

comisión del codex alimentarius



ORGANIZACIÓN DE LAS NACIONES
UNIDAS PARA LA AGRICULTURA
Y LA ALIMENTACIÓN

ORGANIZACIÓN
MUNDIAL
DE LA SALUD



OFICINA CONJUNTA: Viale delle Terme di Caracalla 00153 ROMA Tel: 39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Tema 4 del programa

CX/MAS 10/31/4

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

31.^a reunión

Budapest (Hungría), 8 – 12 de marzo de 2010

**ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES REVISADAS SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA
MEDICIÓN**

(En el trámite 3 del Procedimiento)

(Preparado por el Reino Unido)

ANTECEDENTES

En la 39.^a reunión del CCMAS se examinó la preparación de orientaciones sobre la incertidumbre (analítica) en la medición y la incertidumbre en el muestreo. El debate surgió porque varias delegaciones habían solicitado que la Comisión diera más indicaciones para abordar la incertidumbre en la medición, tras la adopción del texto “Utilización de resultados analíticos: planes de muestreo, relación entre los resultados analíticos, incertidumbre en la medición, factores de recuperación y disposiciones de las normas del Codex.” La Comisión había remitido esta petición al CCMAS.

La delegación del Reino Unido había elaborado un documento para contribuir a la discusión. Tras un amplio debate sobre el tema el Comité acordó que, si así lo aprobaba la Comisión, la delegación del Reino Unido, con la ayuda de un grupo de trabajo electrónico abierto a todos los miembros y observadores que trabajaría en inglés, prepararía un anteproyecto de revisión de las Directrices con vistas a recabar observaciones en el trámite 3 y a someterlo a examen en la siguiente reunión.

Hubo consenso general en cuanto a que la forma más oportuna de proseguir el trabajo consistía en elaborar unas notas explicativas del significado de las Directrices sobre la incertidumbre en la medición vigentes (CAC/GL 54-2004). Estas podrían abordar luego el texto tal como lo ha aprobado ya la Comisión.

Se acordó que esta actividad constituiría un nuevo tema de trabajo para el CCMAS. Dicho tema fue aprobado por la Comisión del Codex en 2008.

En la 30.^a reunión del CCMAS se mantuvo un extenso debate sobre el documento preparado por la delegación del Reino Unido. En particular, los delegados destacaron los siguientes aspectos:

- El documento no se dirigía a los expertos en metrología sino a los proveedores habituales de datos analíticos, los clientes de los laboratorios que ofrecen datos analíticos y los delegados del Codex. El documento intentaba esclarecer el significado de la incertidumbre en la medición y responder a varios interrogantes concretos, en las secciones 1 a 9. Los delegados recordaron que la incertidumbre de la medición debía calcularse con arreglo a lo requerido por la norma ISO 17025:2005, ya adoptada en el Codex como referencia, y que era de prever que se solicitara su cálculo en el ámbito del comercio internacional.

- Se observó que el documento no trataba de la incertidumbre en el muestreo y que no recomendaba ningún procedimiento específico para calcular la incertidumbre, limitándose a indicar que el procedimiento debería tener credibilidad científica. El documento resaltaba las implicaciones de las recomendaciones contenidas en el Manual de procedimiento la utilización de los resultados analíticos y señalaba, en particular, que los Comités sobre productos del Codex deberían reconocer la diferencia entre el valor numérico indicado en la especificación y aquel con el que dicha especificación se aplicaría.
- Se planteó la preocupación de que era oportuno aclarar las secciones referentes a la necesidad de acreditación a fin de evitar confusión, puesto que las directrices del Codex no prescriben la condición de acreditación de los laboratorios sino más bien su conformidad con las normas internacionales sobre acreditación.

Se acordó que el documento debería ser redactado nuevamente por un grupo de trabajo electrónico, dirigido por la delegación del Reino Unido y abierto a todos los miembros y observadores, que trabajaría en inglés.

El documento se distribuyó a todos los participantes en la 30.^a reunión del CCMAS y se recibieron diversas observaciones al respecto. Sobre la base de dichas observaciones se han revisado las Directrices en vigor mediante la inclusión de notas explicativas. Estas figuran en la versión adjunta del proyecto de directrices revisadas CAC/GL 54-2004.

Desde la 30.^a reunión del CCMAS, han elaborado observaciones y las han remitido al Reino Unido para su examen los delegados de Argentina, Australia, Chile, Cuba, los Estados Unidos de América, la Federación Internacional de Lechería, el Japón, Nueva Zelandia, los Países Bajos y el Nordic Committee on Food Analysis (NMKL).

Aunque las observaciones recibidas se contraponen entre sí en muchos aspectos, el documento suscitó el aprecio general.

En particular, cabe destacar lo siguiente:

El documento aborda **únicamente** la incertidumbre resultante del proceso analítico. Mientras que la incertidumbre derivada del análisis se ha establecido desde hace largo tiempo, no están tan definidas las consecuencias de su estimación. En la redacción de las Directrices, no se considera la incertidumbre derivada del muestreo hasta tanto el Codex decida si dicha incertidumbre debe o no abordarse formalmente en el sistema del Codex. No se halla entre los fines de este documento el establecer si la incertidumbre derivada del muestreo debe o no considerarse en el ámbito del Codex. La cuestión se examinará en otro documento que también se someterá a debate en la 31.^a reunión del CCMAS.

