

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO – ETANOL EN AGUA

J. M. R. Caixeiro, V. de Souza, R. A. L. da Silva, R. D. C. C. Bandeira, L. A. N. Valente

INMETRO - Instituto Nacional de Metrología, Normalización y Calidad Industrial
Dimci/Dquim - División de Metrología Química - Laboratorio de Análisis Orgánico
Av. Nossa Senhora das Graças, 50 – Prédio 4 – Duque de Caxias, CEP 25250-020, Río de Janeiro-Brasil
<http://www.inmetro.gov.br>

Resumen: La certificación de un material de referencia se basa generalmente en normas internacionales de la serie ISO GUIA 30 a 35 y constituye básicamente tres etapas: la caracterización del material, la estimación de su homogeneidad y la estimación de su estabilidad, la cual debe establecer las condiciones de transporte y almacenaje del material. El presente artículo presenta el desarrollo del Material de Referencia Certificado de etanol en agua se origina en las determinaciones de la *Resolución Inmetro n° 006 de 2002* que determina que todos los etilómetros utilizados en Brasil deben tener los modelos aprobados y las verificaciones iniciales, eventuales y periódicas realizadas, a partir de ensayos con soluciones de etanol en agua. Con la disponibilidad para la sociedad de este material de referencia certificado, el Inmetro contribuye con el proveer confiabilidad y trazabilidad a las mediciones, y con ello procurar brindar a la sociedad salud, seguridad y un medio ambiente libre de contaminación.

Palabras Claves: material de referencia certificado, incertidumbre, etanol.

CERTIFIED REFERANCE MATERIALS - ETHANOL IN WATER

Abstract: The certification of reference material is based generally on international norms of series ISO GUIDE 30 to 35 and they are constitutes by three stages basically: the characterization of the material, the estimation of its homogeneity and the estimation of its stability, which must establish the conditions of transport and storage of the material. The present work shows the development of the Ethanol/Water Certified Reference Materials based in the determinations of the Inmetro Resolution n° 006 of 2002, that determines that all the ethyl-meters used in Brazil must have the approved models and the initial verifications, possible and periodic made, from tests with water ethanol solutions. With the availability for the society of these kinds certified reference material, the Inmetro contributes with providing trustworthiness and trazabilidad to the measurements, and with it also to try to offer to the society health, security and a free pollution environment.

Keywords: certified reference materials, uncertainty, ethanol

I. Introducción

El desarrollo del material de referencia certificado (MRC) etanol en agua se origina en las determinaciones de la Resolución Inmetro n° 006 de 2002 [1]. Esta portería, publicada con base en las orientaciones de la Organización Internacional de Metrología Legal (OIML), determina que todos los etilómetros utilizados en Brasil deben tener los modelos aprobados y las verificaciones iniciales, eventuales y periódicas realizadas, a partir de ensayos con soluciones de etanol en agua.

Los etilómetros son instrumentos que determinan la concentración de etanol en el aire expirado de los pulmones, siendo utilizados, por diversos países, en la fiscalización de los conductores de vehículos. Mundialmente, no hay una uniformidad respecto al nivel máximo de etanol que indica si un conductor de vehículo está legalmente habilitado o no para conducirlo, pues según el país, o también según el estado, la legislación varía. Sin embargo, como existe la necesidad global de que las mediciones tengan

confiabilidad y trazabilidad, éstas se basan en la utilización durante los ensayos de materiales de referencia certificados. De esta forma, el desarrollo de este MRC contribuye de forma significativa, para la trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades (SI) y confiabilidad en las mediciones realizadas con etilómetros, una vez que las soluciones utilizadas poseen trazabilidad al SI, teniendo incertidumbre de medición declarada. Otro punto importante es que a partir de este desarrollo, se proporciona a la sociedad un MRC que puede tener aplicaciones variadas y no sólo en ensayos con etilómetros.

La certificación del material de referencia compuesto por cinco soluciones de etanol en agua fue realizada en base a las normas ISO de la serie 30 a 35 [2-7], conforme la Tabla 1.

