

# TRAZABILIDAD

## 1. OBJETIVO

Trazar medidas físicas y químicas a patrones primarios a través de resultados experimentales y esquematizarla mediante cartas de trazabilidad.

## 2. ANTECEDENTES

La *trazabilidad metrológica* es la propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón, por la cual este resultado o valor puede ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones, teniendo todas ellas incertidumbres determinadas. La trazabilidad es a un patrón no a la institución que tiene el patrón, es importante mencionar quién alberga ese patrón pero la importancia de la trazabilidad es que permite comparar los resultados y asegurar consistencia. De lo anterior podemos desglosar los componentes de la trazabilidad: cadena ininterrumpida de comparaciones, incertidumbre, certificados de materiales de referencia, informes de calibraciones, referencia a unidades que se encuentran en el sistema internacional de unidades. Para cumplir con estos componentes, todo proceso de medir por lo menos debe tener claro las especificaciones del mensurando e incertidumbre, escoger un método conveniente para estimar el valor del mensurando, demostrar a través de la validación que los cálculos y las condiciones de medida incluyendo las condiciones de influencia afectan o no al resultado de medir, identificar la importancia relativa de cada cantidad de influencia, escoger y aplicar apropiados patrones de referencia, estimar la incertidumbre.

Por otra parte, una *cadena de trazabilidad* es la sucesión de sistemas de medición, con sus procedimientos y patrones de medición asociados, que relaciona el resultado de una medición con la referencia metrológica establecida. Cabe subrayar que en la cadena de trazabilidad los sistemas de medición alternan con los métodos de medición, detallados en los procedimientos respectivos. Mientras que una *carta de trazabilidad* de un resultado de medición específico o del valor de un patrón es un diagrama que muestra los elementos que constituyen la cadena de trazabilidad respectiva, es decir, los sistemas de medición o los patrones y los métodos, las incertidumbres de cada calibración o medición, y la referencia al documento o procedimiento que soporta cada calibración o medición. En caso de que el valor resultante

de una medición se derive de la medición de varias magnitudes, indica las cadenas relativas a cada una de esas magnitudes.

## 2.1 Elementos de una carta de trazabilidad

Como una representación gráfica de la cadena de trazabilidad, la carta de trazabilidad muestra esquemáticamente todas las calibraciones y mediciones necesarias para relacionar las referencias determinadas con el resultado de la medición o el valor del patrón (Fig. 1).

- La sucesión de patrones, que alternan con los respectivos métodos o procedimiento de medición, se ordenan en forma vertical.
- En la parte superior se sitúa el patrón del cual se obtiene la trazabilidad, indicado por un rectángulo con doble línea.
- Debajo se presenta el método o procedimiento de calibración o medición mediante el cual se establece el valor del siguiente patrón, cuya información a su vez se sitúa debajo a continuación, y así sucesivamente se sitúan alternadamente los patrones y los métodos o procedimientos hasta llegar al valor del mensurando de interés y objeto de la carta de trazabilidad.
- Cada patrón y cada método (o procedimiento) consecutivo en la carta de trazabilidad se unen mediante una flecha en el sentido de la diseminación del valor del patrón del cual se obtiene la trazabilidad, con el fin de indicar la cadena ininterrumpida de comparaciones.
- Al lado de la flecha que incide sobre un patrón, se indica la identificación del certificado o informe de calibración o medición que soporta la trazabilidad de dicho patrón.
- Si el método (o procedimiento) que se aplica para determinar el valor de un patrón sólo requiere una referencia breve, los dos patrones consecutivos se unen por una flecha y a un lado de ésta se anota la referencia al método o procedimiento.
- Adicionalmente, se indica la identificación del certificado o informe que soporta el valor del patrón.
- Cuando se cuenta con información sobre la trazabilidad provista por un organismo externo al laboratorio emisor de la carta - puede ser un laboratorio distinto al que emite la carta de trazabilidad, pero que es parte del mismo organismo, se traza una línea horizontal punteada que separa los elementos de la cadena de trazabilidad que son responsabilidad del laboratorio emisor de la carta de aquellos que son responsabilidad externa a tal laboratorio. Las zonas delimitadas por

la línea horizontal se identifican con las leyendas *Trazabilidad Externa* y *Trazabilidad Interna*, según corresponda.

