



PERÚ

Ministerio
de la Producción

Instituto Nacional de Calidad
INACAL

Dirección de Metrología



INACAL

Instituto Nacional
de Calidad

**GUÍA TÉCNICA PARA LA TRAZABILIDAD DE LOS RESULTADOS EN
LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO**

(En concordancia con lo establecido en la Resolución Directoral N° 1219-2016-
DIRGEN/DIREJESAN-PNP)

Edición 1 - Marzo del 2019

Las consultas y/o comentarios pueden ser remitidas a la Dirección de Metrología del INACAL al correo:
metrologia@inacal.gob.pe

Calle Las Camelias N° 817 - San Isidro, Lima 27 - Perú / Teléfono: (511) 6408820
www.inacal.gob.pe



ÍNDICE

1. OBJETIVO.....	3
2. ALCANCE.....	3
3. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS.....	3
4. MÉTODOS EMPLEADOS EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO.....	5
5. CALIBRACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS Y EQUIPOS EMPLEADOS EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO.....	5
6. INCERTIDUMBRE EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO.....	6
7. COMPETENCIA TÉCNICA DEL PERSONAL QUE REALIZA EL DOSAJE ETÍLICO.....	7
8. RECOMENDACIONES PARA DEMOSTRAR TRAZABILIDAD EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO.....	7
9. MANTENIMIENTO Y VERIFICACIÓN OPERACIONAL DE LOS EQUIPOS INSTRUMENTALES.....	7
10. REFERENCIAS.....	8
ANEXO I.....	9
ANEXO II.....	11



GUÍA TÉCNICA PARA LA TRAZABILIDAD DE LOS RESULTADOS EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO

1. OBJETIVO

Este documento tiene como objeto establecer recomendaciones y criterios que aseguren la trazabilidad metrológica de los resultados de medición de dosaje etílico y precisar la definición de calibración aplicada a los equipos instrumentales empleados en estas mediciones.

2. ALCANCE

El presente documento se aplica a las mediciones analíticas de dosaje etílico mediante los métodos colorimétrico y cromatográfico.

3. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Dosaje etílico:

Examen químico mediante el cual se determina la concentración de alcohol etílico en el organismo de una persona empleando muestras biológicas (sangre u orina).

Instrumento de medición:

Dispositivo utilizado para realizar mediciones, solo o asociado a uno o varios dispositivos suplementarios

Técnica analítica:

Es un proceso científico fundamental que ha demostrado ser útil para proporcionar información acerca de la composición de las sustancias.

Equipo instrumental:

Es un equipo que emplea una técnica analítica tales como la espectroscópica, electroquímica, cromatográfica y las acopladas (GC/MS, GC/IR, etc.).

Calibración:

Operación que, bajo condiciones especificadas, establece en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medición asociadas obtenidas a partir de los patrones de medición, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medición a partir de una indicación.

Nota 1: Una calibración puede expresarse mediante una declaración, una función de calibración, un diagrama de calibración, una curva de calibración o una tabla de calibración. En algunos casos, puede consistir en una corrección aditiva o multiplicativa de la indicación con su incertidumbre correspondiente.

Nota 2: Conviene no confundir la calibración con el ajuste de un sistema de medición, a menudo llamado incorrectamente "autocalibración", ni con una verificación de la calibración.

Nota 3: Frecuentemente se interpreta que únicamente la primera etapa de esta definición corresponde a la calibración.



PERÚ

Ministerio
de la Producción

Instituto Nacional de Calidad
INACAL

Dirección de Metrología

Método de medición:

Descripción genérica de la secuencia lógica de operaciones utilizadas en una medición.

Procedimiento de medición:

Descripción detallada de una medición conforme a uno o más principios de medición y a un método de medición dado, basado en un modelo de medición y que incluye los cálculos necesarios para obtener un resultado de medición.

Trazabilidad metrológica:

Propiedad de un resultado de medición por la cual dicho resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medición.

Material de Referencia (MR):

Material suficientemente homogéneo y estable con respecto a propiedades especificadas, establecido como apto para su uso previsto en una medición o en un examen de propiedades cualitativas.