Las notas explicativas se han redactado para ayudar a los que no son especialistas y, en particular, para destacar que la adopción del texto “El uso de los resultados analíticos: planes de muestreo, relación entre los resultados analíticos, la incertidumbre de la medición, factores de recuperación y disposiciones en las normas del Codex” en el Manual de procedimiento tiene consecuencias para los demás comités del Codex, que era la cuestión planteada inicialmente en relación con este tema. Puesto que las notas se han redactado con ese propósito, se han reducido al mínimo las consideraciones de índole estadística.

No se recomienda un procedimiento para estimar la incertidumbre puesto que no era ese el objetivo del proyecto de Directrices revisadas.

Si bien se han propuesto diversas definiciones de “medición de la incertidumbre”, desde la última reunión del CCMAS el Codex ha adoptado una terminología analítica oficial que es la que se ha empleado en el proyecto de Directrices.

Los países exportadores expresaron cierta preocupación en el sentido de que los procedimientos ahora estipulados en el Manual de procedimiento los pondrían en situación de desventaja. En realidad, el hecho de que se tenga en cuenta la incertidumbre en la medición al establecer el criterio “más allá de toda duda razonable” hace que sean los países importadores los que más deben preocuparse de que el valor de la especificación en la norma del Codex se negocie teniendo en cuenta dicha medición.

Se ha mantenido lo más posible el texto de las Directrices sobre la incertidumbre en la medición vigentes; el objetivo de este documento es ayudar a apreciar las consecuencias de la adopción de dicho texto por el Codex.

RECOMENDACIONES

Se recomienda que:

- el Comité examine si el proyecto de notas explicativas a las Directrices del Codex sobre la incertidumbre en la medición vigentes responde a las preocupaciones de las delegaciones tras la aprobación por la Comisión del texto sobre “El uso de resultados analíticos: planes de muestreo, relación entre los resultados analíticos, incertidumbre en la medición, factores de recuperación y disposiciones de las normas del Codex”, y
- determine si existen otros aspectos que deban abordarse.

El proyecto de Directrices revisadas y las notas explicativas que lo acompañan se distribuyen por este medio en el trámite 3 con objeto de recabar observaciones y someter el texto al examen del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras en su 31.^a reunión. Los gobiernos y las organizaciones internacionales que deseen formular observaciones deben transmitirlos por escrito, preferiblemente por correo electrónico, a la Secretaría de la Comisión del Codex Alimentarius, Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma (Italia), número de fax: +39 (06) 5705 4593. Correo electrónico: codex@fao.org, remitiendo copia al Punto de Contacto del Codex, Hungarian Food Safety Office, H- 1097 Gyáli út 2-6. Budapest Hungary, número de fax: +36 13879400, correo electrónico: HU_CodexCP@mebih.gov.hu, **antes del 1.º de marzo de 2010.**

ANEXO: ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES REVISADAS SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN Y NOTAS EXPLICATIVAS SOBRE LA SIGNIFICACIÓN DE LAS DIRECTRICES (CAC/GL 54-2004 revisado)

Introducción

Es importante que los analistas estén al corriente de la incertidumbre asociada con todo resultado analítico y estimen esa incertidumbre, tal como lo exige, por otra parte, la norma ISO/IEC 17025: 2005. La incertidumbre en la medición puede calcularse mediante diversos procedimientos. Para los fines del Codex es necesario que los laboratorios de análisis de alimentos apliquen controles, utilicen métodos sometidos a ensayos en colaboración o validados, siempre que estén disponibles, y verifiquen la aplicación de dichos métodos antes de utilizarlos habitualmente. Esos laboratorios tienen, pues, a su disposición una variedad de datos analíticos de los que pueden servirse para estimar la incertidumbre en sus mediciones.

Las presentes directrices se aplican únicamente al análisis cuantitativo.

La mayor parte de los resultados analíticos cuantitativos adoptan la forma “ $a \pm 2u$ ” o “ $a \pm U$ ”, donde “ a ” representa la mejor estimación del valor real de la concentración del mesurando (el resultado analítico), “ u ” es la incertidumbre típica y “ U ” (igual a $2u$) es la incertidumbre ampliada. El intervalo “ $a \pm 2u$ ” representa un nivel de confianza del 95 % ($K=2$) dentro del cual se encontraría el valor real (en otros casos se puede incrementar hasta $K=3$, correspondiente al 99%). El valor de “ U ” o de “ $2u$ ” es el valor que los analistas usan y consignan normalmente; en lo sucesivo se denominará “incertidumbre en la medición” y puede calcularse de varias maneras diferentes.

Terminología

Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores que se atribuyen a un mesurando sobre la base de la información utilizada.

Notas:

La incertidumbre de la medición comprende componentes derivados de efectos sistemáticos, como los componentes vinculados a las correcciones y los valores asignados de las normas de medición, así como la incertidumbre de la definición. En algunos casos no se introduce una corrección en relación con los efectos sistemáticos integrados sino que se incorporan componentes asociados de incertidumbre de la medición.

El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación estándar denominada incertidumbre típica de la medición (o un múltiplo dado de la misma), o bien la mitad de la amplitud de un intervalo con una probabilidad de cobertura establecida.