La ISO 17025 que se refiere a los requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración, también fue utilizada como referencia para las actividades de desarrollo y

producción del material de referencia certificado [8].

Tabla 1. Normas ISO utilizadas para la certificación del material de referencia etanol en agua.

Norma	Definición
ABNT ISO GUIA 30	Términos y Definiciones Relacionados con Materiales de Referencia
ABNT ISO GUIA 31	Contenido de Certificados de Materiales de Referencia
ABNT ISO GUIA 32	Calibración en Química Analítica y Uso de Materiales de Referencia Certificados
ABNT ISO GUIA 33	Utilización de Materiales de Referencia Certificados
ISO GUIDE 34	General requirements for the competence of reference material producers
ISO GUIDE 35	Certification of reference materials – General and statistical principles

La ISO GUIA 30 [2] y el Vocabulario Internacional de Términos Fundamentales y Generales de Metrología (VIM) [9] definen que material de referencia certificado es un material de referencia, acompañado por un certificado, con uno o mas valores de propiedad, certificado por un procedimiento que establece su trazabilidad a la obtención exacta de la unidad en la cual los valores de la propiedad son expresados, con cada valor certificado acompañado por una incertidumbre para un nivel de confianza establecido. De esta forma, la certificación de un material de referencia debe constituir básicamente tres etapas: la caracterización del material, la estimación de su homogeneidad y la estimación de su estabilidad, la cual debe establecer las condiciones de transporte y almacenaje del material. La caracterización del material es la etapa a través de la cual se obtiene el valor de la propiedad del material de referencia, en este caso esta propiedad es la concentración de etanol. La incertidumbre que acompaña el material de referencia certificado es estimada, usualmente para un nivel de confianza de 95%, a partir de los procesos de caracterización, estimación de la homogeneidad y de la estabilidad.

II. Metodologías

II.1. Metodología de preparación

La metodología de preparación del material de referencia etanol en agua fue realizada a través del procedimiento gravimétrico, una vez que la gravimetría es un método primario [10]. Ninguna dilución se utiliza en el proceso. El etanol y el

agua son pesados separadamente y mezclados en un bidón de vidrio de borosilicato de 5 L. Después de reposar por una noche, la solución hidro - alcohólica de material de referencia es agitada magnéticamente por 90 min., siendo entonces envasada en nueve botellas de vidrio de boro silicato de 0,5 L.

De las nueve unidades de material de referencia obtenidas, tres son sometidas a análisis por cromatografía gaseosa, con la finalidad de validar la preparación gravimétrica y de chequear la homogeneidad del material de referencia. Como criterio estadístico para evaluar la concordancia entre el valor de concentración de etanol obtenido por la gravimetría y por la cromatografía gaseosa, para cada una de las tres botellas, la diferencia porcentual máxima de 1 % debe ser obtenida. La homogeneidad entre las 3 botellas es evaluada en base al análisis de varianza (ANOVA).

Toda la etapa de pesaje se realiza utilizando balanzas calibradas, con valor de incertidumbre declarado. Estas balanzas son apropiadas para los valores de concentración deseados en las soluciones del MRC que se prepararán.

II.2. Metodología de análisis

La metodología de análisis del MR etanol en agua se realiza por cromatografía gaseosa con detección por ionización de llama (DIC) siendo la on-column la técnica de inyección utilizada.

La técnica cromatográfica utilizada consiste en la detección por ionización de llama (DIC) y la técnica de inyección es del tipo on-column. La columna utilizada es la DB-FFAP (60 m, 0,53 mm, 1um). Las condiciones de análisis son las

siguientes: Condiciones del inyector: 65 °C (1 min), 10 °C/min., 120 °C (1 min.); Condiciones de la columna: 65 °C (1 min.), 15 °C/min., 120 °C (3 min.). Condiciones del detector: 220 °C. Como método de cuantificación, se utiliza un patrón interno de 1-propanol.

