



PROGRAMA CONJUNTO FAO/OMS SOBRE NORMAS ALIMENTARIAS

COMITÉ DEL CODEX SOBRE MÉTODOS DE ANÁLISIS Y TOMA DE MUESTRAS

40.ª reunión

Budapest (Hungría), 27-31 de mayo de 2019

REVISIÓN DE LAS DIRECTRICES SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN (CXG 54-2004)

Respuestas a la carta circular CL 2019/16-MAS

Observaciones de Australia, Canadá, Ecuador, Egipto, Jamaica, Marruecos, Nueva Zelandia, Noruega, Perú y BIPM

AUSTRALIA

Si bien Australia se sorprendió después de la ronda de comentarios del GTe de que el GL54 propuesto exigió una modificación tan exhaustiva, ahora solo sugerimos que el borrador propuesto de las directrices se condense en el Apéndice 1.

Con respecto a los otros puntos para discusión planteados en el párrafo 21,

- ¿Deberían formar parte de las directrices los dos ejemplos sobre muestreo de aceptación?

Como estos ejemplos se relacionan principalmente con el muestreo de aceptación, pueden ser poco productivos y quizás mejor ubicados en las GL50, si no se los aborda en un apéndice de las GL50.

- ¿Debería la Figura 1 (anterior Figura 5) ser parte de las directrices?

Sí.

- Por lo tanto, podría ser razonable pensar en unas directrices que explicasen las diversas normas ISO, guías y publicaciones.

En este momento, finalizar un documento GL54 revisado para su consideración como reemplazo de la orientación existente debería ser la prioridad, tal como se ha propuesto en el trámite 3.

- Se debería considerar la posibilidad de que una versión adaptada del capítulo 4 de las GL59 se incluya en las GL54.

Debido a que el alcance del CCMAS en productos y en las concentraciones de disposiciones para el muestreo y el análisis es mucho más amplio que el CCPR, esta guía adicional debería ser detallada para cubrir este alcance y, por lo tanto, requiere un esfuerzo significativo para desarrollarse.

CANADÁ

A Canadá le complace presentar los siguientes comentarios en respuesta a la CL 2019/16-MAS.

Comentarios generales:

Canadá continúa apoyando la presentación de informes de la incertidumbre de la medición junto con los resultados analíticos. Existen varias maneras aceptables para calcular la incertidumbre de la medición. En función del enfoque elegido, la incertidumbre de la medición puede ser mayor o menor. En última instancia, es el país que considera la incertidumbre de la medición.

Comentarios específicos:

Resumen y conclusiones:

Párrafo 21 (Otros puntos para debatir):

Punto 1:

Se recomienda que los dos ejemplos de muestreo de aceptación no se incluyan en las directrices para evitar cualquier superposición con la guía para el desarrollo del plan de muestreo.

Punto 2:

Se recomienda que la Figura 1 **no** forme parte de las directrices, ya que se indica en varios lugares dentro de las mismas, y las autoridades nacionales deben determinar cómo usar la incertidumbre de la medición y su intervalo con respecto al muestreo de aceptación o la evaluación de la conformidad. Si esta figura está presente en el documento, puede producir confusión respecto de esa posición.

Apéndice I:

Introducción:

Párrafo 1, línea 3: Se sugiere eliminar el texto: ~~téngase en cuenta en la evaluación de la conformidad~~ y sustituirlo por **considérese**.

Párrafo 1, línea 7: Se sugiere reemplazar ~~prueba de cumplimiento normativo~~ con **pruebas analíticas**.

Párrafo 2, líneas 7 y 8: ~~Además, se requiere que las reglas de decisión aplicadas en la evaluación de la conformidad se basen en la incertidumbre de la medición y el muestreo~~

Nota de pie de página:

Se sugiere añadir y/o revisar las siguientes secciones:

La heterogeneidad entre las porciones de prueba **se compone de heterogeneidad de composición (HC) y heterogeneidad de distribución (HD). Ambos conducen a errores aleatorios cuando se selecciona una porción para la prueba, conocidos como Error de muestreo fundamental - también denominado Variabilidad fundamental - y Error de agrupación y segregación. La variabilidad fundamental es el resultado de la HC y es la variabilidad entre las porciones de prueba que permanece incluso bajo el mejor grado posible de reducción del tamaño de partícula.** La variabilidad fundamental tiene un efecto predominante sobre la variabilidad total cuando el «compuesto objetivo» se encuentra predominantemente en una fracción específica de las partículas (hay un número bajo de partículas con concentraciones relativamente altas del compuesto objetivo). **La variabilidad fundamental se puede controlar mediante la recopilación de una porción de prueba que tenga una masa suficiente. El error de agrupación y segregación proviene de la HD y es la distribución no aleatoria (espacial o temporal) del «compuesto objetivo» dentro del material del cual se selecciona una porción de prueba. El error de agrupación y segregación se puede controlar a través de la recopilación de un número suficiente de incrementos aleatorios para constituir una porción de prueba.**

Párrafo 24:

Se sugiere que se reemplace ~~tomar en consideración al decidir~~ con **«informado para permitir una decisión sobre...»**

Párrafo 26:

Se sugiere eliminar: ~~La influencia de la incertidumbre de la medición en la interpretación de los resultados se ilustra en el diagrama que figura a continuación. El diagrama muestra cómo se puede tener en cuenta la incertidumbre de la medición al interpretar el resultado analítico frente a un límite legal, lo que es consistente con la recomendación de que se elimine la Figura 1.~~

Figura 1:

Todo el texto relacionado con la Figura 1 debería eliminarse hasta el final de la Nota 3.

Párrafos 31 – 35:

Se sugiere eliminar la discusión sobre la incertidumbre de la medición en la sección de planes de muestreo y los ejemplos, para evitar cualquier superposición o confusión con la guía sobre los planes de muestreo que se está desarrollando.

Apéndice II:

Párrafo 5:

Con respecto a la definición sobre la preparación de la muestra, se sugiere la siguiente redacción: Congelación, **conminución (reducción del tamaño de partículas)**, homogeneización, etc.

ECUADOR

(i) Comentarios generales:

Ecuador agradece el trabajo realizado por el Grupo de trabajo por medios electrónicos y considera apoyar al documento, tomando en consideración los siguientes comentarios:

(ii) Observaciones específicas:

- Ecuador sugiere que en el párrafo 9, Consideraciones generales, se elimine lo siguiente: (...) atribuirse razonablemente a la cantidad medida ~~mientras~~. (error de traducción en la versión en español de “will lie”)

Justificación: A fin de tener una mayor comprensión al documento.
- En la sección de Consideraciones generales, párrafo 11, se modifique la traducción por lo siguiente:

Por esta razón, ~~el foco~~ **el enfoque** radica en la identificación y evaluación de los componentes principales de la incertidumbre de la medición.

Justificación: Con la finalidad de mejorar la comprensión del texto.
- El país considera que en el párrafo 12, de Componentes de incertidumbre, se cambie la traducción por lo siguiente:

Estas fuentes pueden no ser independientes, en cuyo caso las correlaciones respectivas deben tenerse en cuenta en el ~~presupuesto~~ **cálculo de la incertidumbre** (...).

Justificación: Tener una mayor comprensión al documento.
- El país sugiere que en el párrafo 16, se debería dar una explicación más clara de lo que se refiere la prueba de anillo.
- En el párrafo 20, el país solicita revisar la actualización de las normas mencionadas, ya que en el caso de ISO/IEC 17025, la versión vigente es del año 2017.
- Ecuador considera que los dos ejemplos para la inspección por variables (paquetes) e inspección por variables (en masa), formen parte de las directrices.

Justificación: Al mantener los ejemplos se tendrá una mejor claridad del documento, ya que caso contrario se tiene que remitir a la guía correspondiente.
- El país sugiere que debe mantenerse en el párrafo 28, la figura 1, como parte de las Directrices.
- En el párrafo 45, el país solicita reemplazar lo siguiente:

Así, por ejemplo, la incertidumbre de la preparación de la muestra se separa en las incertidumbres de los distintos pasos como el pesaje, ~~la homogeneización~~ **la homogenización**, el secado, la extracción, la dilución, etc., que deben combinarse.

Justificación: Mejorar la comprensión del documento.

EGIPTO

Egipto aprecia el trabajo realizado por el GTe y quiere presentar los siguientes **comentarios generales**:

- 1- Referencia a la ISO no. 19036/2006 «Microbiología de alimentos y piensos para animales. Pautas para la estimación de la incertidumbre de medición para determinaciones cuantitativas» en la cláusula de Literaturas en la página No. (22).
- 2- Referencia a la «suma de componentes» ya que las pautas mencionadas anteriormente se refieren solo a «método único».