- Al pie del diagrama debe ir una NOTA en la que se especifique el nivel de confianza de los valores declarados de las incertidumbres de medición.
- En magnitudes cuyas unidades son derivadas se consideran necesariamente todas las magnitudes involucradas como origen de la trazabilidad. Con el fin de mantener la claridad de una carta, pueden elaborarse por separado las cartas de trazabilidad de otras magnitudes, y sólo hacer referencia a ellas (Fig. 2).

## 2.2 Trazabilidad en medidas físicas

La trazabilidad de medidas físicas es a patrones de referencia del Sistema Internacional de Unidades (SI), todas las medidas sean básicas o derivadas deben estar trazadas a patrones de las 7 unidades básicas del SI. Por ejemplo, si medimos la cantidad de masa, una magnitud básica, de una sustancia en una balanza, esta medida está trazada al patrón internacional de masa que es un cilindro de platino e iridio (Figura 1). Sin embargo, en magnitudes cuyas unidades son derivadas se consideran necesariamente todas las magnitudes involucradas como origen de la trazabilidad (Figura 2). Por ejemplo, si medimos la velocidad de un cuerpo, que es una magnitud derivada, a través de medir la distancia que recorre, que es una magnitud básica, y el tiempo que tarda en recorrer esa distancia, la cual también es una magnitud básica, entonces la velocidad estará trazada a los patrones internacionales de longitud y tiempo. A veces puede ser complicado, por ejemplo algo tan trivial y sencillo como la densidad de una sustancia, esta magnitud debe trazarse a una magnitud básica, la masa y a una derivada, el volumen. El volumen es una magnitud derivada porque parte de definirla de la unidad básica longitud. Volumen es la longitud del objeto al cubo. Para facilitar el seguimiento de la trazabilidad de las medidas se usan las cartas de trazabilidad.

## 2.3 Trazabilidad en medidas químicas

En las mediciones químicas la aplicación del concepto de trazabilidad se ha realizado de manera muy limitada. Por lo que su comprensión, aplicación práctica e identificación a través de una cadena ininterrumpida de comparaciones hasta la magnitud base correspondiente del SI que es el mol, se ha vuelto una tarea difícil de realizar.