III. Resultados

III.1. Caracterización

La caracterización del MR etanol en agua se realiza a partir de la aplicación de la ecuación 1, la cual establece el cálculo para la concentración de etanol:

$$[EtOH] = \frac{m_{EtOH}}{(m_{EtOH} + m_{agua})} \times p_{EtOH} \times f_{EtOH} \quad \text{Ec/1/}$$

en donde m_{EtOH} es la masa de etanol; m_{agua} es la masa de agua; p_{EtOH} es la pureza do etanol y f_{EtOH} es el factor de evaporación del etanol.

Respecto a la pureza, el etanol utilizado es analizado a través de titulación Karl-Fisher con el objetivo de estimar la cantidad de agua existente.

El factor de evaporación del etanol es equivalente a 1. Este factor de evaporación se obtuvo a partir de un experimento donde tres técnicos midieron por dos días la masa de etanol evaporada en 2 min. Lecturas de masa de etanol se

realizaron a cada 30 s. La masa de etanol utilizada corresponde a la que se pesa para la preparación del MRC. Para cada técnico se obtuvo una curva. A partir de las curvas obtenidas fue estimada la masa de etanol evaporada en 2 s. El tiempo estimado de 2 s es equivalente al que el etanol se expone al aire antes de mezclarse con el agua.

III.2. Estimación de Incertidumbre de Medición

El cálculo de incertidumbre de medición para el MRC etanol en agua se basa en la Guía para la Expresión de Incertidumbre de Medición - ISO GUM [11].

La incertidumbre expandida, para un nivel de confianza de 95 %, para cada concentración, se calcula según la ecuación 2.

$$U = k \times u_c([EtOH]) \quad \text{Ec/2/}$$

en donde U es incertidumbre expandida; K el factor de cobertura y $u_c([EtOH])$ es la incertidumbre patrón combinada.

La incertidumbre patrón combinado se calcula en base a las fuentes de incertidumbre expresadas en el diagrama de causa y efecto como lo muestra la Figura 1. La incertidumbre patrón combinado se calcula entonces a partir de la ecuación 3.

$$u_c([EtOH]) = \sqrt{(u(Carac))^2 + (u(Armaz))^2 + (u(Trans))^2 + (u(Homog))^2} \quad \text{Ec/3/}$$

en donde $u(Carac)$ es la incertidumbre de caracterización; $u(Armaz)$ es la incertidumbre de estabilidad de almacenamiento; $u(Trans)$ es la incertidumbre de estabilidad de transporte y $u(Homog)$ es la incertidumbre de homogeneidad.

En la tabla 2 están las concentraciones de los MRC producidos y sus respectivas incertidumbres expandida para un factor de cobertura $k=2$.

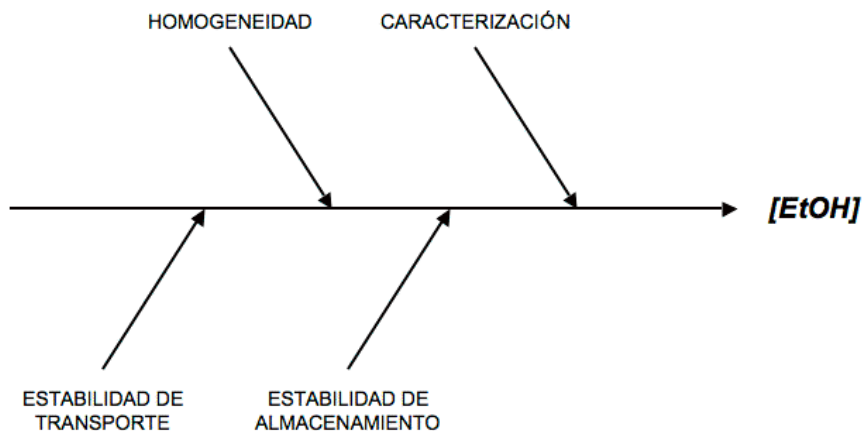


Figura 1. Diagrama de causa y efecto para el MRC.

