

SUBDIRECCIÓN DE METROLOGÍA QUÍMICA Y BIOLOGÍA

CERTIFICADO DE MATERIAL DE REFERENCIA

CERTIFICADO No.: 005-2021
VERSIÓN DEL CERTIFICADO: 02

FECHA DE CERTIFICACIÓN: 2021/06/08

Página 1 de 4

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO DE HIERRO (Fe)

CÓDIGO: INM-005-1

LOTE No.: 210406

VALOR CERTIFICADO E INCERTIDUMBRE

PROPIEDAD CERTIFICADA	VALOR	INCERTIDUMBRE EXPANDIDA (U) / k = 1.97
Fracción másica de hierro	1000 mg/kg	18 mg/kg

El valor certificado para la fracción másica de hierro es el promedio ponderado de los valores obtenidos a través de dos métodos analíticos independientes [1]. La estimación de incertidumbre del material INM-005-1 se realizó acorde con la guía de estimación de incertidumbre-GUM [2] y la guía ISO 35 [3]. Los principales componentes de incertidumbre vienen asociados a la preparación del material (preparación gravimétrica), medición por espectrometría de absorción atómica y la homogeneidad del lote. La combinación de valores se realizó mediante promedio ponderado. La incertidumbre expandida se ha estimado multiplicando la incertidumbre estándar combinada de medición por el factor de cobertura k, con el cual se logra un nivel de confianza de aproximadamente el 95 %, asumiendo una distribución normal.

DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL: el material de referencia INM-005-1 es una disolución de hierro en ácido nítrico al 2%. El material está envasado en ampolletas de vidrio con un contenido aproximado de 10 mL. La presentación final consta de una caja de cartón cartulina en la cual se encuentran empacadas tres unidades.

El material se preparó y se midió en las instalaciones del Instituto Nacional de Metrología de Colombia.

USO PREVISTO: este material de referencia certificado puede usarse en la medición de hierro empleando técnicas como espectrometría de absorción atómica, espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente, o técnicas similares que requieran de este tipo de disoluciones para la calibración analítica o el control de instrumentos.

VALORES DE REFERENCIA: no aplica.

VALORES INFORMATIVOS: no aplica.

TRAZABILIDAD: el valor certificado del MRC INM-005-1 es trazable metrológicamente a la unidad mol del Sistema Internacional (SI) a través del SRM 3126a (Lote 140812) y el SRM 937 del National Institute of Standards & Technology (NIST) de Estados Unidos de América. Las preparaciones gravimétricas son trazables a través del kilogramo prototipo de platino-iridio, propiedad de Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) de Alemania.

PERIODO DE VALIDEZ: el valor certificado del material INM-005-1 Lote 210406 es válido dentro de la incertidumbre de medición estimada hasta la fecha **2024-06-08**, siempre y cuando se asegure que el material ha sido manipulado y almacenado de acuerdo con las instrucciones dadas en este certificado (ver instrucciones de transporte, almacenamiento y uso). La certificación se anula si el MRC se daña, contamina o modifica de alguna manera.

Nota: el material es monitoreado periódicamente para asegurar que el valor certificado no ha sufrido ningún cambio. En caso de que se detecte algún cambio significativo el cliente será notificado.

MÉTODO ANALÍTICO: la caracterización del material se realizó por la combinación de resultados de dos métodos independientes

- (a) Preparación gravimétrica usando un material de referencia certificado.
- (b) Espectrometría de absorción atómica con sistema de atomización por llama.

La cuantificación por espectrometría de absorción atómica con sistema de atomización por llama se realizó con disoluciones de calibración preparadas gravimétricamente a partir de materiales de referencia del NIST.

MÍNIMA CANTIDAD DE MUESTRA: no pesar una alícuota inferior a 0.1 g del material de referencia. Si se toma una cantidad menor a la señalada, el valor certificado y su incertidumbre dejarán de ser válidos.

INSTRUCCIONES DE MANIPULACIÓN, ALMACENAMIENTO, TRANSPORTE Y USO:

Almacenamiento: el material INM-005-1 debe ser almacenado en su empaque original, a una temperatura entre 15 °C y 25 °C; no debe exponerse a la luz del sol o a fuentes de calor.

Transporte: el material INM-005-1 debe ser transportado en su empaque original, evitando la exposición directa a fuentes de luz o calor. Este material se debe transportar a temperaturas inferiores a 40 °C.

Manipulación y uso: antes de su uso, el material INM-005-1 debe ser agitado durante aproximadamente 30 s con el propósito de homogeneizar el agua que puede encontrarse condensada en la superficie interior de la ampolla.

