del Codex, Criterios generales para la selección de métodos de análisis, CXS 234-1999 Métodos recomendados de análisis y muestreo)**, se preferirá el método explícitamente validado para el producto indicado **en la disposición del Codex**: p. ej. si se requiere un método para el cobre en los preparados para lactantes, se preferirá un método validado específicamente para este producto a un método validado para la leche en polvo.
- ii. Se preferirá el método validado para **más de una matriz de un producto específico el panel**⁴ **más grande** de matrices. P. ej. debería preferirse un método validado para preparados infantiles a base de leche y proteína de soja a un método validado solo para preparados infantiles a base de leche.
- iii. Se preferirá el método con la mejor selectividad.
- iv. Se preferirá el método con los mejores datos de precisión (si esta diferencia de precisión es relevante para la pregunta formulada).
- v. Se preferirá 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.

² p.ej. NIST <https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/ir/2019/NIST.IR.8266.pdf>

³ Las reglas de decisión deben considerarse en el orden en que se presentan.

⁴ Un panel más grande significa **Diferentes tipos matrices de una matriz que pertenecen a un producto**. P. ej. el preparado para lactantes incluye métodos basados en leche, soja, y proteína hidrolizada.

Apéndice II**Validación de las reglas de decisión propuestas**

Para probar las reglas de selección propuestas, se utilizaron las siguientes combinaciones de producto y disposición con varios métodos del Tipo III que recoge el CXS 234:

- Cobre en productos de grasa de leche (1 método del Tipo II, 2 del Tipo III y 1 del Tipo IV)
- Sodio y potasio en preparados para lactantes (1 método del Tipo II y 3 del Tipo III)

1 Cuadro 1: Reglas de selección para métodos del Tipo III / II (solo en inglés)

				Type III						Type II					
				method easily accessible	validated according to international recognized protocol	measures same analytes as every other method being compared	validation covers analytical range provision	validated on same matrices	indicate methods with similar analytical steps	Proficiency test results available	validated for commodity	validated for larger panel matrices	best selectivity	best precision data	certified reference material included pref. Similar matrix scope
sodium/potassium infant formula	AOAC 2015.06	ICPMS	Type II	yes	yes	yes	yes	yes		?	yes	yes		yes	yes
	AOAC 2011.14	ICPOES	Type III	yes	yes	yes	yes	yes		?	yes	yes			yes
	ISO 8070 IDF 119	FAAS	Type III Was Type II	yes	yes	yes	yes	no	option dry ashing	?	no, milk products only	yes			yes, milk powder
	AOAC 986.24	ICPOES	Was Type III	yes	yes	yes	yes	no	no internal standardization	?					?
Copper in milkfat products	AOAC 2015.06	ICPMS	Type II	yes	yes	yes	yes	yes		?	yes, butter	yes	x		yes, infant formula
	ISO 5738 IDF 76	photometry	Type III	yes	yes	yes	yes	no		?	yes, butter, butterfat	yes		yes	no
	AOAC 2011.14	ICPOES	candidate Type III	yes	yes	yes	no	yes		?	yes, butter	yes			yes, infant formula
	AOAC 960.40	Photometry	Type IV	yes	?	?	no	no		?	? scope not specified for butter or milk fat				?

Consideraciones sobre la selección del método del Tipo II para sodio/potasio en preparados para lactantes:

- AOAC 986.24 no se puede considerar como Tipo II debido a la diferencia en los pasos analíticos en comparación con otros métodos del Tipo III, que pueden tener implicaciones en los resultados. Además, este método tiene «problemas de seguridad» (destrucción del ácido perclórico). El método está legítimamente revocado por el organismo de normalización y el documento CXS-234.
- ISO 8070 | IDF 119 tiene la opción de utilizar reducción a cenizas secas como preparación de muestras, lo cual no es apropiado para la determinación de 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 a Tipo II: AOAC 2011.14 y AOAC 2015.06
- Comparando AOAC 2015.06 y AOAC 2011.14, ambos validados en las mismas muestras, AOAC 2015.06 tiene mejores datos de precisión y, por lo tanto, debería preferirse como método del Tipo II. (MAS40/CRD05 para datos de precisión)

Consideraciones sobre la selección del método del Tipo II para cobre en productos de grasa de leche:

- La validación de AOAC 2011.14 no cubre el rango de la disposición y, por lo tanto, no puede considerarse como método del Tipo III. (MAS40/CRD06 para datos de precisión)
- 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 y, por lo tanto, debería preferirse como Tipo II.

Conclusiones

Considerando los ejemplos del sodio y el potasio en los preparados para lactantes y del cobre en los productos de grasa láctea, las reglas propuestas son adecuadas para la selección del método del Tipo II apropiado cuando existen varios métodos del Tipo III y, por lo tanto, pueden apoyar al CCMAS en el proceso de consideración y aprobación de métodos para su inclusión en el CXS 234.

Apéndice III**Consideraciones del GTE sobre grasas y aceites al aplicar las reglas propuestas en la selección de un método de Tipo II para la composición de ácidos grasos de los aceites de pescado**

El GTE sobre grasas y aceites aplicó las reglas sobre seis (combinaciones de) métodos para determinar la composición de ácidos grasos en el aceite de pescado. Como se resume en el Cuadro 2, los miembros llegaron a la misma conclusión para cinco (combinaciones de) métodos, mientras que no se obtuvo consenso para AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1a-13 (las opiniones de los revisores están disponibles [aquí](#)). Sin embargo, de los comentarios del GTE se entendió que AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1a-13 no son métodos, sino más bien una guía sin datos de validación, y deberían eliminarse de CXS 234 (como lo sugirieron dos revisores).

Cuadro 2: clasificación del método GTE de grasas y aceites	Método de Tipo
AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1a-13	No hay consenso (III/IV/ Eliminación)
AOCS Ce 1b 89	III
AOCS Ce 2b-11 y AOCS Ce 1i-07	III
AOCS Ce 2b-11 y AOCS Ce 1j-07	III
SO 12966-2 e ISO 12966-4	III
AOCS Ce 2-66 y AOCS Ce 1i-07	II