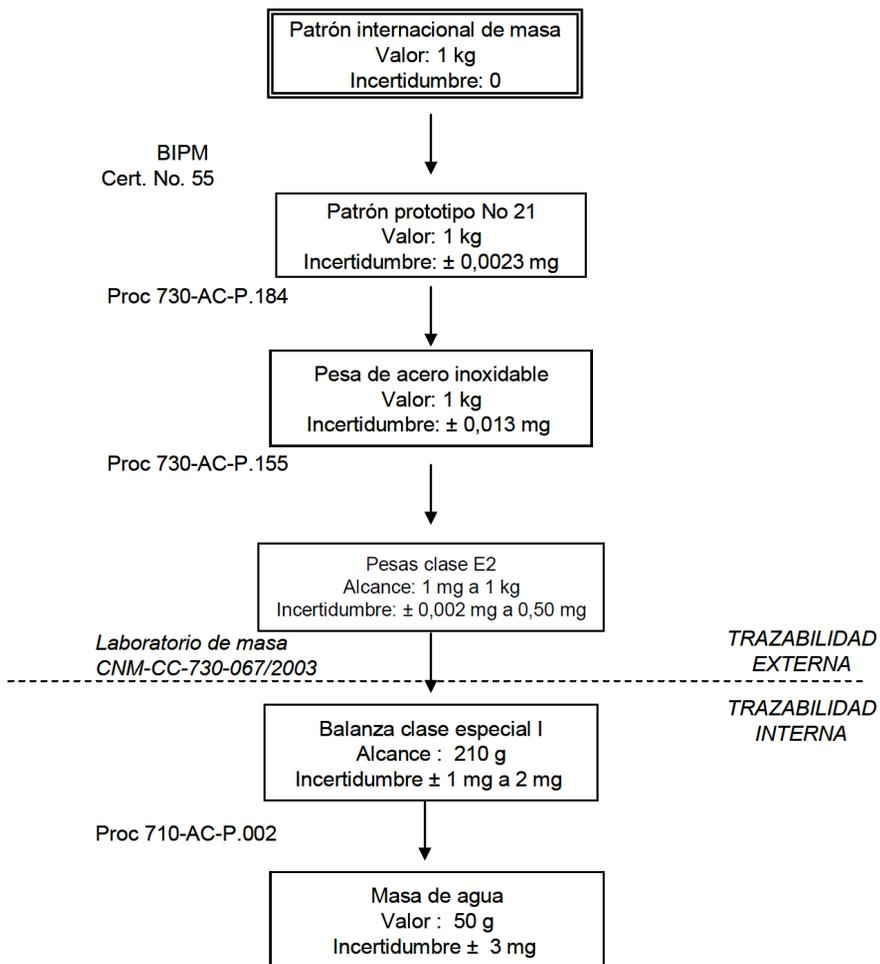
Así entonces, la trazabilidad en las mediciones químicas es hacia la unidad de cantidad de sustancia. Por la diversidad de matrices y sus interacciones con el analito a medir, la trazabilidad de mediciones químicas es a valores de referencia que son trazados a magnitudes básicas del SI a través de lo que se denomina método prima-

rio. Un método primario de acuerdo al VIM, es un procedimiento de medida de referencia utilizado para obtener un resultado de medida, independientemente de cualquier patrón de medida de una magnitud de la misma naturaleza. El CCQM (Comité Consultivo para la Cantidad de Sustancia) en Metrología en Química se utiliza el término "método primario de medida" para este concepto. Existe mucha discrepancia en definir cuáles son los métodos primarios aceptados, como tales, los que comúnmente se aceptan son: gravimetría, titulometría, temperaturas de fusión, propiedades fisicoquímicas como el uso de la calorimetría diferencial de barrido, coulombimetría, o a través de un consenso por pruebas interlaboratorio.

Normalmente una medida química se hace con un material de referencia (MR), este material de referencia para que sea trazado requiere estar comparado con un material de referencia certificado (MRC) y el valor del MRC está dado por un método primario. La trazabilidad en medidas químicas es complicada porque es necesario considerar todos los pasos necesarios para obtener el mensurando definido. La IUPAC recomienda una carta de trazabilidad (Figura 3), que inicia con la unidad base del SI y tiene todos los pasos necesarios para llegar al valor del mensurando.

La carta de trazabilidad parte de la referencia metrológica, es decir, de la unidad de medida, concentración (mol/L). Posteriormente se identifican las unidades básicas del SI asociadas al mensurando colocándoles una figura geométrica, por ejemplo, un triángulo para la corriente eléctrica (Ampere) y un círculo para la masa (m), etc. Se repite el símbolo con el número jerárquico cuantas veces se use esa unidad en la carta de trazabilidad; por ejemplo, si se usan dos círculos para masa y uno tiene el número 1 y otro el número 2, se interpreta que la masa está presente en el nivel jerárquico 1, que corresponde al del MRC, y el nivel jerárquico 2 que corresponde al MR. La primera referencia es la que nos indica el método primario que se usó para dar el valor al MRC, se define cada una de sus características (proceso, sistema, material, acción, resultado de medición con su incertidumbre) posteriormente se colocan las del MR, y al final las características del mensurando definido.

