

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS



Organización de las Naciones
Unidas para la Agricultura
y la Alimentación



Organización
Mundial de la Salud

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italy - Tel: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.net

CX 5/15

CL 2010/49-MAS
Septiembre de 2010

A: Puntos de contacto del Codex
Organizaciones internacionales interesadas

DE: Secretaría, Comisión del Codex Alimentarius
Programa Conjunto FAO/OMS sobre Normas Alimentarias

ASUNTO: **Proyecto de Directrices Revisadas sobre la incertidumbre en la medición**
(en el Trámite 6)

PLAZO: **30 de diciembre de 2010**

OBSERVACIONES

A:
Secretaría
Comisión del Codex Alimentarius
Programa Conjunto FAO/OMS sobre
Normas Alimentarias – FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00153 Roma, Italia
Fax: +39 (06) 5705 4593
E-mail: codex@fao.org

Copia a:

Hungarian Codex Contact Point
Hungarian Food Safety Office
H-1097 Gyáli út 2-6. Budapest Hungary
Fax: +36 1 387 94 00
e-mail: HU_CodexCP@mebih.gov.hu

La 31ª reunión del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras examinó el Anteproyecto de Directrices Revisadas sobre la incertidumbre en la medición (CAC/GL 54-2004) y acordó adelantarle al Trámite 5 (ALINORM 10/32/23, Apéndice IV).

La 33ª reunión de la Comisión adoptó el Anteproyecto de Directrices en el Trámite 5 (ALINORM 10/32/23, párr. 62, Apéndice IV).

El Proyecto de Directrices se distribuye por la presente en el Trámite 6 a fines de observaciones y examen por la 32ª reunión del Comité sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras (Budapest, Hungría, 7-11 de marzo de 2011).

Los gobiernos y organizaciones internacionales que deseen someter observaciones deben hacerlo por escrito, preferiblemente por correo electrónico, a las direcciones arriba mencionadas, **antes del 30 de diciembre de 2010**.

**PROYECTO DE DIRECTRICES REVISADAS SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN
NOTAS EXPLICATIVAS DE LAS DIRECTRICES DEL CODEX SOBRE LA INCERTIDUMBRE DE
LA MEDICIÓN**

(Para su inclusión como Anexo a las Directrices sobre la incertidumbre de la medición, CAC/GL 54-2004)

(En el trámite 6 del Procedimiento)

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, 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 se puede esperar que se encuentre el resultado “real”.

2 ¿Hay que calcular la incertidumbre de 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 (CAC/GL 27-1997) que exigen la acreditación de los laboratorios que intervienen en la importación/exportación de alimentos con el fin de cumplir los criterios generales establecidos en ISO/IEC 17025). 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 ¿Procede la incertidumbre en la medición tanto del muestreo como del análisis?

Se aplica al proceso de medición en su conjunto. Sin embargo, en estas orientaciones solo se examina la incertidumbre en la medición de los análisis.

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

La incertidumbre de los resultados de un ensayo es uno de los factores para juzgar el cumplimiento de las normas. La incertidumbre de la medición no se asocia con un método, sino que los valores que se obtienen en la validación y/o en el control de la calidad de un método pueden utilizarse para calcular la incertidumbre de un resultado en algunos casos. La diferenciación entre la incertidumbre de la medición asociada con el resultado y la precisión obtenida durante la validación del método no es objeto a menudo de apreciación. Por consiguiente, la precisión observada para un método validado (la desviación típica de la repetibilidad o la reproducibilidad) no puede utilizarse sin reservas como la única estimación de la incertidumbre de la

medición. En especial, deben tenerse en cuenta factores adicionales tales como la incertidumbre asociada con 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 haya ninguna “jerarquía” de los procedimientos reconocidos. Todos estos tipos de procedimientos pueden considerarse igualmente válidos.

En general, los procedimientos se basan en un planteamiento de 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 las *Directrices para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo que participan en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos (CAC/GL 27-1997)*, se exige el uso de métodos validados y, por tanto, resulta más eficiente en cuanto a costos utilizar datos procedentes de los estudios de validación del método en lugar de emplear otro planteamiento (es decir, el planteamiento de componente por componente).

Los usuarios de los datos de validación deberían observar que entre las fuentes de incertidumbre no cubiertas por estudios de validación se encuentran las siguientes:

- el muestreo;
- el tratamiento previo;
- el sesgo vinculado al método;
- la variación en las condiciones;
- los cambios en la matriz de muestra.

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 s_R , ajustada en relación con la concentración en caso de necesidad, podrá utilizarse como incertidumbre típica combinada.

Cabe señalar que se están elaborando otros procedimientos para la evaluación de la incertidumbre en 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 modo de ejemplo, procedimientos basados en resultados obtenidos de la participación en sistemas de pruebas de aptitud.