JAMAICA

Comentarios generales:

- Jamaica recomienda que se excluyan de las directrices los dos ejemplos de muestreo de aceptación. Teniendo en cuenta el párrafo 6 en el contexto, la sección «El uso de la incertidumbre de la medición en los planes de muestreo» al comienzo del párrafo 29 debería eliminarse. Puede tener un mejor lugar en las Directrices generales sobre muestreo (CXG 50 - 2004), cuando a estas directrices les toque la revisión.
- No hay ninguna objeción a que la Figura 1 sea parte de las directrices.
- Jamaica apoya el desarrollo de directrices para explicar las diversas normas ISO, guías y publicaciones.
- Jamaica apoya la inclusión en el GL 54 de una sección de «Valores de orientación para incertidumbres aceptables» como en el capítulo 4 de GL 59, si está generalizada.

MARRUECOS

Comentarios específicos:**- Antecedentes:**

Punto 4: en el texto francés suprimir «de l'évaluation» (*no afecta el texto en inglés*)

Justificación: Se trata de una repetición

- Resumen de las modificaciones principales

Marruecos sugiere suprimir el último punto: «Los dos ejemplos restantes están sombreados en amarillo para indicar que se debe tomar una decisión sobre si deben incluirse en el borrador.»

Justificación: para evitar la sobrecarga del documento.

- Otros puntos para discusión

21. Los siguientes puntos podrían ser discutidos:

- ¿Deberían formar parte de las directrices los dos ejemplos sobre muestreo de aceptación?

Respuesta: Marruecos no está de acuerdo con que estos dos ejemplos de aceptación de las muestras sean incluidos en las Directrices.

Justificación: Estos ejemplos pueden sobrecargar el documento sobre las directrices revisadas, y dado que la incertidumbre de la medición relacionada con el muestreo será cubierta por el trabajo de la revisión de las Directrices generales sobre muestreo (GL50 - 2004), se prefiere no incluirlos en las Directrices.

- ¿Debería la Figura 1 (anterior Figura 5) ser parte de las directrices?

Respuesta: Marruecos está de acuerdo con que se incluya la Figura 1 en las Directrices.

Justificación: Esto facilitaría la toma de decisiones sobre el cumplimiento de una especificación particular teniendo en cuenta la incertidumbre de la medición.

- Durante la revisión del primer borrador, se hizo cada vez más obvio lo complejo que es el proceso de toma de decisiones. Además, el ISO 17025 confiere gran importancia al proceso de toma de decisiones. Requiere que las reglas de decisión aplicadas en la evaluación de la conformidad se basen en la incertidumbre de la medición y el muestreo. Por lo tanto, podría ser razonable pensar en unas directrices que explicasen las diversas normas ISO, las guías y publicaciones.

Respuesta: Marruecos apoya esta propuesta.

Justificación: La norma 17025 exige que las reglas para la toma de decisiones aplicadas en la evaluación de la declaración de conformidad se basen en la incertidumbre de la medición de la muestra y también del muestreo, por lo que se hizo obligatorio documentar la regla utilizada para la toma de decisiones, teniendo en cuenta los niveles de riesgo, de ahí la necesidad de una directriz que cumpla con los requisitos de la norma.

- Se debería considerar la posibilidad de que una versión adaptada del capítulo 4 de las GL 59 se incluya en GL 54.

Respuesta: Marruecos está a favor de incluir el capítulo 4 en GL 54.

Justificación: La evaluación de la incertidumbre de la medición se aplica a cualquier tipo de actividad en el laboratorio y para evitar cualquier solapamiento con las GL 59, tiene sentido incluirlo en GL 54.

APÉNDICE I PROYECTO DE REVISIÓN DE LAS DIRECTRICES SOBRE LA INCERTIDUMBRE EN LA MEDICIÓN (CXG 54 - 2004)**Introducción:**

Párrafo 1: Marruecos propone incluir la incertidumbre del muestro en estas directrices.

Justificación: De acuerdo con la norma 17025, la incertidumbre del muestreo es un requisito, de lo contrario, se la debería tratar como una actividad independiente en las Directrices generales sobre muestreo (GL 50).

NUEVA ZELANDIA

Hemos proporcionado comentarios sobre el alcance y la solidez de la última versión de la revisión de las Directrices (el borrador actual) en el «Comentario general». Hemos expuesto nuestra preocupación principal en «Comentarios específicos» y hemos incluido una respuesta a la Sección 21.