La incertidumbre de la medición suele constar de numerosos componentes. Algunos de ellos pueden evaluarse mediante una evaluación del tipo A, que determina la incertidumbre a partir de la distribución estadística de los valores obtenidos mediante una serie de mediciones y puede caracterizarse por desviaciones estándar experimentales. Los otros componentes a los que puede aplicarse un método de tipo B para evaluar la incertidumbre en la medición también pueden caracterizarse por desviaciones estándar, valoradas a partir de la distribución de las probabilidades supuesta sobre la base de la experiencia o de otra información disponible.

En general, para un conjunto dado de información se entiende que la incertidumbre de la medición se asocia a un valor establecido de calidad que se atribuye al mesurando. Una modificación de este valor determina una modificación de la incertidumbre asociada al mismo.

Referencia:

VIM, International Vocabulary of Metrology – Basic and general concepts and associated terms, tercera edición, JCGM 200: 2008

Esta es la definición de incertidumbre de la medición adoptada por la Comisión del Codex Alimentarius.

Recomendaciones

1. Debe estimarse la incertidumbre de la medición asociada con todos los resultados analíticos.
2. La incertidumbre en la medición de un resultado analítico puede estimarse mediante diversos procedimientos, en particular los descritos por la ISO (1) y por EURACHEM (2). En esos documentos se recomiendan procedimientos basados en un enfoque por componentes, datos sobre validación de métodos, datos sobre control interno de la calidad y datos sobre pruebas de aptitud. No es necesario realizar una estimación de la incertidumbre en la medición aplicando el enfoque por componentes de la ISO cuando los otros tipos de datos están disponibles y se utilizan para estimar la incertidumbre. En muchos casos se puede determinar la incertidumbre general a través de un estudio en colaboración entre varios laboratorios, mediante una serie de matrices de la UIQPA/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) o mediante los protocolos ISO 5725 (4).
3. La incertidumbre de la medición y su nivel de confianza deberá proporcionarse al(cliente) usuario de los resultados que la solicite.

Referencias

1. “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”, ISO, Ginebra, 1993.
2. EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Second Edition), EURACHEM Secretariat, BAM, Berlín, 2000. Puede descargarse gratuitamente de la siguiente dirección en Internet: <http://www.eurachem.ul.pt/>.
3. “Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies”, ed. W. Horwitz, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 33 1-343.
4. “Precision of Test Methods”, Ginebra, 1994, ISO 5725. Las ediciones anteriores se publicaron en 1981 y 1986.

NOTAS EXPLICATIVAS DE LAS DIRECTRICES DEL CODEX SOBRE LA INCERTIDUMBRE DE LA MEDICIÓN

Estas notas explicativas no están destinadas a los expertos en metrología sino a los proveedores habituales de datos analíticos, clientes de laboratorios que comunican datos analíticos y delegados ante los Comités del Codex sobre productos.

INTRODUCCIÓN

En el Manual de procedimiento las disposiciones pertinentes se establecen en la sección “Utilización de resultados analíticos: planes de muestreo, relación entre los resultados analíticos, la incertidumbre de la medición, los factores de recuperación y las disposiciones de las normas del Codex”.

Cuestiones de interés

Varios factores relativos al análisis y al muestreo impiden una aplicación uniforme de las normas jurídicas. En particular, se pueden adoptar diversos enfoques en lo que respecta a los procedimientos de muestreo, al uso de la incertidumbre en la medición y a las correcciones para tener en cuenta la recuperación.

Actualmente no existe ninguna orientación oficial en el marco del Codex que indique cómo deben interpretarse los resultados analíticos. Así, el análisis de “una misma muestra” puede conducir a la adopción de decisiones muy diferentes. Por ejemplo, algunos países emplean un régimen de muestreo que requiere la conformidad de todos y cada uno de los elementos; otros tienen en cuenta el promedio del lote; ciertos países deducen la incertidumbre asociada con el resultado, mientras que otros no lo hacen; por último, hay países que corrigen los resultados analíticos para tener en cuenta la recuperación y hay otros que no aplican tal corrección. La cantidad de cifras significativas incluida en las especificaciones del Codex también puede influir en la interpretación.

Es fundamental que los resultados analíticos se interpreten de la misma forma para que haya una equivalencia en todo el sistema del Codex.

Se debe subrayar que no se trata de un problema de análisis o muestreo como tal sino de índole administrativa, como han puesto de relieve los resultados de actividades recientes llevadas a cabo en el sector de los análisis, en especial la elaboración de Directrices internacionales para la utilización de factores de recuperación en los informes sobre resultados analíticos así como de diversas guías sobre la incertidumbre en la medición.

Recomendaciones

Cuando un comité del Codex sobre alimentos examine y acuerde una especificación relativa a un producto alimenticio y los métodos analíticos pertinentes, se recomienda que incluya la siguiente información en la norma del Codex correspondiente:

1. Planes de muestreo

Para comprobar que los productos se ajusten a la especificación, en el plan de muestreo adecuado, cuyas líneas generales se exponen en las Directrices generales sobre muestreo (sección 2.1.2 del documento CAC/GL 50-2004, Directrices sobre muestreo), se debe precisar:

- si la especificación se aplica a cada elemento de un lote, o a la media de un lote, o a la parte que no se ajusta a la especificación;
- el nivel de calidad adecuado y aceptable que se debe utilizar;
- las condiciones de aceptación de un lote controlado, en relación con la característica cuantitativa/cualitativa determinada en la muestra.

