

SUBDIRECCIÓN DE METROLOGÍA QUÍMICA Y BIOMEDICINA

CERTIFICADO DE MATERIAL DE REFERENCIA

CERTIFICADO No.: 005-2020
VERSIÓN DEL CERTIFICADO: 01

FECHA DE CERTIFICACIÓN: 2020/09/01

Página 1 de 4

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO DE CALCIO (Ca)

CÓDIGO: INM-010-1

LOTE No.: 200206-2

VALOR CERTIFICADO E INCERTIDUMBRE

PROPIEDAD CERTIFICADA	VALOR	INCERTIDUMBRE EXPANDIDA (U) / k=(1.97)
Fracción másica de Ca	973 mg/kg	20 mg/kg

El valor certificado para la fracción másica de Calcio (Ca) es el promedio de los valores medidos a través de dos métodos analíticos independientes (1). La estimación de incertidumbre del material INM-010-1 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, estabilidad a largo plazo, estabilidad a corto plazo y la homogeneidad del lote. La combinación de valores se realizó acorde con Levenson (4). 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 del 95 %, asumiendo una distribución normal.

DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL: solución de Calcio (Ca) preparada en ácido nítrico al 2%. El material se encuentra envasado en botellas de polietileno de alta densidad. Cada botella cuenta con una cinta de seguridad alrededor de la tapa. Cada unidad se encuentra empacada al vacío y esta a su vez está contenida en un empaque aluminizado Mylar. Todo el material se preparó y se midió en las instalaciones del Instituto Nacional de Metrología.

USO PREVISTO: este material de referencia certificado puede usarse en la medición de Calcio (Ca) empleando las siguientes técnicas analíticas: espectrometría de absorción atómica, espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente o técnicas similares que requieran de este tipo de soluciones para la calibración analítica y/o control de instrumentos.

VALORES DE REFERENCIA: no aplica.

VALORES INFORMATIVOS: no aplica.

TRAZABILIDAD: el valor certificado del INM-010-1 es trazable metrologicamente al Sistema Internacional (SI) a través del SRM 3109a del National Institute of Standards & Technology

(NIST) y para la preparación gravimétrica, esta es trazable a través del kilogramo prototipo de platino-iridio, propiedad de Physicalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) de Alemania.

PERIODO DE VALIDEZ: el valor certificado del material INM-010-1 Lote 200206-2 es válido dentro de la incertidumbre de medición estimada hasta la fecha **2022-12-29**, 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 no ha sufrido ninguna modificación y en caso de que se detecte algún cambio significativo, el cliente será notificado.

MÉTODO ANALÍTICO: la caracterización del material se realizó mediante los siguientes métodos:

- (a) Espectrometría de absorción atómica con sistema de atomización con llama (EAA).
- (b) Plasma acoplado inductivamente con detector de espectrometría de masas (ICP-MS)

La cuantificación se realizó con soluciones de calibración preparadas gravimétricamente a partir de materiales de referencia del National Institute of Standards & Technology.

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: INM-010-1 debe ser almacenado a una temperatura entre 15 °C y 25 °C, no debe exponerse a la luz del sol y/o fuentes de calor. Una vez abierta la bolsa aluminizada se sugiere mantener el material en refrigeración a temperaturas cercanas a 4 °C.

Transporte: INM-010-1 debe ser transportado en su empaque original, evitando la exposición directa a fuentes de luz y calor. Este material se debe mantener a temperaturas inferiores a 40 °C.

Uso: el MRC debe ser agitado durante aproximadamente 30 s con el propósito de volver a mezclar el agua que puede encontrarse condensada en la superficie interior del envase. Para evitar la contaminación del MRC, NO deben tomarse muestras directamente del contenedor, para lo cual se sugiere disponer alícuotas en contenedores limpios y secos. Estas alícuotas nunca deben devolverse al envase.

Preparación gravimétrica de soluciones intermedias: se deben tomar alícuotas medidas gravimétricamente, para lo cual se sugiere no pesar menos de 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.

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, una alícuota no menor a 0.1 g del material de referencia, empleando una balanza de una resolución mínima de 0.1 mg. Posteriormente, se completa a volumen 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.

Se aclara que el usuario es quien establece el tiempo de vida máximo para las soluciones intermedias preparadas a partir de esta solución estándar.

Transpiración: el valor de referencia y su incertidumbre consideran el efecto de la transpiración del material, hasta el punto en el que el usuario abre dicho material. En este sentido, una vez el material es abierto, la velocidad de transpiración del material puede incrementarse lo que conlleva a un incremento de la concentración del elemento. Por lo tanto, es responsabilidad del usuario controlar este efecto, para lo cual se sugiere realizar un control gravimétrico del material antes y después de cada uso, así como realizar la corrección correspondiente.

Nota: 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 solución 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 fue preparado en las instalaciones del Instituto Nacional de Metrología, a partir de carbonato de calcio, ácido nítrico y agua de alta pureza.

HOMOGENEIDAD: la evaluación de homogeneidad de este material se realizó para aproximadamente el 10 % de las unidades. Las mediciones se realizaron bajo condiciones de repetibilidad 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, Andrés Castillo, Kevin Villalobos, Yeraldin Aguilar; las mediciones por Absorción atómica fueron realizadas por Johanna Abella; las mediciones por ICP-MS estuvieron a cargo de Henry Torres y Johanna Abella. El análisis de datos fue realizado por Johanna Abella.

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, p. 11.
- (3) GUIDE, ISO 35 (2017) Reference materials–Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. ISO, Geneva, Switzerland, 2017.
- (4) LEVENSON, Mark S., et al. An approach to combining results from multiple methods motivated by the ISO GUM. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 2000, vol. 105, no 4, p. 571.

Elaborado

Aprobado

Carlos Andrés España
Coordinador del Grupo de
Metrología en Análisis Inorgánico
Químico, MSc.

Diego Alejandro Ahumada Forigua
Subdirector de Metrología Química y
Biomedicina
Químico, MSc.

Histórico de revisión del documento 2020/09/01 (fecha original de certificación)

FIN DEL CERTIFICADO