Nota 1: para abrir la ampolla sosténgala con firmeza en posición vertical con una mano por debajo de la línea de corte, con la otra mano haga presión con un pequeño torque o fuerza horizontal en la parte superior del cuello hasta fracturarlo. Use un paño limpio, guantes gruesos o un accesorio para abrir la ampolla de manera segura. No se recomienda el uso de herramientas metálicas para abrir la ampolla.

Este material debe ser empleado inmediatamente en su totalidad. Puede ser usado para la preparación de diluciones intermedias, sin embargo, el material restante no puede ser resellado o envasado para usos posteriores. De lo contrario, el valor certificado perderá su vigencia.

Nota 2: el usuario es quien debe establecer la vigencia de las disoluciones intermedias preparadas a partir de este MRC.

El valor certificado de este material corresponde a la fracción másica de hierro, por esta razón NO se deben tomar alícuotas volumétricas. A continuación, se dan recomendaciones para la preparación de diluciones intermedias:

- Preparación gravimétrica de disoluciones intermedias: se deben tomar alícuotas medidas gravimétricamente, para lo cual se sugiere pesar al menos 0.1 g del material de referencia en una balanza de una resolución mínima de 0.1 mg. La preparación de la solución intermedia se realiza pesando sobre un recipiente limpio y seco una alícuota de material de referencia y posteriormente se completa con disolvente hasta la masa final deseada. El usuario debe tener en cuenta que la balanza debe encontrarse calibrada y los valores pesados deben ser corregidos con la información del certificado.
- Preparación volumétrica de soluciones intermedias: las diluciones volumétricas NO son recomendadas debido al aporte de la incertidumbre del material volumétrico y las variaciones en densidad. Sin embargo, se sugiere que para una preparación volumétrica se pese directamente sobre el balón aforado, limpio y seco, una alícuota mayor a 0.1 g del material de referencia, empleando una balanza de una resolución mínima de 0.1 mg. Posteriormente, se completa a volumen de aforo con el disolvente deseado. El usuario debe tener en cuenta que tanto la balanza como el balón aforado deben encontrarse calibrados y los valores medidos deben ser corregidos con la información del certificado.

Nota 3: el valor de la propiedad y su incertidumbre solo se garantizan si se usa mínimo la cantidad de MR indicada en el documento.

INFORMACIÓN DE SEGURIDAD Y SALUD: este MRC es una disolución ácida, por lo cual se debe considerar toda la información de seguridad y salud que se encuentra en la hoja de seguridad adjunta a este certificado.

PREPARACIÓN: el material de referencia certificado fue preparado en las instalaciones del Instituto Nacional de Metrología, a partir de hierro metálico de pureza conocida, ácido nítrico doblemente subdestilado y agua de alta pureza.

HOMOGENEIDAD: la evaluación de homogeneidad de este material se realizó para aproximadamente el 10 % de las unidades producidas. Las mediciones se realizaron a través de espectrometría de absorción atómica y los resultados mostraron un grado adecuado de homogeneidad.

INFORMACIÓN ADICIONAL: este material de referencia fue producido bajo un sistema de gestión de calidad acorde con los requisitos de la norma ISO 17034:2016 [1].

SUBCONTRATACIÓN: la producción de este material de referencia no incluyó actividades subcontratadas.

NOTA LEGAL: no aplica.

PARTICIPANTES: la preparación gravimétrica del material de referencia fue realizada por Juliana Serna y Yeraldin Aguilar; las mediciones por espectrometría de absorción atómica fueron realizadas por Fabian Niño, y el análisis de datos fue realizado por Johanna Paola Abella. El análisis de datos para la ampliación de vigencia del material fue realizado por Cristhian Paredes.

REFERENCIAS:

- [1] ISO 17034:2016 Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia. ISO, Geneva, Switzerland, 2016.
- [2] BIPM, IEC; IFCC, ISO; IUPAC, IUPAP. OIML, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM). International Organization for Standardization, Genève, 1995.
- [3] GUIDE, ISO 35 (2017) Reference materials-Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. ISO, Geneva, Switzerland, 2017.

Elaborado

Nathalia Andrea Gómez Grimaldos
Profesional Especializada
Ingeniera Química, MSc. Biotech

Aprobado

Edna Julieth Villarraga Farfán
Subdirectora de Metrología Química y Biología
Ingeniera Química, MBI

Histórico de revisión del documento

2021/06/08 Fecha original de certificación.

2023/06/23 Ampliación de vigencia del material y cambios editoriales.

FIN DEL CERTIFICADO