2. Incertidumbre de la medición

Cuando se decida si un resultado analítico se ajusta o no a la especificación, debe fijarse un margen de tolerancia para la incertidumbre de la medición. Esta disposición podrá obviarse en aquellos casos en los que exista un peligro directo para la salud, por ejemplo en caso de patógenos de origen alimentario.

3. Recuperación

Cuando proceda, los resultados analíticos se comunicarán corregidos en función de la recuperación y se deberá señalar cualquier corrección efectuada.

Si se ha corregido un resultado para tener en cuenta la recuperación se deberá comunicar el método utilizado a tal efecto. Siempre que sea posible se deberá mencionar el índice de recuperación se deberá mencionar.

Al establecer disposiciones para las normas, habrá que señalar si el resultado obtenido por un método utilizado para el análisis en el contexto de los controles de conformidad se comunicará corregido o no en función de la recuperación.

4. Cifras significativas

Son las unidades en las que se deben expresar los resultados y el número de cifras significativas que deben figurar en el resultado comunicado.

Las notas explicativas que figuran a continuación ayudarán a interpretar lo anterior, en particular en lo que atañe a la sección 2, incertidumbre de la medición.

NOTAS EXPLICATIVAS

1. ¿Qué es la incertidumbre de la medición?

No siempre se tiene en cuenta que los resultados analíticos son variables ni la amplitud que dicha variabilidad puede tener, en particular cuando se determinan concentraciones bajas del mensurando (partes por mil millones). Tal como se indica en las Directrices del Codex, la mayor parte de los resultados analíticos cuantitativos adoptan la forma de " $a \pm 2u$ " o " $a \pm U$ ", donde " a " representa la mejor estimación del valor real de la concentración del mensurando (el resultado analítico), " u " es la incertidumbre típica hasta un nivel de confianza de 68% y " U " (igual a $2u$) es la incertidumbre expandida hasta un nivel de confianza de 95 %. El intervalo " $a \pm 2u$ " representa un nivel de confianza del 95 % dentro del cual se encontraría el valor real. El valor de " U " o de " $2u$ " es el valor que los analistas usan y consignan normalmente; en lo sucesivo se denominará "incertidumbre de la medición" y puede calcularse de varias maneras diferentes.

En el análisis de alimentos se usa la probabilidad aproximada del 95 % ($2u$) para calcular la incertidumbre expandida.

En otros sectores se puede especificar una probabilidad diferente. Por tanto, la incertidumbre en la medición puede considerarse como la variabilidad en torno a los resultados comunicados, que se cuantifica como el valor " U " al considerar la incertidumbre expandida, y dentro de la cual debe hallarse el resultado "real".

2. ¿Hay que calcular la incertidumbre en la medición en el Codex?

Sí, uno de los requisitos de la Norma sobre la acreditación, la ISO 17025:2005, que el Codex ha aprobado por referencia, es que debe calcularse la incertidumbre en la medición de un resultado y comunicarse si así se solicita, o en caso de que la incertidumbre afecte al cumplimiento del límite de una especificación como, por ejemplo, una norma del Codex (la Comisión del Codex Alimentarius ha elaborado directrices que exigen la acreditación de los laboratorios que intervienen en la importación/exportación de alimentos). Dado que el Codex se ocupa de productos que circulan en el comercio internacional, es de prever que se pedirá que se indique la incertidumbre.

3. ¿La incertidumbre en la medición se aplica tanto al muestreo como al análisis?

Se aplica al proceso de medición en su conjunto. Aunque para los analistas se ha considerado solamente la incertidumbre en la medición “analítica”, se reconoce cada vez más que debe considerarse el sistema en su conjunto, por lo que la incertidumbre en la medición mediante “muestreo” está adquiriendo una importancia creciente. Sin embargo, esta orientación solamente considera el “análisis”, aunque cabe que tenga que revisarse cuando se avance en el examen de la incertidumbre de la medición derivada del muestreo en el Codex.

4. ¿Cuál es la relación entre la incertidumbre de la medición, el resultado analítico y el método utilizado para obtener el resultado?

Lo importante es la estimación de la incertidumbre en la medición que se asocia a un resultado analítico. La incertidumbre de la medición no se asocia con un método, sino que los valores que se obtienen en la validación de un método pueden utilizarse para calcular la incertidumbre de un resultado en algunos casos. A menudo no se hace esta distinción entre el “resultado” y el “método validado”, lo que causa una cierta confusión. Diversos laboratorios, incluso si utilizan el mismo método (validado) para la “misma” muestra, pueden dar cuenta de incertidumbres diferentes en la medición. Es de prever que esto ocurra. Por consiguiente, los valores de precisión para un método validado (valores de repetibilidad y reproducibilidad) no pueden considerarse sin reservas como la incertidumbre de la medición. En especial, deben tenerse en cuenta factores adicionales tales como el sesgo, el efecto de la matriz y la competencia del laboratorio.

5. Procedimientos para calcular la incertidumbre en la medición

Hay muchos procedimientos disponibles para calcular la incertidumbre en la medición de un resultado. Las directrices del Codex no recomiendan ningún planteamiento en particular, pero es importante que independientemente del planteamiento que se utilice el procedimiento sea fiable desde el punto de vista científico. Ningún planteamiento puede considerarse mejor que otro, siempre y cuando el procedimiento utilizado sea apropiado y fiable; esto significa que no hay ninguna “jerarquía” entre los procedimientos reconocidos. Todos estos tipos de procedimientos pueden considerarse igualmente válidos. Sin embargo, el procedimiento que un laboratorio determinado use tendrá que ser considerado apropiado por el organismo encargado de su acreditación en el marco de la Norma ISO 17025.

