

## TRAZABILIDAD METROLÓGICA DE LOS RESULTADOS ANALÍTICOS

*Para que los resultados sean comparables necesitamos trazabilidad*

En este díptico nos gustaría mostrar a los laboratorios analíticos lo que es la trazabilidad y como un laboratorio puede demostrar la trazabilidad de sus resultados utilizando un ejemplo de una determinación de mercurio.



### Sobre trazabilidad en el s.XIX

Una vez una granjera compró un kilo de harina en una tienda local. Al día siguiente ella regresó para venderle un kilo de mantequilla al propietario de la tienda. Él entonces se quejó de que 50 gramos se perdieran.

— *Oh es extraño, dijo la granjera, para conseguir el peso correcto yo usé el kilo de harina que usted me vendió ayer para pesar la mantequilla !*

### Trazabilidad hoy

Trazabilidad es la habilidad para trazar (ej.: los antecesores de una persona o el origen de un producto). La palabra puede ser trazada al latín tractus =tirado o al verbo trahere=tirar.

La trazabilidad puede referirse a la documentación, esto es, el procedimiento de muestreo, laboratorio, analista, método, etc. pero en la ISO/IEC 17025 estamos tratando con la trazabilidad de los resultados de medida. Esto es, que los resultados de medida tienen que ser trazables a las referencias metrológicas<sup>1</sup> utilizadas. Concretamente nosotros usamos aquí el término **trazabilidad metrológica**. La definición actual del VIM<sup>2</sup> de **trazabilidad metrológica** es:

*la propiedad del resultado de una medida por el cual el resultado puede relacionarse a*

- *Una referencia a través de una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida<sup>2</sup>*

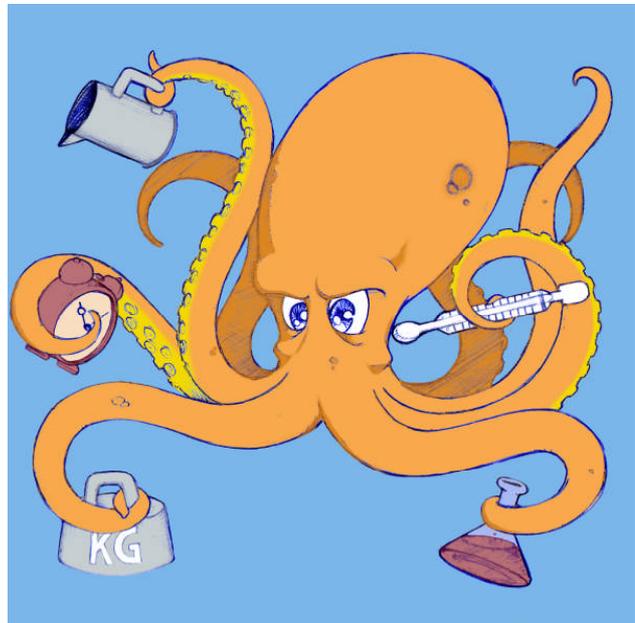
<sup>1</sup> Metrología es la ciencia de la medida y su aplicación

<sup>2</sup> Vocabulario internacional de metrología – Conceptos generales y básicos y términos asociados (VIM), JCGM 200:2012 3ª Edición

### Las referencias

Idealmente las referencias deberían ser valores de patrones nacionales e internacionales expresados en unidades del SI. La trazabilidad se alcanza a través de cadenas de calibraciones. Para temperatura y muchas otras magnitudes físicas, por ejemplo masa y tiempo, la trazabilidad está relativamente fácil establecida.

Además, en química los patrones de trabajo son sustancias con pureza definida, soluciones de sustancias puras y matrices de materiales de referencia.



*Un analista que no conoce la trazabilidad de su resultado para volumen, tiempo, masa, solución de calibración y temperatura.*

### Ejemplo de trazabilidad al SI - Temperatura

La temperatura de una muestra puede trazarse a través de una cadena de calibraciones a la referencia, un valor SI de temperatura a 0°C.



## Ejemplo – Mercurio en atún

Un resultado de medida (fracción de masa) de mercurio en una muestra de atún es  $4.03 \pm 0.11 \text{ mg/kg}$ . El resultado se informa como mercurio total sobre base seca ( $105^\circ\text{C}$ , 12h determinado sobre una porción separada de muestra) y la incertidumbre de medida se informa con un 95% para un nivel de confianza ( $k=2$ ).