Tabla 2. Concentraciones de los MRC producidos y sus respectivas incertidumbres.

MRC	Valor certificado e incertidumbre expandida en % p/p*
Concentración 1	[ETOH] = 0,05083 ± 0,00092 % p/p
Concentración 2	[ETOH] = 0,0812 ± 0,0015 % p/p
Concentración 3	[ETOH] = 0,1067 ± 0,0019 % p/p
Concentración 4	[ETOH] = 0,3883 ± 0,0053 % p/p
Concentración 5	[ETOH] = 0,4569 ± 0,0076 % p/p

*% p/p = g etanol / 100 g de solución

• **Incertidumbre inherente a la caracterización**

La incertidumbre debido a la caracterización se calcula a partir de fuentes de incertidumbre

expresadas en el diagrama de causa y efecto como muestra la Figura 2.

La Ecuación 4 muestra la expresión para el cálculo de incertidumbre patrón combinado inherente a la caracterización.

$$u(\text{Carac}) = \sqrt{(u(m_{\text{ETOH}}))^2 + (u(m_{\text{agua}}))^2 + (u(p_{\text{EtOH}}))^2 + (u(f_{\text{EtOH}}))^2} \quad \text{Ec/4/}$$

en donde $u(\text{Carac})$ es la incertidumbre de caracterización; $u(m_{\text{ETOH}})$ es la incertidumbre de la masa de etanol pesada; $u(m_{\text{agua}})$ es la incertidumbre de la masa de agua pesada; $u(p)$

es la incertidumbre de la pureza del etanol y $u(f_{\text{EtOH}})$ es la incertidumbre del factor de evaporación del etanol;

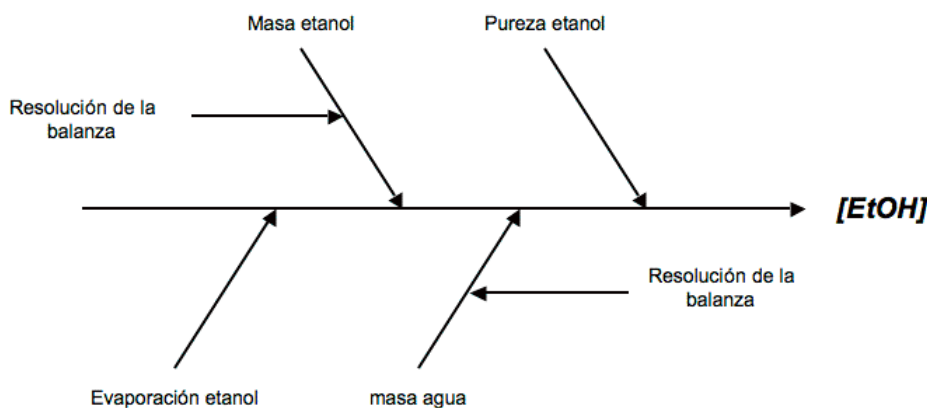


Figura 2: Diagrama de causa y efecto para la caracterización del MR.

La Tabla 3 muestra la contribución de cada fuente de incertidumbre (grandezas de entrada) para el cálculo de la incertidumbre de caracterización y la

incertidumbre de caracterización, en cada concentración.

Tabla 3: Contribución de incertidumbre de cada granjeza de entrada e incertidumbre de caracterización para cada concentración del MRC.