En general, los procedimientos se basan en un planteamiento componente por componente (“de abajo arriba”) o en un enfoque “de arriba abajo” que utiliza datos procedentes de ensayos en colaboración, estudios de aptitud, estudios de validación o muestras destinadas al control de calidad dentro del laboratorio, o bien en una combinación de dichos datos.

En el Codex se deben utilizar métodos completamente validados, por lo que generalmente es más rentable usar datos procedentes de la validación en vez de otros enfoques (a saber, el planteamiento componente por componente). Las reservas frente a la utilización de tales datos de validación se describen de forma óptima en la guía Eurachem para la cuantificación de la incertidumbre en la medición analítica, en cuya sección 7.6.1 de la segunda edición se indica lo siguiente:

“Un estudio colectivo para validar un método publicado, por ejemplo con arreglo al protocolo de la Asociación de Químicos Analíticos Oficiales (AOAC)/Unión Internacional de Química Pura y Aplicada (UIQPA) o la Norma ISO 5725, es una fuente valiosa de datos para dar una base a una estimación de incertidumbre. Los datos incluyen normalmente cálculos de la desviación típica de la reproducibilidad, sR , para varios niveles de respuesta, una estimación lineal de la dependencia de la sR del nivel de respuesta, y pueden incluir una estimación del sesgo basada en estudios de materiales de referencia certificados. La forma en que estos datos pueden utilizarse depende de los factores que se hayan tenido en cuenta al llevar a cabo el estudio. Durante la etapa de ‘conciliación’ indicada anteriormente, es necesario determinar cualquier fuente de incertidumbre que no esté cubierta por los datos obtenidos del estudio colectivo. Las fuentes que pueden requerir especial consideración son las siguientes:

- **Muestreo.** Los estudios en colaboración no suelen incluir una fase de muestreo. Si el método utilizado internamente implica el submuestreo, o si el mensurando (véase la especificación) estima una propiedad global a partir de una pequeña muestra, deberán investigarse los efectos del muestreo e incluirse los mismos.
- **Tratamiento previo.** En la mayor parte de los estudios las muestras son homogeneizadas, y pueden ser estabilizadas, antes de la distribución. Puede ser necesario investigar y añadir los efectos de los procedimientos particulares de tratamiento previo aplicados internamente.
- **Sesgo vinculado al método.** El sesgo vinculado al método se examina a menudo antes del estudio en colaboración o durante el mismo, siempre que sea posible mediante comparación con métodos o materiales de referencia. En los casos en que el sesgo, la incertidumbre de los valores de referencia utilizados y la precisión asociada con el control del sesgo son pequeños en comparación con sR , no se requiere dar otro margen de tolerancia para la incertidumbre relacionada con el sesgo. En caso contrario, se requerirán otros márgenes de tolerancia.
- **Variación en las condiciones.** Los laboratorios que participan en un estudio pueden tender hacia la media de los intervalos tolerados respecto de las condiciones experimentales, con la consiguiente subestimación del intervalo de resultados posibles en la definición del método. Sin embargo, en los casos en que se hayan investigado tales efectos y se haya mostrado que son insignificantes en la totalidad del intervalo permitido, no se requerirá ningún margen de tolerancia suplementario.
- **Cambios en la matriz de muestra.** Deberá considerarse la incertidumbre derivada de la composición de la matriz o los niveles de interferentes fuera del intervalo contemplado en el estudio.

Cada fuente significativa de incertidumbre no cubierta por los datos del estudio en colaboración debería evaluarse en tanto que incertidumbre típica y combinarse con la desviación típica de la reproducibilidad sR de la manera habitual.

Para los métodos aplicados dentro del ámbito para el que se hayan definido, cuando la etapa de conciliación revele que todas las fuentes identificadas se han incluido en el estudio de validación o cuando se muestre que las contribuciones de las demás fuentes son insignificantes, la desviación típica de la reproducibilidad sR , ajustada en relación con la concentración en caso de necesidad, podrá utilizarse como incertidumbre típica combinada.”

No es el propósito de estas notas explicativas describir los procedimientos disponibles para estimar la incertidumbre de la medición, pero existen procedimientos elaborados por las siguientes entidades:

- la ISO, en la guía ISO para la expresión de la incertidumbre en la medición;
- Eurachem, a través de la guía Eurachem para la cuantificación de la incertidumbre en la medición analítica, en la que se describen tanto el planteamiento componente por componente como el uso de datos obtenidos de ensayos colectivos;
- la ISO, en la publicación ISO TS 21748 – *Guide To The Use Of Repeatability, Reproducibility And Trueness Estimates In Measurement Uncertainty Estimation* (Guía para la utilización de estimaciones de la repetibilidad, la reproducibilidad y la exactitud en la evaluación de la incertidumbre en la medición);
- el concepto establecido en la Decisión 2002/657/CE de la Comisión Europea, por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados;
- la utilización de resultados de datos internos de control de calidad, elaborados por el Servicio de Inspección de Alimentos de los Países Bajos.
- El Comité Nórdico de Análisis de Alimentos (NMKL) en sus Procedimientos “Estimation and Expression of Measurement Uncertainty in Chemical Analysis” y “Measurement of Uncertainty in Quantitative Microbiological Examinations of Foods”.