Contenido

1

5.8. 1-... Referencia a la ISO no. 19036/2006 «Microbiología de alimentos y piensos para animales. Pautas para la estimación de la incertidumbre de medición para determinaciones cuantitativas» en la cláusula de Literaturas en la página No. (22).	3
5.9. 2- Referencia a la «suma de componentes» ya que las pautas mencionadas anteriormente se refieren solo a «método único».....	3
6. - Resumen de las modificaciones principales	4
7. - Otros puntos para discusión.....	4
8. Comentario general.....	5
9. Comentarios específicos.....	6
9.8. Figura 1	6
Recomendaciones.....	6
9.9 Comentarios sobre la Sección 21 de la Introducción (página 3)	7

Comentario general

Nueva Zelanda reconoce el trabajo del GTe y el liderazgo de Alemania en la elaboración del borrador revisado de las Directrices sobre la incertidumbre en la medición.

Nueva Zelanda ha presentado varias contribuciones al GTe y desea agradecer a la delegación alemana por preparar la última versión de la revisión de las Directrices (el borrador actual) y por tomar en cuenta muchos de los comentarios de Nueva Zelanda. Sin embargo, a pesar de esta participación, Nueva Zelanda considera que **el alcance del borrador actual es demasiado amplio y no proporciona una orientación clara, concisa y correcta**. También tenemos una importante preocupación técnica que aún no se ha resuelto.

Con respecto al alcance, sería útil volver a lo básico y preguntar: ¿Qué necesita el Codex en términos de incertidumbre de la medición? Creemos que las directrices del Codex sobre la incertidumbre de la medición deberían cumplir los requisitos establecidos en la norma ISO 17025:

- Los aportes a la incertidumbre de la medición
- La manera en la que se puede evaluar la incertidumbre de la medición
- La manera en la que se puede reportar la incertidumbre de la medición

También creemos que el borrador actual debe proporcionar una orientación, o una referencia a la orientación sobre cómo deben interpretar los usuarios la incertidumbre de la medición en los informes de las pruebas analíticas, y en particular, cómo se relacionan los resultados de las pruebas con los valores reales que representan dichos resultados, y sobre el papel de la incertidumbre de la medición en el uso de los resultados de las pruebas. También se deben tener en cuenta las limitaciones en el uso de la incertidumbre de la medición.

Este es un alcance más reducido que el que se cubre en el borrador actual. Creemos que no se necesita una orientación sobre el uso de la incertidumbre de la medición en la inspección de muestreo, porque el CXG 50 revisado explicará el Error de medición y la manera en que se lo utiliza en la inspección de muestreo. En el GL50 revisado también se proporcionará una orientación sobre el uso de la incertidumbre de la medición en la evaluación de la conformidad.

En lo que respecta a la solidez del borrador actual, **la preocupación técnica principal de Nueva Zelanda se relaciona con la Figura 1**. Véanse los comentarios específicos a continuación. Tenemos otros puntos para considerar en el trabajo que está en curso sobre las directrices.

Hemos entregado cuatro respuestas técnicas diferentes al GTe, además de varios correos electrónicos y una teleconferencia. Nuestros colegas alemanes han sido muy receptivos y ciertamente consideraron nuestra aportación; hemos visto que se refirieron a lo complejo que es el proceso de toma de decisiones para este trabajo.

Comentarios específicos

FIGURA 1 (página 10)

Nueva Zelanda tiene la impresión de que el texto ha mejorado considerablemente. Sin embargo, se mantiene nuestra preocupación técnica principal sobre la Figura 1 y los comentarios asociados, porque pueden tomarse fácilmente como un procedimiento de evaluación de la conformidad aprobado.

Nos complace ver que la primera Nota [Sección 28, página 10] ahora dice que «El intervalo de la incertidumbre de la medición utilizado en la Figura 1 y su comparación con el nivel máximo no está diseñado para su uso en el muestreo de aceptación o para la evaluación de la conformidad». Sin embargo, la Figura 1 todavía puede ser mal entendida y mal utilizada debido a la forma en que se redactan otros textos. Por ejemplo:

- La sección 7 de la introducción informa que el comité acordó que el CXG 54 revisado debería contener información sobre el uso de la incertidumbre de la medición y esto se repite en la sección 13 «ilustrar el uso de la incertidumbre de la medición», por lo que existe la expectativa de que las directrices contendrían un procedimiento para su uso.
- La Figura 1 se presenta junto con métodos internacionalmente aceptados para la evaluación de la conformidad en los párrafos 28 y 29, lo que implica que la Figura 1 también representa un procedimiento válido.
- La Figura 1 y el comentario asociado que describe cómo se debe «interpretar» los resultados han sido tomados del CXG 59, y la tercera Nota (sección 28, página 9) se refiere al CXG 59 para una discusión más detallada sobre la interpretación. Sin embargo, se han omitido o variado en el CXG 59 ciertas limitaciones y explicaciones importantes. No es adecuado ni apropiado usar la Figura 1 como una ilustración general de la influencia de la incertidumbre de la medición en la interpretación de los resultados, tal como lo establece el párrafo 26.
- El término «interpretado» podría entenderse como la decisión de que se debería aceptar o rechazar una o más muestras analizadas y, como consecuencia, el lote del cual se toman esas muestras; particularmente si se lee junto con la tercera nota, que se refiere a «un resultado de prueba que es conforme» y a la «aceptación de envíos comerciales».
- El título de la sección y los párrafos 23 a 25 se refieren a la evaluación de la conformidad, describen el propósito de la evaluación de la conformidad y proporcionan orientación sobre cómo se debe aplicar el requisito de la norma ISO 17025 con respecto a la evaluación de la conformidad (establecido en el párrafo 2).

En resumen, el procedimiento de evaluación sugerido por la Figura 1 no representa una práctica estadística convencional y no se puede utilizar como un procedimiento de evaluación de conformidad válido o en el contexto más amplio de la inspección de muestreo.

La evaluación de la conformidad difiere de la inspección de muestreo, y esta diferencia tan importante parece ser la fuente de confusión en la forma en que los resultados de las pruebas se utilizan en la práctica. El uso de la evaluación de la conformidad para la inspección de muestreo es, en general, injusta y por tanto está en contradicción con el Manual de Procedimiento del Codex «*Los métodos de muestreo del Codex tienen la finalidad de garantizar el uso de procedimientos de muestreo justos y válidos cuando se analicen alimentos para comprobar si se ajustan o no a una determinada norma del Codex sobre productos*». Al final de cuentas el CXG 50 revisado proporcionará orientación sobre ambos.

Recomendaciones

Nos gustaría ver:

Bien este texto:

- Se elimina la Figura 1 y el comentario asociado y se los reemplaza por un diagrama que ilustra correctamente cómo se relacionan los resultados de las pruebas con los valores verdaderos correspondientes a través de la incertidumbre de la medición, por ejemplo, en la Figura 8 del JCGM 106 (referencia [5]) (véase la respuesta a continuación en la sección 21); y
- La inclusión de un texto nuevo a efectos:
 - a. de que la información sobre la incertidumbre de la medición que suministran los informes de prueba se deberían utilizar junto con un procedimiento de evaluación de conformidad reconocido; y
 - b. La evaluación de la conformidad no es adecuada para su uso en el muestreo de aceptación.

O bien este:

- Si se conserva la Figura 1, la primera Nota [Sección 28, página 10] debe enfatizarse para que diga: «El intervalo de la incertidumbre de la medición utilizado en la Figura 1 y su comparación con el nivel máximo **no representan la práctica estadística convencional y no pueden utilizarse como un procedimiento de evaluación de conformidad válido;** y
- Se eliminan las interpretaciones en la parte inferior de la Figura 1; e

Independientemente de la decisión respecto de la Figura 1, recomendamos que los detalles de los procedimientos de evaluación de la conformidad que figuran en las Secciones 27 y 28 se combinen en una sola sección ubicada inmediatamente después de la nota de advertencia, con el título de «Procedimientos para la evaluación de la conformidad».

Creemos además, que dado que éste no es un procedimiento válido ni para la evaluación de la conformidad ni para la aceptación de muestras, gran parte de la exposición - por ejemplo los dos últimos párrafos de la sección 28 (es decir, la segunda y tercera Notas), y las secciones 30 a 33 - no son necesarias y deberían eliminarse.

COMENTARIOS SOBRE LA SECCIÓN 21 DE LA INTRODUCCIÓN (PÁGINA 3)

En respuesta a los puntos que figuran en la Sección 21, Nueva Zelandia cree lo siguiente:

Punto 1

Los dos ejemplos relacionados con el muestreo de aceptación no deberían incluirse en las CXG 54 revisadas. No son útiles dado que la incertidumbre de la medición no se utiliza de esta manera en el muestreo de aceptación.