Grand. de entrada ⁽¹⁾	Tipo	C. 1 ⁽⁷⁾ (% p/p)	C. 2 (% p/p)	C. 3 (% p/p)	C. 4 (% p/p)	C. 5 (% p/p)
m_{ETOH} ⁽²⁾	B	$3,1 \times 10^{-7}$	$5,1 \times 10^{-7}$	$2,0 \times 10^{-7}$	$2,0 \times 10^{-7}$	$2,0 \times 10^{-7}$
m_{agua} ⁽³⁾	B	$1,0 \times 10^{-5}$	$1,7 \times 10^{-5}$	$2,2 \times 10^{-5}$	$8,0 \times 10^{-5}$	$9,4 \times 10^{-5}$
p ⁽⁴⁾	A	$3,1 \times 10^{-4}$	$4,9 \times 10^{-4}$	$6,5 \times 10^{-4}$	$2,4 \times 10^{-3}$	$2,8 \times 10^{-3}$
F ⁽⁵⁾	B	$7,3 \times 10^{-7}$	$5,6 \times 10^{-7}$	$9,4 \times 10^{-7}$	$4,0 \times 10^{-6}$	$4,0 \times 10^{-6}$
$u(\text{Carac})$ ⁽⁶⁾		$3,1 \times 10^{-4}$	$4,9 \times 10^{-4}$	$6,5 \times 10^{-4}$	$2,4 \times 10^{-3}$	$2,8 \times 10^{-3}$

(1) Grand. de entrada corresponde a granjeza de entrada; (2) m_{ETOH} corresponde a la masa de etanol; (3) m_{agua} es la masa de agua; (4) p corresponde a la pureza del etanol; (5) f es el factor de evaporación del etanol; (6) $u(\text{Carac})$ corresponde a la incertidumbre de caracterización y (7) C.i corresponde a la concentración, donde i va de 1 a 5.

• Incertidumbre inherente a la Homogeneidad

La incertidumbre inherente a la homogeneidad se calcula con base en la ISO GUIDE 35 [7], que establece que el análisis de varianza (ANOVA) debe ser utilizada para estimar el grado de homogeneidad de la muestra. La ANOVA proporciona datos que estiman la homogeneidad dentro de una misma botella (MQ_{dentro}) y entre las botellas (MQ_{entre}).

La ecuación 5 muestra el cálculo de esta incertidumbre cuando MQ_{entre} mayor que MQ_{dentro} .

$$u_{bb} = s_{bb} = \sqrt{\frac{MQ_{\text{entre}} - MQ_{\text{dentro}}}{n}} \quad \text{Ec/5/}$$

Para los casos en que MQ_{entre} sea menor que MQ_{dentro} , la Ecuación 6 debe ser utilizada para el cálculo de incertidumbre inherente a la homogeneidad.

$$u_{bb} = \sqrt{\frac{MQ_{\text{dentro}}}{n}} \times \sqrt[4]{\frac{2}{df_{\text{dentro}}}} \quad \text{Ec/6/}$$

• Incertidumbre inherente a la Estabilidad

El analito presente en el MRC, en este caso el etanol, puede sufrir procesos de degradación, ya sea en el período de almacenaje o transporte, o pérdida por evaporación. Para esto se realizan estudios para estimar si el MRC - etanol en agua es pasivo o no de estas posibles alteraciones. Estos estudios simulan condiciones en temperaturas extremas por un corto espacio de tiempo como es

el caso del transporte y también simulan condiciones ambientales por un tiempo mayor como es el caso del almacenaje.

La finalidad de cada uno de estos estudios es la generación de las incertidumbres de la estabilidad debido al transporte y debido al almacenaje y, estas incertidumbres son combinadas juntamente con la incertidumbre debido a la homogeneidad y de caracterización para la obtención de la incertidumbre final del respectivo MRC.

La estimación de la incertidumbre de la estabilidad debido al transporte se obtuvo a través de un estudio donde cada concentración del MRC fue preparada en bidones de 5L y envasada en nueve botellas de 0,5L, separándolas en dos grupos de la siguiente forma: tres botellas fueron consideradas como muestras de referencia, siendo, después de pesadas, sometidas a la temperatura de 4°C (temperatura de referencia). Las otras seis botellas fueron pesadas y colocadas en la estufa a 60°C. A cada dos días fueron retiradas de la estufa dos botellas y llevadas a la temperatura ambiente del laboratorio (21°C) por aproximadamente dos horas. Enseguida fueron pesadas y colocadas a la temperatura de referencia (4°C). Al final de ocho días, cuando todas las botellas ya fueron sometidas a la temperatura de referencia, éstas fueron expuestas a la temperatura ambiente del laboratorio (21°C), siendo pesadas, y analizadas a través de la técnica de cromatografía gaseosa.