El uso de datos de ensayos en colaboración, descrito por primera vez en el enfoque de diferencias críticas de la ISO 5725, no se aprueba como planteamiento pues se centra solamente en el estudio de validación del método y no en cómo este se utiliza posteriormente en el laboratorio.

Cabe señalar que se están elaborando otros procedimientos para la evaluación de la incertidumbre de la medición y que dentro de esta situación en evolución se harán otras recomendaciones en cuanto a los procedimientos aceptables. Se prevé que se elaborarán, a título de ejemplo, procedimientos basados en resultados obtenidos de la participación en sistemas de pruebas de aptitud.

Las referencias correspondientes a los procedimientos mencionados más arriba figuran en la sección 10.

6. Consideraciones que deben tenerse en cuenta al calcular la incertidumbre de la medición en el contexto del Codex

Es importante que la exigencia de estimar la incertidumbre de la medición no imponga a los laboratorios una carga de trabajo adicional innecesaria.

Al decidir qué procedimiento se debe utilizar para calcular la incertidumbre de la medición en el contexto del Codex es importante tener en cuenta que el Codex ha adoptado varias medidas formales de garantía de calidad que han de ser aplicadas por los laboratorios de control. En especial, tales laboratorios tienen que

- estar acreditados en virtud de una norma internacionalmente reconocida (actualmente la norma ISO/IEC 17025); a tal acreditación contribuye el uso de procedimientos internos de control de la calidad;
- participar en sistemas de garantía de su aptitud,
- usar métodos validados.

Es esencial que la información proporcionada en aplicación de estos requisitos sea utilizada por los laboratorios al calcular la incertidumbre en sus mediciones para evitar que lleven a cabo trabajo innecesario. En el Codex, donde se hace gran hincapié en el uso de métodos de análisis “plenamente validados” —es decir, métodos validados a través de ensayos en colaboración— la información obtenida de tales ensayos puede utilizarse en muchas circunstancias.

Además, en determinadas situaciones puede utilizarse también para calcular la incertidumbre información derivada de procedimientos internos de control de calidad.

En esta sección se subraya una vez más que para el analista es importante que no haya duplicaciones innecesarias del trabajo.

7. Valores de las estimaciones de la incertidumbre de la medición

Las solicitudes de información sobre los valores previstos de las estimaciones de la incertidumbre de la medición no suelen estar respaldadas por los analistas. Sin embargo, los usuarios de datos analíticos y los clientes de los laboratorios que presentan tales datos piden frecuentemente tal información sobre el nivel de incertidumbre que cabe esperar en los resultados de los ensayos. Temen que algunos laboratorios subestimen su incertidumbre y, en consecuencia, notifiquen a sus clientes valores bajos, poco realistas, de la misma.

Para los análisis químicos que utilizan los valores de sR obtenidos en ensayos en colaboración no sería insensato prever que los valores de la incertidumbre (expandida) comunicada por los laboratorios sean del siguiente orden:

Concentración	Incertidumbre expandida	Gama de concentraciones aceptables *
100g/100g	4 %	96 a 104g/100g
10g/100g	5 %	9,5 a 10,5g/100g
1g/100g	8 %	0,92 a 1,08g/100g
1g/kg	11 %	0,89 a 1,11g /kg
100mg/kg	16 %	84 a 116mg /kg
10mg/kg	22 %	7,8 a 12,2mg /kg
1mg/kg	32 %	0,68 a 1,32mg /kg
< 100 µg/kg	44 %	56 a 144 µg/kg

* Implica que los valores comprendidos dentro de estos intervalos pueden considerarse efectivamente como pertenecientes a la misma población analítica.

Para los análisis microbiológicos, en los que se indica frecuentemente que son aceptables los resultados comprendidos dentro del intervalo +/- 0,5 unidades logarítmicas, el intervalo efectivo que ello representa efectivamente suele ser mucho más amplio de lo que los clientes de datos analíticos aprecian (o piden).

Cabe esperar que las incertidumbres en la medición notificadas por los laboratorios no superen en mucho el doble del valor de la desviación típica estimada de la reproducibilidad (sR) a la concentración de interés si el laboratorio se encuentra en situación de “control analítico”. Se esperaría que los laboratorios con mucha experiencia que llevan a cabo análisis particulares con regularidad obtengan valores inferiores a los indicados más arriba.

8. Significado de la sección del Manual de procedimiento “Utilización de resultados analíticos: planes de muestreo, relación entre los resultados analíticos, la incertidumbre en la medición, los factores de recuperación y las disposiciones de las normas del Codex” (Manual de procedimiento del Codex, 18.ª edición)

Esta sección tiene por objeto ilustrar el significado del texto aprobado del Codex en cuanto a la incertidumbre en la medición y, en particular, la recuperación.

