

COMISIÓN DEL CODEX ALIMENTARIUS



Organización de las Naciones
Unidas para la Alimentación
y la Agricultura



Organización
Mundial de la Salud

S

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Roma, Italia - Tel: (+39) 06 57051 - Correo electrónico: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

Tema 6 del programa

CX/MAS 20/41/8 Add.1

PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

ANTEPROYECTO DE DOCUMENTO DE INFORMACIÓN SOBRE PROCEDIMIENTOS PARA LA ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE DE MEDICIÓN

Observaciones en respuesta a la CL 2020/31-MAS

Comentarios de Honduras, Japón, Noruega y Tailandia

NOTA: La 41.^a reunión del CCMAS se ha pospuesto para el 17 al 21 de mayo de 2021. Para garantizar la continuidad del trabajo, se emitió la carta circular CL 2020/31/OCS solicitando comentarios. Véase la información de antecedentes en la mencionada CL. Las observaciones recopiladas en este documento se pondrán a disposición de Alemania para su posterior consideración y preparación de una versión revisada del documento de Información para su consideración por el CCMAS41.

Antecedentes

1. En este documento se compilan las observaciones recibidas a través del Sistema de comentarios en línea (OCS) del Codex en respuesta a la carta circular CL 2020/31-MAS emitida en mayo de 2020. En el marco del OCS, las observaciones se recopilan en el siguiente orden: los comentarios generales se enumeran primero, seguidos de los comentarios sobre secciones específicas.

Notas explicativas sobre el apéndice.

2. Los comentarios presentados a través del OCS se adjuntan como **Anexo I** y se presentan en un cuadro.

ANEXO I

OBSERVACIONES GENERALES**Tailandia**

Con respecto a las Secciones que figuran en este documento de información, Tailandia propone algunas modificaciones para la continuidad y la agrupación clara del texto. Por ejemplo, los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba en la Sección 2 deberían cambiarse a Sección 2 Enfoques, y bajo esta Sección, se debería separar el texto en 2 subsecciones: 2.1 Enfoque de arriba hacia abajo y 2.2 Enfoque de abajo hacia arriba. Además, desde nuestro punto de vista, la Sección 6 Métodos empíricos versus racionales, debería aparecer justo después de la Sección 1 Introducción, y luego se debería seguir con la Sección de Enfoques, etc.

Japón

El CCMAS en 2018 aclaró que la finalidad de este documento de información sería apoyar el CXG 54 con la inclusión de ejemplos prácticos y haciendo referencia a las normas internacionales correspondientes (REP18/MAS, Apéndice IV). Desde este punto de vista, Japón apoya la inclusión de algunos ejemplos sobre procedimientos para estimar la incertidumbre de medición y algunas referencias sobre los temas generales para los usuarios.

Sin embargo, Japón tiene algunas preocupaciones con respecto a la inclusión de una explicación sobre la incertidumbre del muestreo en el documento de información porque el CXG 54 revisado propuesto solo aborda la incertidumbre de la medición analítica. El CCMAS en 2018 acordó que la incertidumbre de la medición debería referirse solo a las muestras de laboratorio y no al lote (el CXG 54-2004 no contiene la incertidumbre derivada del muestreo), REP18/MAS, Apéndice IV.

Tal como lo ha acordado el CCMAS y como se muestra en el párrafo 57 de REP18/MAS, la incertidumbre de medición en el CXG 54 revisado se refiere solo a las muestras de laboratorio, es decir, únicamente a la incertidumbre de los resultados de las muestras de prueba de laboratorio, incluidas las submuestras. Si bien se supone que la incertidumbre de la medición relacionada con el muestreo estará cubierta por la revisión de CXG 50 en curso, las Directrices existentes sobre muestreo (CXG 50) no implican la incertidumbre del muestreo en sí. No ha habido una definición acordada ni una explicación acordada sobre la incertidumbre del muestreo en el Codex. Para mantener la coherencia en las directrices del Codex, el CCMAS debería disuadir la inclusión de muestreo o incertidumbre de muestreo mientras no haya una definición clara sobre la incertidumbre de muestreo. Si fuera necesario, este documento de información podría actualizarse una vez completada la revisión de CXG 50.

Teniendo en cuenta las finalidades del Codex, los países exportadores e importadores deberían utilizar las directrices. El CCMAS debe tener en cuenta que los gobiernos importadores, o incluso los gobiernos exportadores, generalmente no pueden conocer el error de muestreo del lote de inspección (o la incertidumbre de muestreo) antes de la inspección, y el error de muestreo de un lote (o incertidumbre de muestreo) se conoce solo después de que se realizan las pruebas en las muestras para inspección.