La estimación de la incertidumbre de la estabilidad debido al almacenaje se obtuvo a través de un estudio donde cada concentración del MRC fue preparada en bidones de 5L y envasada en nueve botellas de 0,5L, que fueron almacenadas a temperatura

ambiente. El monitoreo de cada concentración del analito en el MRC fue realizado en dos diferentes ciclos de tiempo.

El primer ciclo tuvo inicio después de una semana de la preparación de la curva de calibración y de las muestras, siendo realizado una vez por semana, durante cuatro semanas. En la misma semana de la preparación de las muestras y de las curvas de calibración fue realizado el análisis de “tiempo cero”, o sea, los primeros análisis antes de iniciar los ciclos. La solución de patrón interno fue adicionada a las soluciones de calibración y se prepararon nuevas soluciones para la curva de calibración y de la solución de patrón interno. En el segundo ciclo los análisis se realizaron periódicamente en un período de 12

meses. Todo material fue almacenado protegiéndolo de la luz y en un rango de temperatura entre 20°C y 25°C.

La incertidumbre debido a la estabilidad para los dos casos se calcula a través de regresión lineal y es evaluada en función del coeficiente angular y el p-level generado por este cálculo estadístico.

La Tabla 4 muestra la incertidumbre inherente al transporte del MRC en %p/p, el coeficiente angular de la curva y el p-level para cada concentración.

La Tabla 5 muestra la incertidumbre inherente al almacenamiento del MRC, el coeficiente angular de la curva y el p-level para cada concentración.

Tabla 4: Incertidumbre para cada concentración del MRC obtenida a través del tratamiento estadístico (Regresión lineal)

Concentración	Coefficiente Angular (B)	p-level (p)	Incertidumbre
[1]	$-1,589 \times 10^{-6}$	0,8127	0,000041
[2]	$5,293 \times 10^{-6}$	0,8875	0,00023
[3]	$1,822 \times 10^{-5}$	0,4244	0,00013
[4]	$1,216 \times 10^{-4}$	0,4713	0,00097
[5]	$2,359 \times 10^{-5}$	0,8506	0,00077

Tabla 5: Resultados estadísticos obtenidos a través de la regresión lineal para las respectivas concentraciones de etanol*.

Concentración	Coefficiente Angular (B)	Incertidumbre	p-level (p)
[1]	$6,474 \times 10^{-6}$	0,00034	0,2214
[2]	$1,036 \times 10^{-5}$	0,00054	0,2285
[3]	$1,284 \times 10^{-5}$	0,00067	0,4998
[5]	$4,669 \times 10^{-5}$	0,0024	0,3040

*Este estudio no contempla la concentración 4.

IV. Discusión

El desenvolvimiento del material de referencia certificado correspondiente a soluciones de etanol en agua en cinco concentraciones diferentes, envuelve el procedimiento de preparo a través del método gravimétrico, una vez que la gravimetría es un método primario [10]. En los laboratorios de análisis químicos en general, es común utilizar la volumetría en la preparación de soluciones, pero la incertidumbre proveniente de procesos volumétricos es mayor que cuando se utiliza el método gravimétrico, de forma que se recomienda este método como aquel a ser utilizado en la preparación de soluciones y manipulación de muestras en general [12]. En la preparación de las soluciones que componen el material de referencia certificado, se utilizó en todos los pesajes una balanza con resolución de 0,00001g para el pesaje de etanol, y una balanza de resolución de 2g para el pesaje de agua. Ambas balanzas estaban calibradas por el Laboratorio de Masas de la División de Metrología Mecánica de la Directoría de Metrología Científica e Industrial del Inmetro, lo que garantiza la trazabilidad de las mediciones realizadas en esta balanza, al Sistema Internacional de Unidades (SI).