**Carta de trazabilidad  
MEDICIONES DE MASA**  
Método: Pesada simple

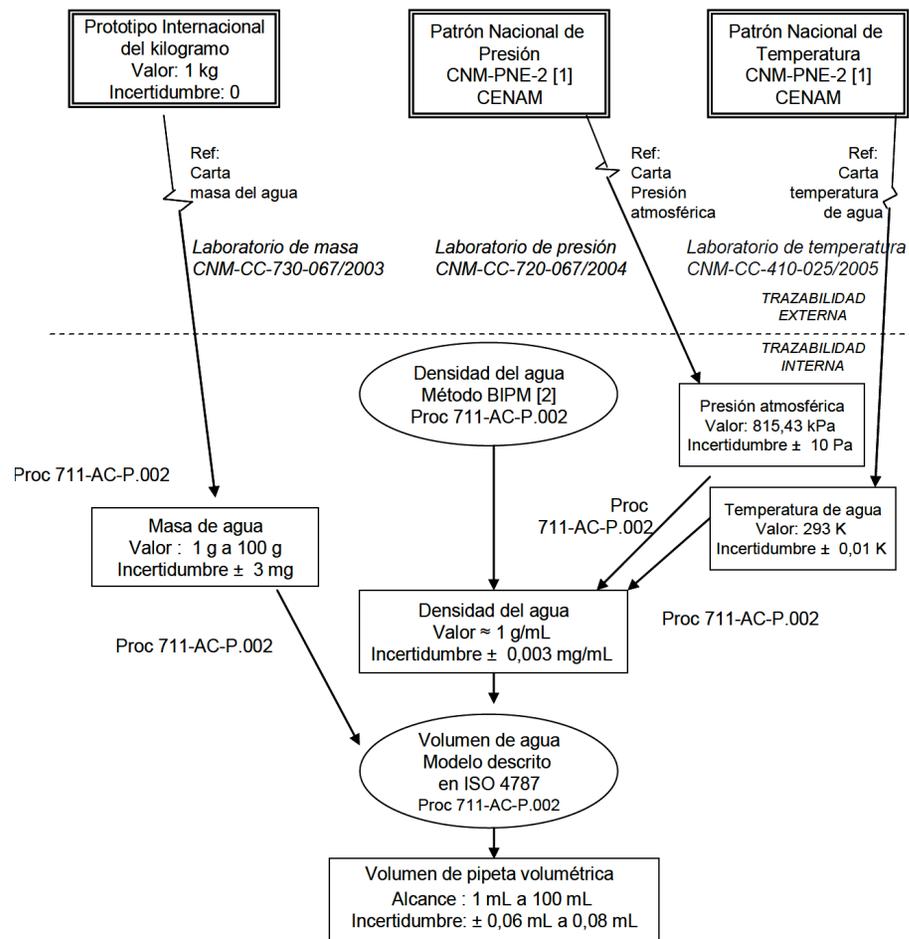


NOTAS:

1. Los valores de las incertidumbres representan la incertidumbre expandida, expresada con un nivel de confianza de 95%, correspondiente a un factor de cobertura  $k = 2$  aproximadamente.
2. Por claridad de esta carta, se ha omitido la mención a los métodos de calibración aplicados, los cuales están descritos en los procedimientos respectivos.

Figura 1. Carta de trazabilidad de una medida física (magnitud básica: masa).

**Carta de trazabilidad  
CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE VOLUMEN**  
Método gravimétrico



[1] <http://www.cenam.mx/publicaciones/descargas/PDFFiles/cnm-pne-2.PDF>

[2] Recommended table for the density of water between 0 C and 40 C based on recent experimental reports.

M. Tanaka, G. Girard, R. Davis, A. Peuto and N. Bignell. Metrologia, 2001, 38, 301-309

NOTA: Los valores de las incertidumbres representan la incertidumbres expandidas, expresada con un nivel de confianza de 95%, correspondiente a un factor de cobertura  $k = 2$  aproximadamente.

Figura 2. Carta de trazabilidad de una medida física (magnitud derivada: volumen).



### 3.2 Trazabilidad de medidas Químicas

La titulación de un ácido con una base, usando la medición del pH o de un indicador para obtener el punto final, es un principio de medición ya establecido para la medición de la concentración (cantidad de sustancia) de un ácido. En esta práctica, la concentración de una disolución de vinagre (ácido acético, CH<sub>3</sub>COOH) es medida mediante su titulación con una disolución de hidróxido de sodio (NaOH).