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 particular, tales laboratorios deberían:

- cumplir una norma internacionalmente reconocida (actualmente la norma ISO/IEC 17025:2005); a tal cumplimiento 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 “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. 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 s_R obtenidos en ensayos en colaboración sería razonable prever que los valores de la incertidumbre (expandida) comunicada por los laboratorios sean del siguiente orden:

Concentración nominal	Incertidumbre típica expandida	Intervalo previsto de resultados*
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
< 100µg/kg	44 %	0,56 x concentración a 1,44 x concentración µg/kg

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

Cabe esperar que las incertidumbres en la medición notificadas por los laboratorios no superen en mucho el valor de la S_R 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 Relación entre resultados analíticos, incertidumbre en la medición y factores de recuperación

En esta sección se trata de explicar la importancia de los resultados de análisis y su correspondiente incertidumbre en la medición y recuperación.

8.1 Incertidumbre de la medición

Es importante examinar la incertidumbre en la medición al decidir si una muestra cumple o no la especificación. Esta consideración tal vez no resulte pertinente al examinar una preocupación directa relacionada con la salud. La importancia de este aspecto puede ilustrarse con el ejemplo del diagrama siguiente, en el que se ve el caso más sencillo que se produce cuando las decisiones se adoptan a partir de una sola muestra experimental.

En el ejemplo siguiente el resultado de la prueba se compara con la especificación, que consiste en un nivel máximo.

Situación I

El resultado analítico y la incertidumbre en la medición superan el nivel máximo. El resultado indica que el analito medido en el lote de la muestra supera la especificación.

Situación II

El resultado analítico supera el nivel máximo en medida inferior a la incertidumbre de la medición, pero el extremo inferior de la incertidumbre en la medición es inferior al nivel máximo.

Situación III

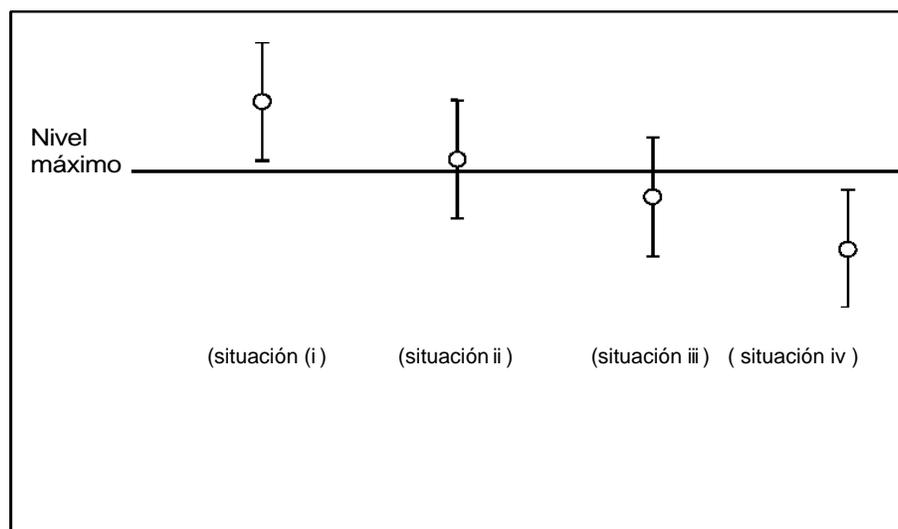
El resultado del análisis es inferior al nivel máximo pero el extremo superior de la incertidumbre en la medición es mayor que el nivel.

Este diagrama pone de manifiesto la importancia de una definición de directrices claras a fin de permitir una interpretación sin ambigüedad de los resultados de un análisis con respecto a sus incertidumbres en la medición

Situación IV

El resultado analítico delimitado por la incertidumbre expandida en la medición es inferior al nivel máximo.

8.2 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).

Cuando proceda y sea pertinente, los resultados analíticos se comunicarán corregidos para la recuperación y se deberá señalar cualquier corrección efectuada.

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 por un método utilizado para el análisis en el contexto de los controles de conformidad se comunica corregido para la recuperación o no.

9 Bibliografía útil

Las referencias siguientes no tienen el respaldo del Codex, salvo que así se especifique en otras directrices del Codex.

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 2 1748:2004 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 n.º 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.

Informe técnico n.º 1/2007 de Eurolab. 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. Puede descargarse gratuitamente de la página de Internet www.nordtest.org (aunque este manual va 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 (adoptado 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 equation, *Trends Anal Chem* 25 (2006) 11, 1125 - 1130

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).

Documento de orientación n.º 1 de EURACHEM / Orientación n.º WGD 2 de WELAC: "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.

Procedimiento n.º 3 de NMKL (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, 3rd Ed., VIM3, ISO, Ginebra (2008).