Material de Referencia Certificado (MRC):

Material de referencia acompañado por la documentación emitida por un organismo autorizado, que proporciona uno o varios valores de propiedades especificadas, con incertidumbres y trazabilidades asociadas, empleando procedimientos válidos.

MLA:

Acuerdo de Reconocimiento Multilateral

IAAC:

Cooperación Interamericana de Acreditación

MRA:

Acuerdo de Reconocimiento Mutuo

APLAC:

Cooperación de Acreditación de Laboratorios de Asia-Pacífico

ILAC:

Cooperación Internacional de Acreditación de Laboratorios

BIPM:

Oficina Internacional de Pesas y Medidas

VIM:

Vocabulario Internacional de Metrología



4. MÉTODOS EMPLEADOS EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO

De acuerdo a la Resolución Directoral N° 1219-2016-DIRGEN/DIREJESAN-PNP el método colorimétrico (Shefftell modificado) y el método cromatográfico (Microdifusión de Conway) son métodos aceptados para el dosaje etílico.

El método colorimétrico emplea el método Shefftell modificado junto con la técnica espectrofotométrica UV-Visible y se fundamenta en la capacidad reductora del etanol. La concentración de etanol en la muestra de sangre se determina de manera indirecta a través de la coloración de la solución sulfocrómica debido a la acción reductora del etanol. Este método es considerado un método poco específico para la determinación de etanol ya que no distingue entre el etanol y otras sustancias volátiles reductoras.

De otro lado, el método cromatográfico es una técnica de separación que se fundamenta en el continuo y selectivo equilibrio de los componentes de la mezcla (muestra de sangre) entre una fase estacionaria y una fase móvil. Los componentes de la mezcla se separan debido a su diferente afinidad fisicoquímica por la fase estacionaria, lo cual provoca que se transporten a diferentes velocidades en la fase móvil. Este método unido a un sistema de inyección Head Space es considerado como un método de referencia.

5. CALIBRACIÓN DE LOS INSTRUMENTOS Y EQUIPOS EMPLEADOS EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO

5.1. Calibración de los instrumentos de medición

Para las mediciones de dosaje etílico es típico el uso de instrumentos volumétricos de vidrio, pipetas o micropipetas a pistón, balanza analítica, baño termostático o baño María y refrigeradora.

La calibración de estos instrumentos debe realizarse en laboratorios de calibración acreditados bajo la norma ISO/IEC 17025 por la Dirección de Acreditación del INACAL o por un organismo de acreditación signatario de MLA de IAAC o MRA de APLAC o ILAC y en ausencia de éstos por laboratorios que demuestren competencia técnica y que cumplan con la norma citada.

La Dirección de Metrología del INACAL ha elaborado diferentes procedimientos de calibración que pueden ser usados como referencia por los laboratorios de calibración, además de los procedimientos propios de cada laboratorio validados por el organismo acreditador.

Estos procedimientos pueden ser adquiridos en el Centro de Información y Documentación del INACAL. (<https://www.inacal.gob.pe/cid/categoria/procedimientos-de-calibracion>).

La periodicidad de la calibración de los instrumentos de medición, está en función del uso, conservación y mantenimiento de los instrumentos de medición o de reglamentaciones vigentes.

Es recomendable que el período de calibración de este tipo de instrumentos de medición sea cada doce meses.

Nota: El laboratorio debe documentar los certificados de calibración que dejan constancia de las calibraciones realizadas a los instrumentos de medición.



5.2. Calibración de los cromatógrafos y espectrofotómetros UV-Visible (equipos instrumentales)

Además de los instrumentos de medición indicados en 5.1, para las mediciones de dosaje etílico también se emplean equipos instrumentales como espectrofotómetros o cromatógrafos de gases.

La calibración de este tipo de equipos instrumentales se realiza elaborando una curva de calibración.

El proceso de elaboración de la curva de calibración no es realizado por un laboratorio de calibración sino por el laboratorio que realiza la medición de dosaje etílico y forma parte del procedimiento de medición de dosaje etílico.