8.1 Incertidumbre en la medición

En este texto se establece que a la hora de decidir si un resultado analítico se ajusta o no a la especificación debe fijarse un margen de tolerancia con respecto a la incertidumbre en la medición. Esta disposición quizás no sea aplicable en aquellos casos en los que exista un peligro directo para la salud, por ejemplo agentes patógenos de origen alimentario. Esto significa que es importante que los comités de productos del Codex, cuando establezcan especificaciones, tengan en cuenta que hay una diferencia entre el valor numérico de la especificación y aquel con el que la propia especificación se aplicará. Para explicarlo en forma sencilla, esta diferencia equivale a la incertidumbre en la medición del resultado obtenido por el laboratorio encargado de la aplicación. Así pues, al aplicar un límite máximo, el laboratorio responsable (normalmente el importador) tendrá que considerar el valor de la incertidumbre en la medición antes de decidir si la muestra se ajusta a la especificación.

Este aspecto queda ilustrado en el siguiente diagrama, en el que se muestran cuatro situaciones diferentes:

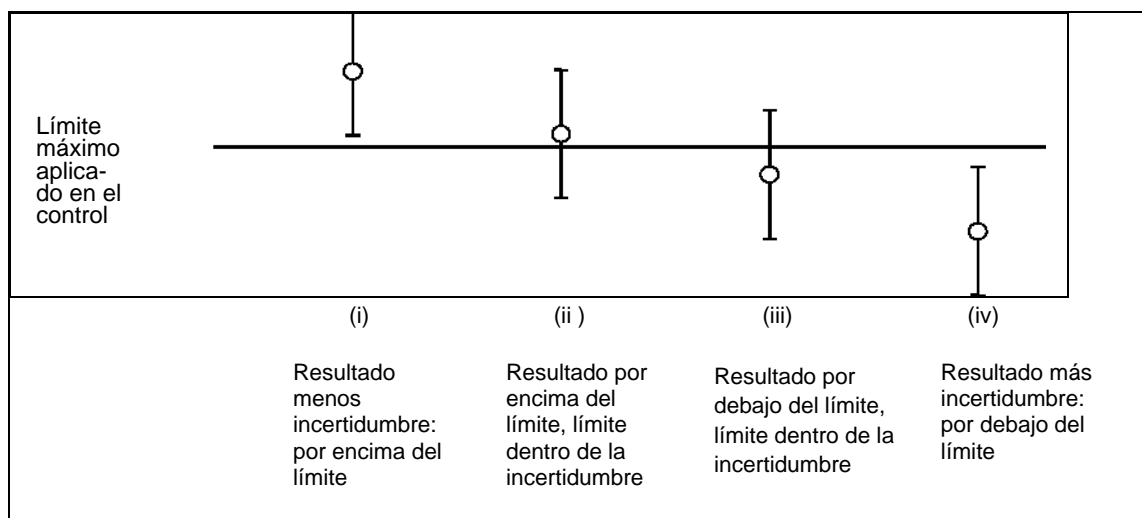


Figura: Incertidumbre y límites relativos a la observancia

Situación I

El resultado analítico y la incertidumbre en la medición superan el nivel máximo. Todas las autoridades considerarán que la muestra no cumple con la especificación.

Situación II

El resultado analítico supera el nivel máximo en medida inferior a la incertidumbre de la medición. Algunas autoridades habrían aceptado la muestra considerándola conforme a la especificación, si normalmente tienen en cuenta la incertidumbre en la medición. Otras habrían ignorado la incertidumbre en la medición y por ende no habrían aceptado la muestra. El efecto del texto aceptado es que todas las autoridades aceptarán el resultado considerándolo conforme (es decir, no se considerará que el resultado incumple la especificación “más allá de la duda razonable”).

Situación III

El resultado analítico supera el nivel máximo en medida inferior a la incertidumbre en la medición. En general las autoridades considerarán que la muestra es conforme a la especificación, pero probablemente serían cautas con muestras futuras.

Situación IV

El resultado analítico es inferior al nivel máximo en medida superior a la incertidumbre en la medición. Todas las autoridades considerarán que la muestra cumple sin duda alguna con la especificación.

Nótese que la situación anterior se tendrá que interpretar a veces con cuidado. Sin embargo, el riesgo de protección insuficiente del consumidor puede reducirse mediante una selección adecuada de la especificación — por ello, es esencial que se valore la relevancia de la deducción de la incertidumbre en la medición del resultado analítico antes de evaluar la conformidad.

8.2 Recuperación

Cuando proceda, los resultados analíticos se comunicarán corregidos para tener en cuenta la recuperación; será necesario declarar que se ha efectuado tal corrección.

Si se ha corregido un resultado para tener en cuenta la recuperación, se deberá comunicar también el método utilizado a tal efecto. Siempre que sea posible se deberá mencionar el índice de recuperación.

Al establecer disposiciones para las normas habrá que señalar si el resultado obtenido con un método de análisis en el ámbito de los controles de la conformidad se comunica o no corregido en función de la recuperación.

La Comisión del Codex Alimentarius ha aprobado por referencia las directrices de la UIQPA para el empleo de la información sobre la recuperación (véase CAC/GL 37-2001).

