

comisión del codex alimentarius S



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 8 del programa

CX/MAS 09/30/9

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

30.ª reunión

Balatonalmádi (Hungria), 9 - 13 de marzo de 2009

ANTEPROYECTO DE DIRECTRICES REVISADAS SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN

(En el trámite 3 del procedimiento)

(Preparado por el Reino Unido)

ANTECEDENTES

En la 29.ª reunión del CCMAS se debatió la preparación de orientaciones sobre la incertidumbre en la medición y en el muestreo, a raíz de que varias delegaciones solicitaran una mayor orientación de la Comisión para abordar la incertidumbre en la medición tras la adopción del texto sobre “El uso 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”. La Comisión había presentado esta petición al CCMAS.

La delegación del Reino Unido había elaborado un documento para contribuir a la discusión. Tras un amplio debate, 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 su examen en la siguiente reunión.

Hubo un consenso general sobre el hecho de que sería conveniente seguir la vía de unas notas explicativas relativas al significado de las Directrices actuales sobre la incertidumbre en la medición (CAC/GL 54-2004), que permitirían abordar el texto tal como lo haya aprobado la Comisión.

La delegación del Reino Unido comunicó a todos los participantes en la 29.ª reunión del CCMAS el planteamiento que pretendía adoptar. Se recibieron algunos comentarios. Las Directrices actuales se han revisado incluyendo notas explicativas sobre la base de dichos comentarios. Las notas explicativas figuran en el proyecto de revisión adjunto del documento CAC/GL 54-2004. Debería tenerse en cuenta que el proyecto:

- toma debida nota de los textos que ya han sido elaborados por el CCMAS y aprobados por la Comisión;
- no recomienda procedimientos particulares para calcular la incertidumbre en la medición. Hay muchos textos que los contemplan ya;
- no toma en consideración la incertidumbre derivada del muestreo;

- se ha redactado con un estilo que no está destinado a expertos en metrología sino a proveedores habituales de datos analíticos, clientes de laboratorios que comunican datos analíticos y delegados en comités de productos del Codex.

Cuando una sola delegación ha formulado comentarios y las demás no, no se han tenido cuenta necesariamente en las notas explicativas, en particular cuando se han hecho comentarios sobre textos ya aprobados del Codex, como es el caso del uso de los factores de recuperación.

RECOMENDACIONES

Se recomienda que:

- el Comité examine si el proyecto de notas explicativas a las vigentes Directrices del Codex sobre la incertidumbre en la medición 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, la incertidumbre de la medición, los factores de recuperación y las disposiciones de las normas del Codex”;
- se examine la conveniencia de abordar otras consideraciones.

En el presente documento se distribuye el anteproyecto de Directrices en el trámite 3 para recabar observaciones y con vistas a su examen en la 30.^a reunión del Comité del Codex sobre Métodos de Análisis y Toma de Muestras. Los gobiernos y las organizaciones internacionales que deseen formular observaciones deberán comunicarlas por escrito, preferiblemente por correo electrónico, al Secretario 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, con copia al Punto de contacto del Codex en Hungría, Oficina de inocuidad de los alimentos de Hungría, H-1097 Gyáli út 2-6, Budapest (Hungría), número de fax: +36 13879400, correo electrónico: HU_CodexCP@mebih.gov.hu, **antes del 1.º de marzo de 2009.**

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

Introducción

Es importante y es un requisito de la norma ISO/IEC 17025: 1999 que los analistas estén al corriente de la incertidumbre asociada con todo resultado analítico y estimen esa incertidumbre. 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 controles¹, 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 de “ $a \pm 2u$ ” o “ $a \pm U$ ” donde “ a ” representa la mejor estimación del valor real de la concentración de lo que se mide (el resultado analítico) y “ u ” es la incertidumbre típica y “ U ” (igual a $2u$) es la incertidumbre expandida. El intervalo “ $a \pm 2u$ ” es aquél en el que se encontrará el valor real con un nivel de confianza del 95 %. El valor de “ U ” o de “ $2u$ ” es el valor que los analistas usan y consignan normalmente y en lo sucesivo se denomina “incertidumbre en la medición”, que puede calcularse de varias maneras diferentes.

Terminología

La definición internacional de “incertidumbre en la medición” es la siguiente:

“Parámetro, asociado con el resultado de una medición, característico de la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente a lo que se mide².”