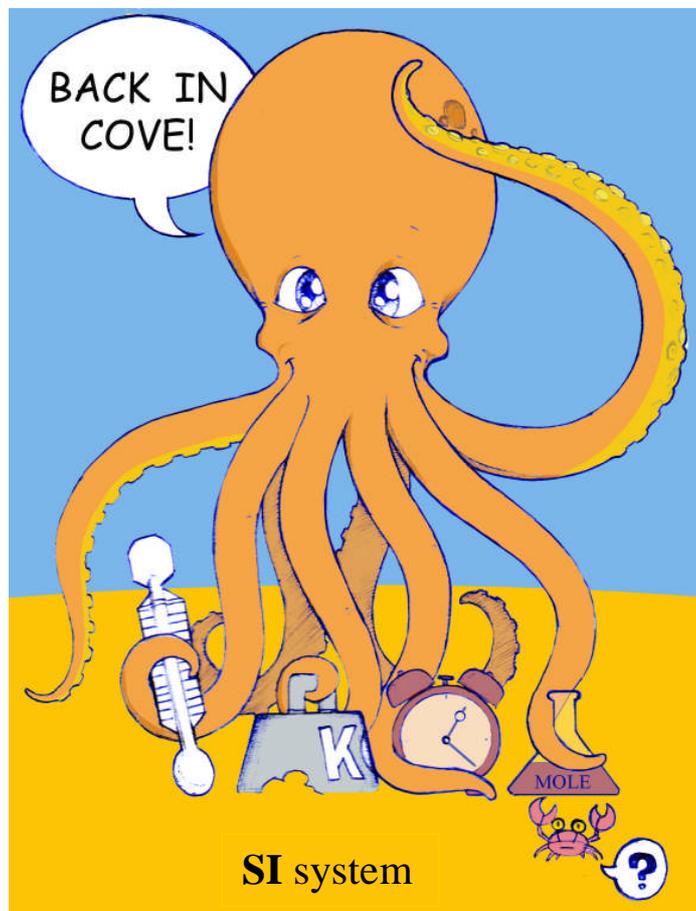
*En este caso, el mercurio se determinó con un analizador de mercurio (espectrometría de absorción atómica de vapor frío) después de una digestión por microondas.*

*Las muestras se pesan en una balanza con certificado de calibración relacionado el peso medido a la unidad del SI: kilogramo.*

*La digestión ácida se diluye en un matraz volumétrico dónde el fabricante suministra la trazabilidad del volumen del matraz a un patrón nacional.*

*La curva de calibración se hizo usando un MRC (Material de Referencia Certificado), un patrón de mercurio con un certificado que declara un valor de la magnitud de  $0.998 \pm 0.005 \text{ mg/kg}$  ( $k=2$ ) y con trazabilidad a mercurio puro.*

*El método se valida usando una matriz adecuada, MRC con una concentración total de mercurio de  $1.97 \pm 0.04 \text{ mg/kg}$  ( $k=2$ ). Esta validación es una comprobación del resultado del método.*



*Un analista que conoce la trazabilidad de su resultado para volumen, tiempo, masa, solución de calibración y temperatura.*

Ilustraciones de Douglas Hasbun

## Trazabilidad mostrada por el laboratorio

Las evidencias requeridas por el laboratorio para demostrar trazabilidad para el resultado de mercurio se muestran a continuación:

1. Concentración de la solución de mercurio – un certificado de la solución MRC
2. Masa de la muestra – certificado de calibración de la balanza
3. Volumen del matraz volumétrico – certificado de calibración del fabricante
4. Temperatura de secado – calibración del horno
5. Condiciones de digestión – comprobación de acuerdo a especificaciones
6. Tiempo de secado – reloj o cronómetro

*El Punto 1 necesitaría una atención especial para asegurar la calidad y la trazabilidad del patrón de calibración. La trazabilidad de los puntos 2,3 y 6 es fácilmente alcanzada con incertidumbre adecuada usando equipos comerciales. Los Puntos 4 y 5 necesitan atención especial por el laboratorio*

El uso de la matriz MRC en la validación del método es vital pero no parte de la trazabilidad, dado que no se usa para la calibración. Si este MRC se usa para la corrección en recuperación, debería ser parte de la trazabilidad. Sin embargo, la incertidumbre asociada a esta matriz MRC puede tener que estar incluida en el balance de incertidumbre

### Validación – Trazabilidad Incertidumbre de medida – Control de calidad

- La **validación** del método demuestra que el método (conjunto de condiciones) usado en este laboratorio en un cierto tiempo fue adecuado y todos los efectos significativos fueron identificados.
- La calibración del equipamiento crítico completa las cadenas de **trazabilidad** metrológica.
- La **incertidumbre de medida** se estima de la validación del método y la trazabilidad.
- El **control de calidad** (interno y externo) asegura que los resultados de la medidas (incluyendo la incertidumbre) son de la misma calidad como el tiempo de validación.

### Conclusión

La **trazabilidad del resultado de una medida** se refiere a la **trazabilidad metrológica** según se define en el VIM. Relaciona el resultado a unidades SI y otros patrones/referencias acordadas.

La trazabilidad es esencial para la comparabilidad de los resultados analíticos. Es un requisito de UNE-EN ISO/IEC 17025:2005.

La trazabilidad se alcanza fácilmente siguiendo buena práctica de laboratorio.

### Otras lecturas

Eurachem/CITA Guía sobre trazabilidad. [www.eurachem.com](http://www.eurachem.com)  
Guía VAM – Reuniendo los requisitos de trazabilidad de ISO 17025 (3ª Edición). [www.vam.org.uk](http://www.vam.org.uk)

Traducción al español: Eurachem España