La curva de calibración, también denominada curva de calibrado, es una función matemática que relaciona la concentración de las soluciones patrones de etanol con sus respectivas señales o respuestas instrumentales. Así entonces, a partir de una respuesta instrumental proveniente de una muestra problema se obtiene la concentración de dicha muestra (mayor detalle en Anexo I). Las soluciones patrones se preparan por dilución del Material de Referencia de etanol Certificado en pureza (ver ejemplo en Anexo II).

A diferencia de los instrumentos de medición indicados en 5.1, los equipos instrumentales requieren una calibración frecuente (diaria, semanal o mensual). La frecuencia dependerá del análisis de deriva de la curva de calibración, la cual se realiza empleando mediciones de control. Se recomienda que la elaboración de la curva de calibración sea diaria.

Nota: El laboratorio debe documentar los registros que dejan constancia de la elaboración de la curva de calibración.

5.3. Mediciones de control de calidad

El laboratorio debe realizar mediciones de control de calidad para tener bajo control la deriva de la curva de calibración. Así mismo debe realizar mediciones para verificar la linealidad y sensibilidad del método.

Es recomendable asegurar que la ejecución completa del procedimiento de medición se encuentre bajo control mediante el uso de un MRC de características similares a las muestras de ensayo (MRC de matriz). Cuando no se disponga de este MRC, se puede participar en un ensayo de aptitud con el fin de controlar la ejecución completa del procedimiento de medición.

Nota: El laboratorio debe documentar los registros que dejan constancia las mediciones de control de calidad.

6. INCERTIDUMBRE EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO

La estimación de la incertidumbre es un elemento importante para asegurar la trazabilidad de la medición. Para la estimación de la incertidumbre el laboratorio puede basarse en los siguientes documentos:

- i. Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), disponible en <https://www.bipm.org/>
- ii. EURACHEM "Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas", disponible en <https://www.eurachem.org/>



7. COMPETENCIA TÉCNICA DEL PERSONAL QUE REALIZA EL DOSAJE ETÍLICO

El laboratorio debe documentar los registros que demuestren la competencia técnica del profesional que realiza la medición.

Nota 1. Se recomienda que los registros de competencia técnica incluyan los criterios de aceptación que validaron la competencia técnica del profesional que realiza la medición. Estos criterios de aceptación se desprenden de las especificaciones del método empleado (sesgo y repetibilidad). Si las especificaciones no se encuentran establecidas en el método, estas deben sustentarse en alguna fuente bibliográfica reconocida.

Nota 2. El laboratorio puede demostrar la competencia técnica del analista mediante el resultado satisfactorio en la participación de ensayos de aptitud.

8. DEMOSTRACIÓN DE LA TRAZABILIDAD EN LAS MEDICIONES DE DOSAJE ETÍLICO

Para asegurar la trazabilidad en las mediciones de dosaje etílico el laboratorio debe cumplir lo indicado en 8.1 hasta 8.4:

8.1 Uso de instrumentos de medición calibrados a intervalos regulares (de acuerdo a 5.1).

8.2 Uso de un Material de Referencia de etanol Certificado en pureza (MRC) para la calibración de los equipos instrumentales (de acuerdo a 5.2) suministrado por un productor de MRC. (Ver la Nota al final de 8.)

Si no se cuenta con un MRC de etanol, puede emplearse etanol con una pureza cuantificada por el fabricante ($\geq 97\%$), la cual debe ser verificada a intervalos regulares dentro de su tiempo de vida declarado por el fabricante. Para la verificación del etanol ($\geq 97\%$) puede emplearse métodos descritos en artículos científicos, revistas, libros o métodos debidamente validados (por ejemplo, método de titulación oxidoreducción con patrón dicromato de potasio^[6]). El laboratorio debe documentar los registros que dejan constancia de estas verificaciones y que las mismas indican que se cumple con el requisito solicitado.

Asimismo, se recomienda controlar la ejecución completa del procedimiento de medición utilizando un MRC de matriz o participando en ensayos de aptitud (de acuerdo a 5.3).

8.3 La incertidumbre expandida de medición debe ser estimada de acuerdo a 6.

8.4 La competencia técnica del profesional que realiza la medición, de acuerdo con los procedimientos de medición documentados, debe ser demostrada como se indica en 7.