NOTAS:

1. El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica (o un determinado múltiplo de ella), o la mitad de la anchura de un intervalo con un grado de confianza declarado.
2. La incertidumbre de la medición comprende, en general, muchos elementos. Algunos de ellos pueden evaluarse a partir de la distribución estadística de los resultados de una serie de mediciones y caracterizarse mediante desviaciones típicas experimentales. Los demás elementos, que también pueden caracterizarse mediante desviaciones típicas, se evalúan a partir de distribuciones supuestas de las probabilidades, basadas en la experiencia o en otra información.
3. Queda entendido que el resultado de una medición es la mejor estimación posible del valor de lo que se mide, y que todos los elementos de la incertidumbre, incluidos los que derivan de efectos sistemáticos, como por ejemplo los asociados con correcciones y normas de referencia, contribuyen a la dispersión”.

Recomendaciones

1. Debe estimarse la incertidumbre en 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 el 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.

¹ Como especificado en las “Directrices para Evaluar la Competencia de los Laboratorios de Ensayo que Participan en el Control de las Importaciones y Exportaciones de Alimentos” (documento CAC/GL 27-1997).

² Vocabulario internacional de términos básicos y generales de metrología, JCGM 200:2008.

En muchos casos se puede determinar la incertidumbre general mediante un estudio entre cierto número de laboratorios (en colaboración), mediante una serie de matrices de la UIQPA/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) o mediante los protocolos ISO 5725 (4).

3. La incertidumbre en la medición y los niveles de confianza deberían, según solicitud, estar a disposición de los usuarios (clientes) de los resultados.

Referencias

1. “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”, ISO, Ginebra, 1993.
2. EURACHEM/CITAC: “Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement” (segunda edición), Secretaría del EURACHEM, 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, 331-343.
4. “Precision of Test Methods”, Ginebra, 1994, ISO 5725. Las ediciones anteriores se publicaron en 1981 y 1986.

NOTAS EXPLICATIVAS A LAS DIRECTRICES DEL CODEX SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN

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

1. ¿Qué es incertidumbre en 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 de lo que se mide (ppb). Tal como se recoge 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 de lo que se mide (el resultado analítico) “ u ” es la incertidumbre típica y “ U ” (igual a $2u$) es la incertidumbre expandida. El intervalo “ $a \pm 2u$ ” es aquél en el que se encontrará el valor real con un nivel de confianza del 95 %. El valor de “ U ” o de “ $2u$ ” es el valor que los analistas usan y consignan normalmente y en lo sucesivo se denomina “incertidumbre en la medición”, que 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 sobre 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 comunicarla si así se solicita (la Comisión del Codex Alimentarius ha elaborado directrices que exigen de los laboratorios implicados en la importación/exportación de alimentos que estén acreditados³). Dado que el Codex se ocupa de productos que circulan en el comercio internacional se prevé que se formule la petición.

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

La incertidumbre en la medición se aplica al proceso de medición en su conjunto. Para los analistas se ha considerado solamente la incertidumbre en la medición “analítica”, pero 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 sobre la incertidumbre en la medición mediante muestreo en el Codex.

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

Lo importante es la estimación de la incertidumbre en la medición asociada con un resultado analítico. La incertidumbre en 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. Esta diferenciación entre el “resultado” y el “método validado” no se realiza a menudo, lo que causa una cierta confusión. Implica que diversos laboratorios, incluso si utilizan el mismo método (validado) para la “misma” muestra, pueden dar cuenta de incertidumbres diferentes en la medición. Es de esperar que esto ocurra. Por consiguiente, los valores de precisión para un método validado (valores de repetibilidad y reproducibilidad) no pueden considerarse como la incertidumbre en la medición sin reservas. En especial, deben tenerse en cuenta factores adicionales tales como el sesgo, el efecto matriz y la competencia del laboratorio.

5. Procedimientos para calcular la incertidumbre en la medición

³ Directrices para la evaluación de la competencia de los laboratorios de análisis que intervienen en el control de las importaciones y exportaciones de alimentos (CAC/GL 27-1997).

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 —es decir, 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” y en datos procedentes de ensayos colectivos.