Por las razones anteriores y considerando otros factores como el costo económico, etc., el CCMAS no debería recomendar que se solicite la incertidumbre de muestreo. La incertidumbre de muestreo solo puede y debe considerarse cuando el CCMAS o los Comités sobre productos desarrollan un nuevo plan de muestreo. También deberíamos considerar el tamaño práctico de la muestra para la inspección desde el punto de vista de los recursos humanos, el tiempo necesario, los costos económicos, etc. No debemos vincular la incertidumbre de muestreo con la incertidumbre

de medición analítica asociada con el resultado de las pruebas en CXG 54, aun cuando la incertidumbre de muestreo sea científica o teórica. Si es necesario, se puede considerar la incertidumbre del muestreo en la revisión de CXG 50.		
COMENTARIOS ESPECÍFICOS		
1. Introducción		
124	Este documento proporciona orientación sobre aquellas fuentes de incertidumbre que se originan en el propio laboratorio, es decir, en relación con los procedimientos y condiciones que comienzan con la muestra de laboratorio y terminan con el resultado de la medición. En particular: no se abordará la cuestión de la incertidumbre del muestreo y la medida en que las muestras de laboratorio son representativas del contenido en el contenedor. Estas preguntas se abordan en CXG 50-2004 [12].	Japón La última oración debe eliminarse porque la incertidumbre en el muestreo está fuera del ámbito de aplicación del CXG 54. Este documento debe estar dentro del ámbito de aplicación del CXG 54. Debemos tener en cuenta que el CXG 50 aún está bajo revisión. Por lo tanto, es prematuro referirse al CXG 50 incompleto.
126	En consecuencia, el presente documento proporciona información de contexto y aclara nociones básicas que son centrales para una correcta evaluación e interpretación de la incertidumbre de medición. Primero, se describen y comparan los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba. Luego, se presenta el modelo básico para el enfoque de arriba hacia abajo. Esto constituye un marco conveniente para esclarecer algunos de los aspectos conceptuales básicos de la incertidumbre de medición. En el curso del debate se hará cada vez más claro cuán importante es comprender lo que implica especificar el mensurando y se darán las debidas aclaraciones. La relación entre los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba se aclarará aún más sobre la base de una clasificación más general de las fuentes de incertidumbre. Se abordará la cuestión de la incertidumbre estadística en la estimación de los parámetros de dispersión, en tanto que valores de desviación estándar, y se examinará el efecto del número de observaciones sobre esta incertidumbre estadística. Luego se proporcionarán diseños específicos para la evaluación de los diferentes componentes del enfoque de arriba hacia abajo, incluidos los diseños para la evaluación de submuestreo y efectos matriciales. Finalmente, los ejemplos ilustrarán cómo la incertidumbre de la medición influye <u>en el desarrollo de</u> planes de muestreo.	Japón Japón propone que se modifique la última oración y se agregue la expresión "en el desarrollo de" antes del "plan de muestreo". Quedaría como sigue: "Finalmente, ejemplos ilustrarán cómo influye la incertidumbre de medición en el desarrollo de planes de muestreo". Con respecto a esta última oración, entendemos que "incertidumbre de medición" aquí significa "incertidumbre de medición analítica" ya que el texto del CXG 54 solo incluye incertidumbre de medición analítica. La incertidumbre en la medición analítica debe cuantificarse y minimizarse cuando se desarrollan métodos analíticos. El error de muestreo también debe cuantificarse utilizando resultados analíticos de muestras diseñadas para estimar el error de muestreo cuando se desarrolla un plan de muestreo. El error de muestreo se puede minimizar desarrollando un plan de muestreo apropiado y realizando un procedimiento de muestreo apropiado, pero cuando se establece el plan de muestreo, el plan de muestreo no debe ser revisado o influido por la incertidumbre de medición.
2. Enfoques de arriba hacia abajo versus de abajo hacia arriba		
131	3 ^{er} párrafo	Noruega La guía EURACHEM/CITAC CG4 y la ISO 21748 se transfieren del documento principal, pero no el Nordtest TR 537 ni el Procedimiento NMKL N° 5. Se sugiere incluir también Nordtest y