#### Material y Reactivos

1. Balanza analítica.
2. Espátula de acero inoxidable.
3. 2 Pipetas volumétricas de 20 mL.
4. 2 Matraces aforados de 250 mL.
5. 2 Buretas de 25 ó 50 mL.
6. Biftalato de potasio (KHP, por sus siglas en inglés).
7. Lentejas de hidróxido de sodio (NaOH).
8. Vinagre comercial (ácido acético, CH<sub>3</sub>COOH).
9. Indicador de punto final.

#### Procedimiento Experimental

1. Preparar 250 mL de una disolución de NaOH 0.1 mol L<sup>-1</sup>.
2. Estandarizar la disolución de NaOH con el KHP.
3. Preparar 25 ml de ácido acético (vinagre) 0.1 mol L<sup>-1</sup> y titular con la disolución de NaOH.
4. Trazar la carta de trazabilidad que respalda la determinación del % de ácido acético contenido en el vinagre comercial. Comparar con el valor informado en la etiqueta del producto.

#### 4. CUESTIONARIO

- i) ¿Cuál es la diferencia entre Trazabilidad, Carta de Trazabilidad y Cadena de Trazabilidad metrológica?
- ii) ¿Cuál es la diferencia entre Trazabilidad Física y Química?
- iii) El prototipo del kg patrón internacional tiene 6 copias oficiales de acuerdo con el BIPM [K1, 7, 8(41), 32, 43 y 47], seguido de sus patrones de trabajo que son tres [9, 31 y 25]. Construir una Cadena de Trazabilidad iniciando con el patrón internacional hasta el patrón nacional.
- iv) Todos los patrones nacionales fueron divididos en cuatro grupos, los cuales fueron trazados a los patrones de referencia 8(41) y 32, mediante los patrones 9 y

31. Construir la Cadena de Trazabilidad del prototipo del kilogramo patrón internacional al patrón nacional.

- v) Construir la Carta de Trazabilidad de un lote de 32 pastillas medicinales, de acuerdo con la información mostrada en las tablas. La estimación de la incertidumbre combinada de la masa de pastillas se puede obtener mediante la siguiente ecuación:

$$u_c(m) = \sqrt{u_A^2 + u_B^2 + u_{res}^2} \quad (3)$$

CARACTERÍSTICAS	
Clase de exactitud	E1
Marca	Prescisa
Alcance	120 g
Intervalo de uso	(0-100) g
Modelo	XT120 A
División mínima	0.000 1 g
No. Informe de calibración	1802 M
U(k=2)	0.000 19 g

MASA (GRAMOS)			
0.3732	0.3731	0.3731	0.3732
0.3731	0.3730	0.3731	0.3732
0.3731	0.3730	0.3731	0.3732
0.3733	0.3730	0.3732	0.3733
0.3733	0.3730	0.3732	0.3733
0.3732	0.3732	0.3730	0.3733
0.3730	0.3732	0.3730	0.3733
0.3730	0.3732	0.3730	0.3733

#### 5. BIBLIOGRAFÍA

1. Elaboración de cartas de trazabilidad en el CENAM. Recomendación GIT 3/2005. México.
2. S. L. R. Ellison, B. King, M. Rosslein, M. Salit, A. Williams, EURACHEM/CITAC Guide: Traceability in chemical Measurement. 2003.
3. S. L. R. Ellison, M. Rosslein, A. Williams, EURACHEM/CITAC Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. 2nd edit. 2003.
4. Paul De Bievre, René Dybkaer, Ales Fajgelj, D. Brynn Hibbert. Metrological traceability of measurement results in chemistry: Concepts and Implementation. Pure Appl. Chem. 83 (2011) 1873-1935.
5. Centro Nacional de Metrología. Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en las mediciones analíticas que emplea la técnica de titulación volumétrica. México, 2008.