Durante el pesaje de etanol, dos puntos que son extremadamente importantes son aquellos relacionados a la volatilidad y al potencial higroscópico del etanol, de forma que toda la manipulación de esta sustancia debe ser hecha

rápidamente, con el fin de que los valores pesados sean lo mas exactos posibles, siendo mínimamente (por lo mínimo) afectados por la evaporación del etanol, o por la absorción de agua de este por el ambiente. Es importante resaltar que ningún proceso de dilución es utilizado, minimizando los efectos de evaporación.

En base a la Tabla 2, se verifica que la fuente de incertidumbre dominante en la caracterización de las soluciones de etanol en agua, que componen el material de referencia certificado, es la pureza del etanol. Actualmente, el valor atribuido a la pureza del etanol que está siendo utilizado, es aquel obtenido por determinación Kart-Fischer del etanol. La incertidumbre de esta fuente es considerada como del tipo A, pues, el procedimiento que está siendo utilizado para la consideración de la pureza del etanol es experimental.

El análisis de la Tabla 2 también apunta a la robustez del procedimiento de pesaje de etanol, una vez que la incertidumbre inherente a este proceso no varía con el aumento de masa pesada en el rango de concentración del material de referencia certificado preparado.

Cada material de referencia preparado gravimetricamente, es también analizado por cromatografía gaseosa, con el fin de validar el procedimiento de preparación gravimétrico y también para obtener la homogeneidad del MR. El criterio de comparación para la estimación de incertidumbre debido a la homogeneidad del MR

es el análisis de varianza – ANOVA (Analysis of Variance).

La incertidumbre inherente a la evaporación de etanol fue determinada experimentalmente, a través de un experimento donde se verificó la pérdida de masa de etanol en un determinado tiempo, el cual corresponde a aquel en que el frasco que contiene el etanol que está siendo pesado queda abierto, expuesto al ambiente y, consecuentemente, a los efectos de la evaporación. Este experimento fue realizado a parte, o sea, este valor pasa a ser una constante en el proceso. En virtud de esto, esta fuente de incertidumbre es considerada como de tipo B, puesto que no se realiza en la misma rutina que la preparación del material de referencia certificado.

En el caso de las incertidumbres inherentes a la estabilidad debido al transporte y debido al almacenamiento, el análisis de los parámetros obtenidos a través del método de regresión lineal también evidenció la estabilidad del MRC en las condiciones del estudio, en temperaturas extremas (transporte) por siete días y a una temperatura ambiente (almacenamiento) por 52 semanas, una vez que el coeficiente angular (B) de la curva que retrata la variación de la concentración del MRC a lo largo del tiempo es aproximadamente cero, así como el p-level (p) es mayor que 0,05. Estas dos condiciones, $B \approx 0$ y $p > 0,05$ deben ser atendidas simultáneamente para que la estabilidad del MRC sea comprobada.

Además de la incertidumbre de medición inherente al procedimiento de certificación, cada material de referencia certificado, como el propio

nombre prescribe, debe ir acompañado de un certificado. La ISO GUIA 31 muestra los requisitos necesarios los cuales deben componer el certificado de un material de referencia. Los requisitos que esta ISO GUIA presenta como esenciales, y que componen el certificado del material de referencia desarrollado en la División de Metrología Química del Inmetro - DQUIM, son:

- a) nombre del material de referencia;
- b) productor del material de referencia;
- c) código del material de referencia;
- d) finalidad;
- e) instrucciones para la utilización;
- f) instrucciones para las condiciones de almacenamiento ;
- g) valores certificados con las respectivas incertidumbres de medición;
- h) metodologías utilizadas;
- i) fecha de expiración.

Otro componente importante de un material de referencia certificado es la etiqueta del recipiente que lo contiene, que debe presentar según la ISO GUIDE 34 las siguientes características principales:

- a) nombre del proveedor;
- b) dirección del proveedor;
- c) nombre del material de referencia;
- d) código del material de referencia.