		NMKL en los documentos de información como referencias para la estimación de arriba hacia abajo de la incertidumbre de medición y reformular la frase “Un enfoque alternativo, descrito por ejemplo en la Guía CGACH [EUR]/CITAC CG4 [2], Nordtest TR 537 [NN], NMKL procedimiento N° 5 [NN] y en ISO 21748 [3] consiste en hacer uso de los datos de validación de métodos disponibles.” Las NN y la numeración de las referencias deben actualizarse para que la numeración de las referencias sea adecuada.
3. Modelo básico para el enfoque de arriba hacia abajo		
143		<p>Japón</p> <p>Para facilitar el uso, Japón propone que en la última parte de esta sección se inserte la tabla existente en la página 5 de la sección “7. Valores de las estimaciones de incertidumbre de medición” en las Notas explicativas del CXG 54 existente, que muestra la relación entre las concentraciones nominales y valores típicos de incertidumbre de medición expandida. La tabla es útil para que los usuarios comprendan la relación entre las concentraciones nominales y los valores típicos de la incertidumbre de medición.</p>
4. Especificación del mensurando		
160		<p>Japón</p> <p>Japón propone modificar los párrafos cuarto y quinto considerando los siguientes puntos:</p> <p>1) La incertidumbre de muestreo debe eliminarse de este documento de información ya que la incertidumbre de muestreo está fuera del alcance del CXG54 revisado. La definición del término "incertidumbre de muestreo" no se ha acordado en el Codex.</p> <p>2) El JCGM:100 2008 escribe que “El objetivo de una medición es determinar el valor del mensurando, es decir, el valor de la cantidad particular a medir. Por lo tanto, una medición comienza con la especificación apropiada del mensurando, el método de medición y el procedimiento de medición”.</p>

		<p>En este concepto básico, el término "medición" no incluye muestreo, y la incertidumbre de medición no incluye incertidumbre de muestreo. Para mantener la coherencia en todas las directrices del Codex, el CCMAS debería disuadir la inclusión de la incertidumbre de muestreo en espera de una definición clara sobre la incertidumbre de muestreo en el Codex. La segunda oración en el cuarto párrafo debe ser eliminada. La primera oración del quinto párrafo debería decir:</p> <p>Generalmente, aunque la incertidumbre de la medición siempre se determina sobre la base del resultado analítico de la muestra de laboratorio, es importante incluir toda la información disponible sobre la muestra de laboratorio en la evaluación de la incertidumbre de la medición, p. ej.</p>
168	<p>En particular, la especificación del mensurando debería incluir información sobre si la concentración de analito debe medirse en una muestra de laboratorio o en una "muestra más grande" o un lote de productos en un recipiente. Solo en el último caso es muestreo. Del mismo modo, si se utilizan resultados de medición de varias muestras de laboratorio para evaluar la conformidad de material a granel tomado de un contenedor, es relevante la incertidumbre de medición correspondiente (véase la sección del valor promedio de los resultados correspondientes a las muestras individuales de laboratorio. 7 para una visión general de las diferentes fuentes de incertidumbre). De manera similar, si los resultados de la medición de varias muestras de laboratorio se utilizan para evaluar la conformidad del material a granel de un contenedor, es la incertidumbre de medición del valor medio en los resultados correspondientes a las muestras de laboratorio individuales lo que es relevante.</p>	Japón
169	<p>De manera más general Si bien la incertidumbre de medición siempre se determina sobre la base del <u>resultado analítico de la muestra de laboratorio</u>, en general es importante incluir toda la información disponible sobre la muestra de laboratorio en la evaluación de la incertidumbre de medición, p. ej.</p>	Japón
5. Relación entre el mensurando y los datos de validación		
180	<p>Las condiciones bajo las cuales los datos de validación <u>del método analítico</u> se pueden usar para respaldar la modificación de la incertidumbre de la medición se pueden establecer de la siguiente manera:</p>	Honduras