Nota: Los valores asignados a los MRC producidos por los Institutos Nacionales de Metrología e incluidos en las bases de datos de BIPM o producidos por un Productor de Materiales de Referencia (PMR), acreditado con la norma ISO 17034, establecen una trazabilidad válida. La Dirección de Metrología del INACAL produce MRC de etanol.



9. MANTENIMIENTO Y VERIFICACIÓN OPERACIONAL DE LOS EQUIPOS INSTRUMENTALES

El laboratorio debe asegurar la operatividad de los equipos instrumentales. Para ello se debe establecer un programa de mantenimiento preventivo y verificación operacional.

Se recomienda realizar la verificación de los espectrofotómetros siguiendo lo indicado en el punto 8.2.3 de la recomendación "OIML R 135 Spectrophotometers for medical laboratories" de la Organización Internacional de Metrología Legal, utilizando filtros de referencia calibrados.

Es recomendable que el mantenimiento y la verificación operacional sea cada doce meses.

Nota 6: El laboratorio debe documentar los informes del proveedor que dejan constancia del mantenimiento y verificación operacional realizada al equipo instrumental y debe analizarlos para determinar si son aceptables o no.

10. REFERENCIAS

- [1] BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML . JCGM 100:2008 (GUM 1995 with minor corrections). *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*; Primera edición. Disponible en <https://www.bipm.org/>
- [2] INACAL-DM . 2016 . Guía JCGM 200:2012 ; *Vocabulario Internacional de Metrología – Conceptos básicos y generales, y términos asociados (VIM)* . traducción autorizada por el BIPM y el JCGM . 3ª edición en español del VIM 2012 – Versión 2008 con correcciones. Disponible en <https://www.inacal.gob.pe/>
- [3] EURACHEM . QUAM:2012.P1-ES . *Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas.* (2012). Tercera edición española. Disponible en <https://www.eurachem.org/>
- [4] EURACHEM. Terminology in Analytical Measurement - Introduction to VIM 3. First Edition 2011. Disponible en <https://www.eurachem.org/>
- [5] Directiva N° 18-03-2017-DIRGEN/SUB-DGPNP-DIREJESAN-B. Normas y procedimientos para la atención de exámenes de dosaje etílico a personas involucradas en la participación de accidentes de tránsito, intervención en operativos de alcoholemia y asuntos laborales a nivel nacional.
- [6] Vogel A. Vogel's textbook of quantitative inorganic analysis, 4th edition. Longman Scientific and Technical, NY, 1978, pp 375 - 377.
- [7] Marcellé Archer, Betty-Jayne de Vos, Maria S Visser. The preparation, assay and certification of aqueous ethanol reference solutions. 2007.



ANEXO I

CALIBRACIÓN EN EL ANÁLISIS QUÍMICO

Calibración (VIM 2.39)

“Operación que, bajo condiciones especificadas, establece en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medición asociadas obtenidas a partir de los patrones de medición, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medición a partir de una indicación”.

La calibración en análisis químico está asociada a la calibración de equipos instrumentales o sistemas instrumentales. Características típicas son:

- [8] Uso de equipos como cromatógrafos y/o espectrofotómetros,
- [9] Ellos necesitan calibración frecuente (diario, semanal, mensual),
- [10] La indicación, es decir, la señal del equipo o sistema instrumental, corresponde a una cantidad distinta a la que se pretende medir, por ejemplo, una carga eléctrica o potencial, en lugar de la concentración de sustancia o la fracción de masa.

La definición de calibración del VIM se divide en dos partes, la Figura N° 1 ilustra la primera parte como un diagrama de calibración (VIM 4.30)