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 reproducibilidad, s_R , para varios niveles de respuesta, una estimación lineal de la dependencia de s_R 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 colectivos no suelen incluir un muestreo. Si el método utilizado internamente implica el submuestreo, o si lo que se trata de medir (cf. 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 están homogeneizadas, y pueden estabilizarse además antes de la distribución. Puede ser necesario investigar y añadir los efectos de los procedimientos particulares de tratamiento previo aplicados internamente.
- Error vinculado al método: el error vinculado al método se examina a menudo antes o durante el estudio interlaboratorios, siempre que sea posible mediante comparación con métodos o materiales de referencia. En los casos en que el propio error, la incertidumbre en los valores de referencia utilizados y la precisión asociada con el control del error son pequeños en comparación con s_R , no se requiere dar otro margen de tolerancia para la incertidumbre en relación con el error. 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 colectivo debería evaluarse en tanto que incertidumbre típica y combinarse con la desviación típica de reproducibilidad s_R 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 reproducibilidad s_R ,

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

Estas notas explicativas no pretenden describir los procedimientos disponibles para la estimación de la incertidumbre en la medición, pero existen procedimientos desarrollados por:

- 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 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, 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).

El uso de datos de ensayos colectivos, 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 se utiliza posteriormente el método en el laboratorio.

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

Las referencias para los procedimientos mencionados más arriba figuran en la sección 11.

6. Consideraciones al calcular la incertidumbre en la medición en el contexto del Codex

Al decidir qué procedimiento se debe utilizar para calcular la incertidumbre en 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 de control internos de calidad;
- participar en sistemas de aptitud;
- usar métodos validados.

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

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

En esta sección se subraya de nuevo que para el analista es importante que no haya ninguna duplicación innecesaria del trabajo existente.

8. Valores de las estimaciones de la incertidumbre en la medición

Las solicitudes de información sobre los valores previstos de las estimaciones de la incertidumbre en 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 la magnitud de sus incertidumbres y, en consecuencia, den cuenta a sus clientes de pequeñas incertidumbres poco realistas.

Para los análisis químicos que utilizan los valores de s_R de ensayos colectivos, no sería irrazonable prever que las incertidumbres (expandidas) comunicadas 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 de +/- 0,5 unidades logarítmicas, el total que ello representa efectivamente suele ser mucho más amplio que lo que los clientes de datos analíticos aprecian (o piden).

Se esperaría que las incertidumbres en la medición comunicadas por todos los laboratorios no superen significativamente el valor estimado de la desviación típica de reproducibilidad (S_R) en la concentración de interés si el laboratorio está en "control analítico". Se espera que los laboratorios con mucha experiencia que llevan a cabo análisis particulares con regularidad obtengan valores inferiores a los valores indicados anteriormente.

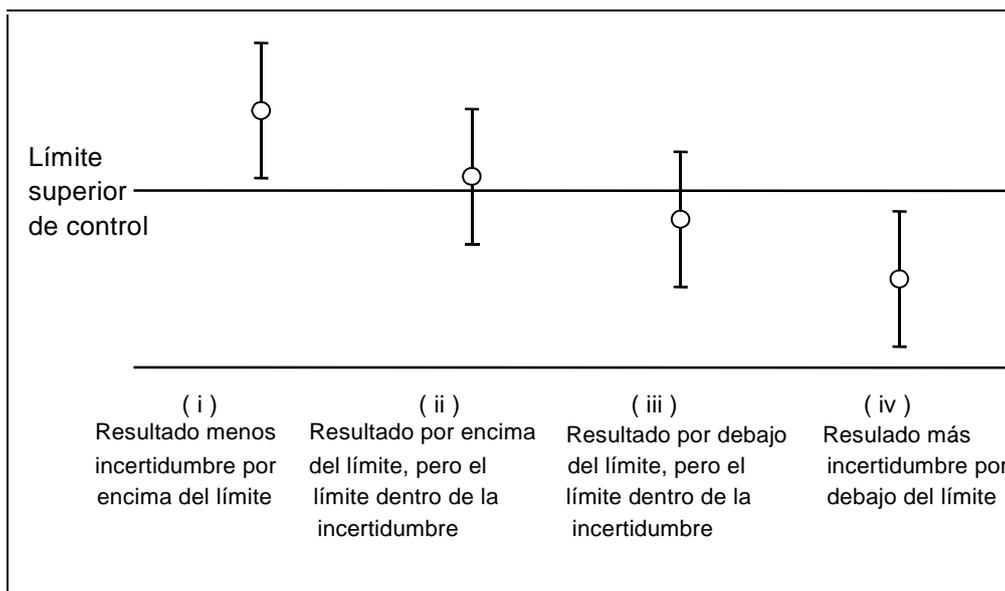
9. Significado de la sección del Manual de procedimiento sobre la “utilización de resultados analíticos: planes de muestreo, relación entre los resultados analíticos, la incertidumbre en la medición, los factores de recuperación y las disposiciones de las normas del Codex” (Manual de procedimiento del Codex, 17.ª edición)