Punto 2

La Figura 1 debería reemplazarse por la Figura 8 de la JCGM 106 (referencia [5]). Este diagrama ofrece una ilustración mucho mejor del efecto de la incertidumbre de la medición, ya que muestra diferentes argumentos para los valores verdaderos y medidos.

Punto 3

Ya existen normas ISO y otras normas, así como artículos publicados que contienen procedimientos válidos para la evaluación de la conformidad. Tres de éstos se mencionan en el documento actual. Si el alcance del CXG revisado se basa en las contribuciones a la incertidumbre de la medición, así como en la evaluación y el informe de la misma, junto con algunas directrices de cómo interpretan los usuarios la incertidumbre de la medición en los informes de pruebas analíticas, y en particular cómo se relacionan los resultados de las pruebas con los valores reales que los representan, y si se basa además en el papel de la incertidumbre de la medición en el uso de los resultados de las pruebas, entonces no se necesitará unas directrices separadas y no relacionadas que expliquen las normas ISO.

Punto 4

Tal como se establece en la Sección 9, Antecedentes, el CCMAS ha acordado «evitar cualquier tipo de solapamiento con el CXG 59-2006». Nueva Zelandia apoya esta decisión y, por lo tanto, no apoya la inclusión propuesta de una sección adaptada de las GL 59.

NORUEGA

Noruega desea agradecer a Alemania por su esfuerzo continuo para mejorar el área de la incertidumbre de la medición en el Codex y por emprender el extenso trabajo de una revisión completa del primer borrador de unas nuevas CXG 54.

(i) Comentarios generales

Observaciones sobre el párrafo 21, página 3: Otros puntos para debatir:

- ¿Deberían formar parte de las directrices los dos ejemplos sobre muestreo de aceptación?

Respuesta: Los dos ejemplos sobre muestreo de aceptación dan ejemplos importantes sobre las implicaciones de la incertidumbre de la medición no despreciable, tanto en el tamaño de la muestra como en la incertidumbre de la medición del método analítico, y deben incluirse, pero en forma simplificada si es posible.

- ¿Debería la Figura 1 (anterior Figura 5) ser parte de las directrices?

Respuesta: Apoyamos que la Figura 1 sea parte de las directrices generales sobre la incertidumbre de la medición, ya que ilustra las diferentes situaciones al comparar una medición con una especificación, y porque esta figura también se incluye en CXG 59 más específico, relativo a los plaguicidas.

- Durante la revisión del primer proyecto, se hizo cada vez más obvio lo complejo que es el proceso de toma de decisiones. Además, ISO 17025 confiere gran importancia al proceso de toma de decisiones. Requiere que las reglas de decisión aplicadas en la evaluación de la conformidad se basen en la incertidumbre de la medición y el muestreo. Por lo tanto, podría ser razonable pensar en unas directrices que explicasen las diversas normas ISO, las guías y publicaciones.

Respuesta: Dado que tanto las CXG 50 como las CXG 54 están en proceso de revisión, sería útil elaborar un documento para conectar estas dos directrices relacionadas pero a la vez separadas.

- Se debería considerar la posibilidad de que una versión adaptada del capítulo 4 de las GL 59 se incluya en las GL 54.

Respuesta: Apoyamos la inclusión de una versión adaptada de las CXG 59, capítulo 4 en CXG 54. El capítulo 7 de las notas explicativas del CXG 54 actual también debería incluirse, ya que la ecuación de Horwitz y HorRat tienen funciones importantes en el Codex y en el Manual de procedimiento del Codex. El modelo general para la precisión de un método descrito por la ecuación de Horwitz se aplica específicamente en la evaluación de la aceptabilidad de las características de precisión de un método estándar de análisis, y también es utilizado por el CCMAS y otros comités del Codex tanto en la evaluación de futuros métodos del Codex como para la elaboración de criterios del método del Codex.

- La repetibilidad se utiliza muchas veces a lo largo del documento. El término de «repetibilidad» debe reemplazarse por el término más general de «precisión» para no excluir la precisión intermedia o la reproducibilidad.