9. Uso de la incertidumbre en la medición y definición de una situación de controversia

Podría surgir una controversia al considerar una especificación del Codex —que es un valor máximo— si el exportador establece que la especificación se cumple, normalmente tomando en cuenta la incertidumbre en la medición, mientras que el importador decide que no se cumple incluso tomando en cuenta dicha incertidumbre; en otros términos:

- en el certificado de exportación se declara que el resultado analítico al cual se añade la incertidumbre en la medición correspondiente es inferior a la especificación del Codex (es decir, “ $x + U$ ” < L, donde x es el resultado analítico comunicado, U es la incertidumbre expandida y L es la especificación del Codex, que es un límite máximo), por lo que la muestra se ajusta a la especificación del Codex;
- en el certificado de importación se declara que el resultado analítico del que se deduce la incertidumbre en la medición correspondiente sigue siendo superior a la especificación del Codex (es decir, “ $x - U$ ” > L, donde x es el resultado analítico comunicado, U es la incertidumbre expandida y L es la especificación del Codex, que es un límite máximo), por lo que la muestra no se ajusta a la especificación del Codex.

Esto presupone que el laboratorio que interviene en la importación deducirá la incertidumbre en la medición, como se desprende de la sección 4 del presente documento. Si el valor resultante de la deducción sigue siendo superior a la especificación podrá afirmarse, *más allá de toda duda razonable*, que la muestra no es conforme a la especificación.

Es importante que el exportador comprenda que para tener la seguridad de que el producto exportado se ajusta a la especificación se debe añadir al “valor certificado” obtenido por el productor/exportador la incertidumbre del resultado, y dicho valor debe ser inferior a la especificación.

10. Bibliografía útil

A continuación se presenta una lista de referencias bibliográficas. [NB: se trata de referencias de carácter general que necesitan ser actualizadas.]

Guías para la estimación de la incertidumbre en la medición

Guide 98, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM) ISO, Ginebra (1995). EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Second Edition), EURACHEM Secretariat, BAM, Berlín, 2000. Puede descargarse gratuitamente de la siguiente dirección en Internet: <http://www.eurachem.ul.pt/>.

Comité de Métodos de Análisis de la Royal Society of Chemistry: “Uncertainty of Measurement - Implications of its use in Analytical Science”, Analyst, 1995, 120 (9), 2303-2308.

ISO/TS 21748:2004: “Guidance for the Use of Repeatability, Reproducibility and Trueness estimates in Measurement Uncertainty Estimation”, ISO, Ginebra (2004).

Nota técnica 1297 del NIST (Edición de 1994): “Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results”.

Procedimiento nº 5 del NMKL, 2ª edición (2003): “Estimation and Expression of Measurement Uncertainty in Chemical Analysis”.

UKAS (United Kingdom Accreditation Service), 2000: “The Expression of Uncertainty in Testing” Edición 1,

Publicación del UKAS ref: LAB 12.

Eurolab technical Report No. 1/2007. Measurement Uncertainty Revisited: Alternative Approaches to Uncertainty Evaluation. Puede descargarse gratuitamente de la página de Internet www.eurolab.org.

Nordtest, informe TR 537. Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories. <http://www.nordtest.org>/Puede descargarse gratuitamente de la página de Internet **Error! Hyperlink reference not valid.**(aunque este manual está dirigido a los analistas ambientales, los enfoques y ejemplos en él descritos pueden aplicarse a los resultados de ensayos en alimentos y piensos).

Procedimientos para la validación de métodos de análisis y eficacia de los métodos

“Precision of Test Methods”, Ginebra, 1994, ISO 5725. Las ediciones anteriores se publicaron en 1981 y 1986.

“Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies”, ed. W. Horwitz, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 33 1-343 (adaptado por el Codex).

Decisión 2002/657/CE de la Comisión Europea, por la que se aplica la Directiva 96/23/CE del Consejo en cuanto al funcionamiento de los métodos analíticos y la interpretación de los resultados, DOCE L221 (2002), 8-36.

T.P.J. Linsinger, R.D. Josephs: Limitations of the application of the Horwitz Validation of Chemical Analytical Methods. Procedimiento n.º 4 de la NMKL, tercera versión, 2009.

Acreditación, etc.

ISO/IEC 17025:2005: “General Requirements for the Competence of Testing and Calibration laboratories”, ISO, Ginebra (2005).

EURACHEM Guidance Document No. 1/WELAC Guidance No. WGD 2: “Accreditation for Chemical Laboratories: Guidance on the Interpretation of the EN 45000 series of Standards and ISO/IEC Guide 25”.

Z., Ben-David, H., Mates, A. 2001 Proficiency testing as tool for ISO 17025 implementation in National Public Health Laboratory: a mean for improving efficiency. Accreditation & Quality Assurance, 6: 190-194.

NMKL Procedure no. 3 (1996) “Control charts and control samples in the internal quality control in chemical food laboratories”.

Örnemark, U., Boley, N., Saeed, K., van Berkel, P.M., Schmidt, R., Noble, M., Mäkinen, I., Keinänen, M., Uldall, A., Steensland, H., Van der Veen, A., Tholen, D. W., Golze, M., Christensen, J.M., De Bièvre, P., De Leer, W. B (ed). 2001.

Proficiency testing in analytical chemistry, microbiology, and laboratory medicine – working group discussions on current status, problems, and future directions. Accreditation & Quality Assurance, 6: 140-146.

Conformidad

EURACHEM/CITAC Guide on the Use of uncertainty information in compliance assessment EURACHEM Secretariat, BAM, Berlín, 2007. Puede descargarse gratuitamente de la siguiente dirección en Internet <http://www.eurachem.ul.pt/>.

Terminología

ISO (2nd ed., 1993) VIM “International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology”. Ginebra.

ISO Guide 99, International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, 3.^a edición, VIM3, ISO, Ginebra (2008).