6. Métodos empíricos versus métodos racionales		
201		<p>Tailandia</p> <p>Esta sección describe que en el sistema del Codex, los métodos empíricos incluyen los métodos de Tipo I y, mientras tanto, los métodos racionales incluyen los métodos de Tipo II-IV. Sin embargo, en nuestra opinión, algunos métodos empíricos podrían ser aprobados como Tipo IV, ya que sus datos de validación aún no están completos para ser aprobados como métodos Tipo I.</p> <p>Por lo tanto, nos gustaría proponer lo siguiente:</p> <ul style="list-style-type: none"> - "El método empírico (métodos de tipo I en el sistema del CODEX)" debe modificarse a "Método empírico (métodos de tipo I y algunos de los métodos de tipo IV que son métodos empíricos en el sistema del CODEX)" - Esta sección debe proporcionar más explicaciones y recomendaciones para la evaluación de la incertidumbre de medición para los métodos de Tipo IV que son métodos empíricos.
203	<ul style="list-style-type: none"> • Método empírico (métodos de tipo I en el sistema del CODEX) 	<p>Noruega</p> <p>Los métodos empíricos se pueden clasificar como de Tipo I o Tipo IV en el Codex. Se sugiere reformular la viñeta a "Método empírico (métodos de tipo I o tipo IV en el sistema del CODEX)"</p>
7. Fuentes de incertidumbre en los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba		
208	1 Fuentes de incertidumbre en los enfoques de arriba hacia abajo y de abajo hacia arriba	<p>Japón</p> <p>La incertidumbre del muestreo, por ejemplo, el cuarto párrafo de esta sección, debe eliminarse de este documento de información porque la incertidumbre del muestreo está fuera del alcance de CXG54. La definición de incertidumbre de muestreo no se ha acordado en el Codex. Para mantener la coherencia en todas las directrices del Codex, el CCMAS debería disuadir la inclusión de la incertidumbre de muestreo en espera de una definición clara sobre la incertidumbre de muestreo en el Codex.</p> <p>En cuanto a la descripción sobre el muestreo como fuente de incertidumbre en relación con ISO/IEC 17025, ésta debe</p>

		eliminarse porque la principal fuente de incertidumbre del muestreo en ISO/IEC 17025 es el procedimiento de muestreo y no el plan de muestreo.
212	Muestreo (La cuestión de la incertidumbre del muestreo no se aborda en el presente documento. Se remite al lector a CXG 50-2004 [12])	Japón
220	Muestreo	Japón
Fuente de incertidumbre		
Muestreo		
221	Si el mensurando se define en términos de, por ejemplo, la concentración de analito en un contenedor o en un lote de productos, entonces se requiere un muestreo y se debe evaluar su contribución a la incertidumbre de la medición, consultar la Sección 7.6 en ISO 17025 [9].	Japón
8. Requisitos relativos al tamaño de los datos		
244		<p>Tailandia</p> <p>Hemos visto que el método para estimar la desviación estándar descrito en el Proyecto de Revisión de CXG 54 - 2004 (tema 5 del programa), sección: Procedimientos para estimar la incertidumbre de medición, párrafo 20, y la presente sección son diferentes. El primero describe que la estimación de una desviación estándar se puede calcular con la fórmula Excel proporcionada, mientras que el segundo describe la estimación de la desviación estándar mediante la aplicación de la Tabla 3 en CXG 59.</p> <p>Entonces, en esta sección se debe utilizar el método de estimación de la desviación estándar que sea más apropiado.</p>
244		<p>Japón</p> <p>Con respecto a los párrafos primero y segundo, sería de utilidad agregar una fórmula o una función Excel para el cálculo de varios factores para el tamaño de datos n porque no hay una fórmula en CXG59.</p> <p>Como se supone que este documento es un "documento de información", cualquier recomendación en los párrafos 2 y 3 debería modificarse a información y el párrafo 6 debería eliminarse.</p>
246	Por consiguiente, se recomienda que las desviaciones estándar se calculan sobre la base de un mínimo de de_ valores (que corresponde a	Japón

	11 grados de libertad para la estimación de la desviación estándar), <u>y el intervalo de confianza para la desviación estándar a N = 12.</u>	
247	En cuanto se refiere a la estimación simultánea de por ejemplo la desviación estándar entre laboratorios (o entre matrices) y la desviación estándar de la repetibilidad, esta recomendación de que los resultados de medición de al menos 12 laboratorios (o matrices) deben hacerse disponibles, cada uno con al menos dos réplicas por laboratorio (o matriz).	Japón
251	La recomendación es garantizar un mínimo de 11 grados de libertad para la incertidumbre combinada.	Japón
9. Procedimientos simples para evaluar componentes de incertidumbre.		
285	4º párr.	Noruega Los borradores del Comité (CD por sus siglas en inglés) no deben ser referenciados como "CD ISO" y, por lo tanto, deberían cambiarse a "ISO" antes de su publicación. Se sugiere los siguientes cambios: "En [11] se proporcionan procedimientos más sofisticados para estimar simultáneamente varios componentes de variación. El lector debe consultar el CD ISO 5725-3 [18] y DTS 23471 [19]".
9.1 Procedimiento para caracterizar la variación interna		
286		Japón En el cuarto párrafo, se debe eliminar una recomendación ya que este documento no es una guía.
293	Como se explica en la Sección 8, se recomienda que, como mínimo, se representen diferentes condiciones de medición internas (por ejemplo, diferentes días) en el conjunto de datos.	Japón
9.2 Procedimientos para caracterizar la variación entre matrices		
322	Procedimientos para caracterizar la variación entre matrices	Japón
323	En esta sección se supone que la heterogeneidad entre las muestras de laboratorio es insignificante y que el mensurando se especifica en términos de una serie de matrices, de las cuales se seleccionan las matrices⁷. La selección debe basarse en el uso / alcance previsto del método. Como se explica en la Sección 8, se recomienda que, como mínimo, se incluyan matrices.	Japón En el primer párrafo, se debe eliminar una recomendación, ya que se trata de un documento de información, y no de directrices. Este tipo de estudio estricto de variación de matrices no se ha considerado en CCMAS cuando se aprobó el método de análisis del Codex. Japón sugiere eliminar esta sección:
325	Un enfoque simple para caracterizar la variación entre matrices consiste en agregar las matrices y obtener resultados de medición duplicados en un solo laboratorio para cada matriz. De esta manera, la variación entre las matrices (sesgo específico de la matriz) se puede distinguir de la	Japón