La Figura 3 presenta el material de referencia certificado correspondiente a la solución de etanol en agua.



Figura 3. Material de referencia certificado desarrollado en la División de Metrología Química del Inmetro.

V. Conclusión

El material de referencia certificado, correspondiente a soluciones de etanol en agua en cinco concentraciones diferentes, desarrollado en la División de Metrología Química del Inmetro, posee aplicación directa en la sociedad, principalmente en el área forense, una vez que, conforme determina la legislación vigente, todos los etilómetros en uso en el País, deben tener sus modelos aprobados y las respectivas verificaciones realizadas a partir de ensayos con estas soluciones. Con esto, Brasil pasa a realizar la medición de etanol en agua con trazabilidad al Sistema Internacional de Unidades (SI) y con mayor confiabilidad, según la tendencia de países del primer mundo, como Inglaterra, Alemania y Estados Unidos de América, que realizan ensayos con etilómetros a partir de materiales de referencia certificados, desarrollados y producidos por sus Institutos Nacionales de Metrología o laboratorios designados. Es importante resaltar que la utilización de estas soluciones, así como de la metodología utilizada para su desarrollo, no está restringida al área forense, pudiendo ser realizada para cualquier otro fin que necesite de soluciones hidro-alcohólicas con trazabilidad.

Los estudios de estabilidad realizados garantizan la estabilidad del MRC – Etanol en agua en el rango de temperatura de 4°C a 60°C, permitiendo la estimación de la incertidumbre inherente al transporte del material por siete días bien como la estabilidad de este en temperatura ambiente, permitiendo la estimación de la incertidumbre inherente al almacenamiento del MRC por 52 semanas.

Con la disponibilidad para la sociedad de este material de referencia certificado, el Inmetro está contribuyendo para con uno de sus roles frente esta, que es el de proveer confiabilidad y trazabilidad a las mediciones, sosteniéndose, en este presente caso, en dos (salud y seguridad) de sus tres pilares, que son: salud, seguridad y medio ambiente.

VI. Referencias

- [1] Portaria INMETRO/MDIC nº6 de 17/01/2002
- [2] ABNT ISO GUIA 30:2000, “Términos y definiciones relacionados con materiales de referencia”, 1a Edición, 2000.

- [3] ABNT ISO GUIA 31:2000, “Contenido de certificados de materiales de referencia”, 1a Edición, 2000.
- [4] ABNT ISO GUIA 32:2000, “Calibración en química analítica y uso de materiales de referencia certificados”, 1a Edición, 2000.
- [5] ABNT ISO GUIA 33:2000, “Utilización de materiales de referencia certificados”, 1a Edición, 2000.
- [6] ISO GUIDE 34:2000 (E), “General requirements for the competence of reference material producers”, 2nd Edition, 2000.
- [7] ISO GUIDE 35:2006 (E), “Reference materials – General and statistical principles for certification”, 3rd Edition, 2006.
- [1] [8] NBR ISO/IEC 17025:2005, “Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración”, septiembre de 2005.
- [9] INMETRO, “Vocabulario Internacional de Términos Fundamentales y Generales de Metrología”, 2003.
- [10] M.J.T. Milton, T.J. Quinn, “Primary Methods for the Measurement of amount of Substance”, *Metrologia*, pp. 289-296, 2001.
- [11] ABNT, INMETRO, “Guía para la Expresión de Incertidumbre de Medición”, 3ª Edición brasileira, Rio de Janeiro, agosto de 2003.
- [12] A.K. Ávila, T.O. Araújo, P.R.G. Couto, R.M.H. Borges, “Comparación de la Estimación de Incertidumbre de Medición en la Determinación de Cobre por Espectrometría de Absorción Atómica con llama por Dilución Gravimétrica y Volumétrica”, *Analytica*, pp. 48-51, junio/julio de 2004.