Justificación: La repetibilidad (definición de VIM: *precisión de la medición en un conjunto de condiciones de repetibilidad de medición*) es un tipo específico de precisión (definición de VIM: *concordancia entre las indicaciones o los valores de cantidad medidos que se obtienen de mediciones repetidas en objetos iguales o similares en condiciones específicas*). Por lo tanto, creemos que el término específico de «repetibilidad» debería reemplazarse con el término más general de «precisión» en todo el documento para no excluir la precisión intermedia (definición de VIM: *precisión de la medición en un conjunto de condiciones de medición de precisión intermedia*) y la reproducibilidad (definición de VIM: *precisión de la medición en condiciones de reproducibilidad de la medición*).

- En lo concerniente a referencias en la literatura: Las referencias deben actualizarse en el documento ya que las referencias 2, 6, 7, 8, 10, 11, 16, 17 y 19 faltan en el texto, la referencia 1 aparece en la lista por primera vez en el párrafo 20, la referencia 9 se lista por primera vez en el párrafo 30 y la referencia 18 se lista por primera vez en el párrafo 34. Procedimiento NIMKL No. 5, 2ª edición (2003): La «Estimación y expresión de la incertidumbre de la medición en el análisis químico» también se debería agregar a la lista actualizada de referencias (véase el comentario específico a continuación).

(ii) Observaciones específicas

Se sugiere subrayar la importancia fundamental de la incertidumbre de la medición para garantizar que las mediciones analíticas sean metrologicamente trazables, para lo cual se recomienda insertar la siguiente oración en el párrafo 1 en la página 5.

Todos los resultados de medición tienen una incertidumbre asociada; la no estimación de la incertidumbre de la medición no significa que no haya incertidumbre. **La estimación de la incertidumbre de la medición es un requisito para realizar un resultado analítico de medición metrologicamente trazable.** En consecuencia, la incertidumbre de la medición es de suma importancia en las pruebas de cumplimiento normativo y posterior toma de decisiones. Cabe señalar que en estas directrices no se incluye la incertidumbre de muestreo.

Justificación: La definición de VIM de la trazabilidad metrologica es: «*propiedad de un resultado de medición por el cual el resultado puede relacionarse con una referencia a través de una cadena de calibraciones ininterrumpida y documentada, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de la medición*». Por lo tanto, la incertidumbre de la medición del resultado de la medición analítica, junto con la relación ininterrumpida del resultado de la medición analítica con una referencia, comprenden la trazabilidad metrologica del resultado de la medición analítica. Reconociendo el doble mandato del Codex Alimentarius, la trazabilidad metrologica es fundamental para las mediciones analíticas, al igual que la trazabilidad en general es muy importante para facilitar el comercio internacional y un aspecto indispensable de la transparencia.

Se propone agregar las referencias a las definiciones que no las tienen en el párrafo 8 de la página 6 como se especifica a continuación:

muestra de laboratorio

muestra preparada (del lote) para enviar al laboratorio y destinada para inspección o prueba
[FUENTE: ISO 6498:2012]

muestra de prueba

submuestra o muestra preparada a partir de la muestra de laboratorio, de la cual se tomarán las porciones para las pruebas [FUENTE: ISO 6498:2012]

lote

cantidad definida de algún producto, material o servicio, reunida [FUENTE: ISO 2859-1:2014]

muestra

conjunto de uno o más artículos tomados de un lote con la intención de proporcionar información sobre el lote [FUENTE: ISO 2859-1:2014]

ítem

aquello que puede ser descrito y considerado individualmente [FUENTE: ISO 2859-1:2014]

tamaño de la muestra

número de ítems en la muestra [FUENTE: ISO 2859-1:2014]

incremento de muestreo

cantidad de material a granel tomado en una acción por un dispositivo de muestreo [FUENTE: ISO 10725:2000]

Justificación: El origen de las definiciones debe quedar claro para el usuario.

Se sugiere la siguiente aclaración a la oración cuatro en el párrafo 9 de la página 7.

La incertidumbre de la medición se expresa como un intervalo dentro del cual los valores que pueden atribuirse razonablemente a la cantidad medida mienten **con una probabilidad de cobertura manifiesta**.

Justificación: La expresión de incertidumbre de la medición siempre debe ir acompañada de su probabilidad de cobertura manifiesta para permitir su correcta interpretación.

Se propone la siguiente modificación de la frase que figura debajo del párrafo 10 en la página 7:

Deben identificarse y cuantificarse los componentes individuales de la incertidumbre de la medición, **como la precisión y el sesgo, deben**, especialmente la repetibilidad y el sesgo.