	variación dentro de cada matriz (error de repetibilidad). En este procedimiento, la matriz se modela como un efecto aleatorio, y el resultado es una desviación estándar que caracteriza la variación en todas las matrices incluidas en la especificación del mensurando.	
Ejemplo		
326	Ejemplo	Japón
Tabla 5		
327	Tabla 5	Tailandia Para mejor comprensión, nos gustaría solicitar una aclaración sobre "MV1" y "MV2" en la Tabla 5.
327	Tabla 5: Datos de un experimento para el cálculo del sesgo de la matriz.	Japón Eliminar la tabla
329	Aplicando el mismo procedimiento de cálculo que en la Sección 9.1 se obtienen las siguientes estimaciones de precisión:	Japón
Tabla 6		
330	Tabla 6: Estimaciones de precisión para el cálculo del sesgo de la matriz.	Japón Eliminar la tabla
Tabla 7		
339	Tabla 7	Tailandia Para mejor comprensión, nos gustaría solicitar una aclaración sobre "MV1" y "MV2" en la Tabla 7.
Tabla 8		
349	Procedimiento 2: si los datos de las <u>pruebas de aptitud PT (PT)</u> están disponibles, y un número suficiente de participantes (idealmente, al menos 12) han utilizado el mismo método, entonces estos datos pueden usarse para caracterizar la variación entre laboratorios. Para garantizar la evaluación neutral de los datos y evitar conflictos de intereses, los datos deben provenir de esquemas de PT administrados por las autoridades competentes.	Japón El primer "PT" en esta sección debe explicarse como "prueba de aptitud".
10. Influencia de la incertidumbre de medición en los planes de muestreo: ejemplos		
386		Japón Se debe recordar al CCMAS de que el gobierno importador, o incluso el gobierno exportador, generalmente no pueden conocer el error de muestreo del lote de inspección (o la incertidumbre del muestreo) antes de la inspección. El error de muestreo de un lote (o la incertidumbre de muestreo) se conoce solo después de que se realiza el muestreo y el análisis diseñado para estimar el error

		<p>de muestreo. El error de muestreo se puede minimizar desarrollando un plan de muestreo apropiado y realizando un procedimiento de muestreo apropiado, pero cuando se establece el plan de muestreo, éste no debe ser revisado o influido por la incertidumbre de medición.</p> <p>Si bien esta sección hace referencia a las normas ISO y proporciona un concepto teórico, los fabricantes solo la pueden aplicar en la inspección lote por lote. Los gobiernos importadores generalmente no pueden aplicar la inspección lote por lote utilizando la desviación estándar del proceso porque no pueden conocer la variabilidad de los lotes de inspección y la relación entre los diferentes lotes de inspección.</p>
Ejemplo		
393	<p>Se evalúa el contenido de sodio en un lote de 500 unidades de agua mineral embotellada. Si no se tiene en cuenta la incertidumbre de medición, para un NCA acordado de 2,5% (concentración máxima de 200 mg/l), nivel de inspección general II (nivel predeterminado), se debe recolectar una muestra de 30 unidades para evaluación (ISO 3951-2 [14], Anexo A, Tabla A1 y Anexo B, Tabla B1). La producción está bien bajo control y los gráficos de control dan una desviación estándar del proceso de 2 mg / l. La desviación estándar de la incertidumbre de medición es 1 mg/l y, por lo tanto, no es despreciable. Con y el tamaño de la muestra debe aumentarse a 38.</p>	Honduras