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

9.1 Incertidumbre en la medición

Se establece que, cuando se decida si un resultado analítico se ajusta o no a la especificación, debe fijarse un margen de tolerancia relativo a la incertidumbre en la medición. Esta disposición podrá obviarse en aquellos casos en los que exista un peligro directo para la salud, como en los 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 en la especificación y el valor numérico en que se aplicará la especificación. Sencillamente, esta diferencia equivale a la incertidumbre en la medición del resultado obtenido por el “laboratorio aplicador”. Así pues, al aplicar un límite máximo, el laboratorio aplicador (normalmente el importador) tendrá que deducir 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:



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 un valor inferior a la incertidumbre en la medición. Algunas autoridades habrían aceptado que la muestra era conforme a la especificación, si normalmente tienen en cuenta la incertidumbre en la medición. Otras habrían pasado por alto la incertidumbre en la medición y por ende no habrían aceptado la muestra. El efecto del texto aceptado es que todas las autoridades aceptarán que el resultado es conforme (es decir, el resultado no es no conforme “más allá de la duda razonable”).

Situación III

El resultado analítico se sitúa por debajo del nivel máximo en menos que el valor de 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 se sitúa por debajo del nivel máximo en un valor superior a la incertidumbre en la medición. Todas las autoridades considerarán que la muestra es conforme sin lugar a dudas.

Nótese que la situación anterior se tendrá que interpretar a veces con cuidado. Sin embargo, el riesgo de protección inadecuada 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.

9.2 Recuperación

Se establece que, cuando proceda, los resultados analíticos se comunicarán corregidos para la recuperación y se deberá señalar cualquier corrección efectuada.

Si se ha corregido un resultado para la recuperación, se deberá comunicar el método utilizado para tener en cuenta la recuperación. El índice de recuperación se deberá mencionar siempre que sea posible.

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 para la recuperación o no.

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

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

HAY QUE DESARROLLAR ESTA PARTE TENIENDO EN CUENTA EL DOCUMENTO SOBRE LA SITUACIÓN DE CONTROVERSIA. SIN EMBARGO, EL TEXTO PODRÍA AJUSTARSE A LAS LÍNEAS SIGUIENTES:

Podría surgir una controversia al considerar una especificación del Codex, que es un valor máximo, si:

- el certificado de exportación 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;
- el certificado de importación 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 se ajusta a la especificación del Codex⁴.

Esto presupone que el laboratorio deducirá la incertidumbre en la medición en la importación, como se desprende de la sección 5 del presente documento. Si el valor resultante de la deducción sigue excediendo al de la especificación, podrá afirmarse, *más allá de la duda razonable*, que la muestra no es conforme a la especificación.

Es importante que el exportador comprenda que, para estar seguro de que el producto exportado se ajusta a la especificación, debe añadirse al "valor certificado" obtenido por el productor/exportador la incertidumbre del resultado, y que dicho valor se sitúe por debajo de la especificación.

11. Bibliografía útil

A continuación se presentan una serie de referencias. [NB: Son generales y requieren de una actualización.]

Métodos 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" (2ª edición), Secretaría del EURACHEM, 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.

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

⁴ Definición propuesta por el Reino Unido en el comentario sobre el documento relativo a la situación de controversia.

“Precision of Test Methods”, Ginebra, 1994, ISO 5725. Las ediciones anteriores se publicaron en 1981 y 1986 (no adoptado por el Codex).

“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, 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.

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.

Procedimiento nº 3 del 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” Secretaría del EURACHEM, BAM, Berlín, 2007. Se puede descargar gratuitamente del sitio web <http://www.eurachem.ul.pt/>.

Terminología

ISO (2.ª edición, 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).