Justificación: El uso de componentes individuales es ambiguo en la oración original y puede interpretarse de varias maneras. La oración revisada aclara que lo que se entiende por componentes individuales son los errores aleatorios (precisión) y los errores sistemáticos (sesgo). Se ha sustituido el término de repetibilidad con el de precisión para lograr que la oración sea más general y que cubra diferentes niveles de precisión en lugar de solo la repetibilidad (véase también el comentario general sobre repetibilidad).

Se sugiere el siguiente cambio en el párrafo 13, página 7:

Hay muchos procedimientos disponibles para estimar la incertidumbre de un resultado de medición, especialmente aquellos descritos en ISO [13], NMKL [xx] y EURACHEM [12].

Donde NMKL [xx] debe aparecer con el número de referencia apropiado en la lista actualizada de referencias como:

NMKL [xx] Procedimiento No. 5, 2ª edición (2003): «Estimación y expresión de la incertidumbre de la medición en el análisis químico»

Justificación: El Procedimiento N° 5 de NMKL se referencia en el CXG 54 actual y debe mantenerse en las nuevas directrices, ya que tanto EURACHEM como GUM se transfieren del CXG 54 anterior al CXG 54 nuevo.

Se propone eliminar el párrafo 15 en la página 8, excepto la primera frase que debería trasladarse al párrafo 16 actual (véase la siguiente propuesta a continuación).

Justificación: Tanto los enfoques de arriba hacia abajo como los de abajo hacia arriba tienen ventajas y desventajas, por lo que proponemos eliminar el párrafo 15, ya que deja una impresión muy sesgada con respecto a la confiabilidad de usar diferentes enfoques. Alternativamente, las características relacionadas con el uso de un enfoque de abajo hacia arriba también deben indicarse claramente en un nuevo párrafo.

Se propone trasladar la primera frase del párrafo 15 al párrafo 16 después de la eliminación del párrafo 15.

16. Estos procedimientos no son equivalentes y pueden producir diferentes estimaciones de la incertidumbre de la medición. Además del hecho de que estos procedimientos pueden variar con respecto a los efectos de influencia incluidos, también suele haber **diferencias considerables sobre cómo y qué errores aleatorios están recogidos en** ~~una variación considerable debido a la variabilidad aleatoria de~~ las cifras de desviación estándar (reproducibilidad interna, reproducibilidad, repetibilidad). Por lo tanto, se debe proporcionar tanto el enfoque elegido para estimar la incertidumbre de la medición (validación interna, prueba de anillo, de abajo hacia arriba, etc.) como el nivel estimado de confianza de la incertidumbre de la medición.

Justificación: Se recomienda incluir la frase del párrafo 15 eliminado para conservar la aclaración de que la estimación de la incertidumbre de la medición depende de la información utilizada para calcular la incertidumbre de la medición. Se recomienda eliminar «la variación debida a la variabilidad aleatoria de» y especificar que existen diferencias en cuanto a cómo y qué errores aleatorios se incluyen en las desviaciones estándar.

PERÚ

Observaciones generales

Perú agradece el trabajo realizado por Alemania en la revisión de las CXG 54-2004 Directrices sobre la incertidumbre en la medición.

La Directrices son una ayuda para el cálculo de incertidumbre del muestreo, tema que se viene destacado en la nueva edición de la ISO/IEC 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

Observaciones específicas

Perú no tiene observaciones específicas a la CL 2019/16-MAS Solicitud de comentarios en el trámite 3 sobre la revisión de las Directrices sobre la incertidumbre en la medición (CXG 54-2004).

BIPM

El documento CX/MAS 19/40/6 tiene un aspecto ligeramente diferente a la última versión que yo había visto en el GTe correspondiente.

No obstante, como observador del CCMAS quisiera llamar la atención a dos problemas específicos importantes.

- 1) La fórmula presentada en la página 22, punto 41 no es correcta. Los coeficientes de sensibilidad deberían elevarse al cuadrado. La fórmula correcta es como sigue.

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N [c_i u(x_i)]^2} \equiv \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)}$$

donde $c_i \equiv \frac{\partial f}{\partial x_i}$ y $u_i(y) \equiv |c_i| u(x_i)$

- 2) Las referencias listadas en las páginas 24 y 25 no están numeradas y no han sido asignadas en el texto como las demás referencias que figuran en el resto del documento.