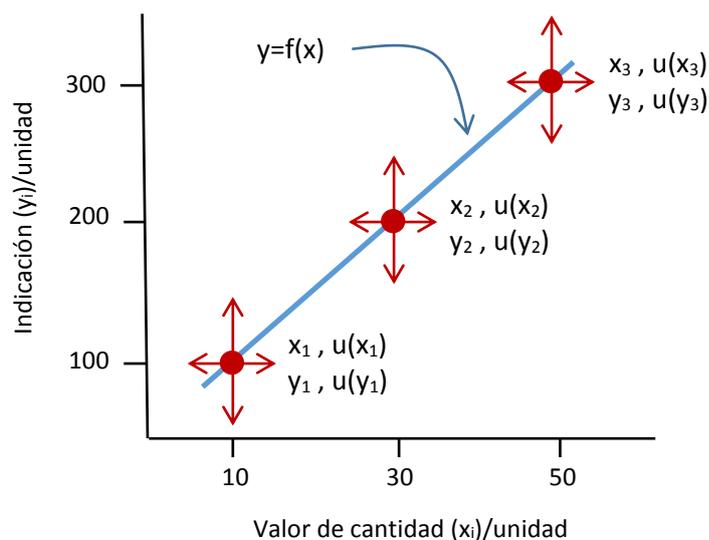


Figura N° 1. Esquema de la primera etapa de la definición de calibración. Indicaciones (señales y_i) a partir de estándares de medición (calibrantes) con valores de cantidad x_i dan la relación (la función) $y=f(x)$. Las flechas horizontal y vertical indican las incertidumbres estándar de la indicación y valor de cantidad respectivamente (éstas no son a escala).



Nota: En las mediciones de dosaje étílico los “calibrantes” son las soluciones patrón de etanol. En una calibración, el químico típicamente prepara un juego de soluciones de calibración (también conocidos como “calibrantes”, soluciones estándar o estándares de trabajo (VIM 5.7)), es decir, un juego de estándares de medición. Cuando se miden, cada uno de ellos da lugar a una indicación (señal, respuesta). La relación $y=f(x)$ entre la indicación y el correspondiente valor de cantidad es llamada **curva de calibración**. La incertidumbre de la calibración incluirá contribuciones de los estándares de medición, variación en indicaciones y limitaciones en el modelo matemático al establecer la relación $y=f(x)$.

El químico luego analiza la muestra desconocida y usa la indicación (y_m) para calcular un valor de cantidad correspondiente (x_m) a partir de la curva de calibración, usando la función $x = f^{-1}(y)$. Esta segunda parte de la definición se ilustra en el diagrama de calibración que se muestra en la figura 2. Si, por ejemplo, $f(x)$ se define como $y = a + bx$, donde “ b ” es el gradiente de la curva y “ a ” es el intercepto al eje cuando $x = 0$, entonces $f^{-1}(y)$ es $x = (y - a)/b$

Las incertidumbres de la indicación, la calibración y de otras correcciones (VIM 2.53) contribuyen a la incertidumbre del resultado de la medición.

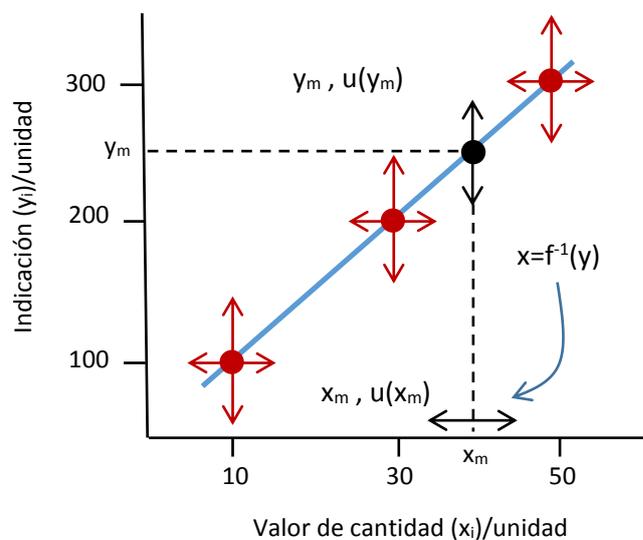


Figura N° 2. Diagrama de calibración que ilustra la segunda etapa de la definición de calibración. La indicación de una muestra (señal y_m) corresponde a un valor de cantidad x_m . Las flechas vertical y horizontal indican las incertidumbres estándar de la indicación y del valor de la cantidad, respectivamente.



ANEXO II

EJEMPLO DE ELABORACIÓN DE SOLUCIONES PATRÓN DE ETANOL PARA MEDICIÓN POR ESPECTROFOTOMETRÍA

