

SUBDIRECCIÓN DE METROLOGÍA QUÍMICA Y BIOMEDICINA

CERTIFICADO DE MATERIAL DE REFERENCIA

CERTIFICADO No.: 004-2019
VERSIÓN DEL CERTIFICADO: 02

FECHA DE CERTIFICACIÓN: 2019/04/26

Página 1 de 4

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO DE CADMIO (Cd)

CÓDIGO: INM-014-1

LOTE No.: 190401-02

VALOR CERTIFICADO E INCERTIDUMBRE

PROPIEDAD CERTIFICADA	VALOR	INCERTIDUMBRE EXPANDIDA (U) / k=(1.97)
Fracción másica de Cd	977 mg/kg	16 mg/kg

El valor certificado para la fracción másica de Cadmio (Cd) es el promedio de los valores medidos a través de dos métodos analíticos independientes (1). La estimación de incertidumbre del material INM-014-01 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 caracterización del material, estabilidad a largo plazo, estabilidad a corto plazo y la homogeneidad del lote. La combinación de valores se realizó acorde con Levenson (1). 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 se encuentra envasado en frascos de polietileno de alta densidad, conteniendo 125 mL por unidad. La botella tiene alrededor de la tapa una cinta de seguridad, y a su vez está se encuentra empacada al vacío. El material tiene una protección externa la cual consiste en un empaque aluminizado Mylar.

USO PREVISTO: este material de referencia certificado puede usarse en la medición de Cadmio (Cd) 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 INFORMATIVOS: el material de referencia cuenta con algunos valores informativos, los cuales son valores **NO** certificados. El material de referencia viene a una concentración aproximada de HNO₃ de 1.8 g/100 g; la cual fue determinada mediante titulación gravimétrica con detección potenciométrica.

TRAZABILIDAD: el valor certificado del INM-014-1 es trazable metrologicamente al Sistema Internacional (SI) a través del SRM 3108 del National Institute of Standards & Technology

(NIST) y para el caso de las mediciones gravimétricas realizadas para su certificación, estas fueron trazables a través del kilogramo prototipo nacional de platino-iridio, marcado con el No. 21, propiedad del Gobierno de los Estados Unidos Mexicanos.

PERIODO DE VALIDEZ: el valor certificado del material INM-014-1 Lote 190401-02 es válido dentro de la incertidumbre de medición estimada hasta la fecha **2020-09-21**, 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 o los valores no han sufrido ninguna modificación y en caso de que se detecte algún cambio significativo, el cliente será notificado.

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

- (a) Espectrometría de absorción atómica con sistema de atomización con llama (EAA).
- (b) Espectrometría de emisión atómica con sistema de atomización con llama (EEA).
- (c) 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-014-1 debe ser almacenado a una temperatura entre 4°C y 23.5 °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-014-1 debe ser transportado en su empaque original, evitando la exposición directa a fuentes de luz y calor. Este material debe mantener a temperaturas inferiores a 40 °C y humedades relativas entre 30 % y 80%.

Uso: el MRC debe ser agitado durante aproximadamente 30 s con el propósito de remezclar 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 Cadmio (Cd) metálico, HNO₃ y agua de alta pureza.

HOMOGENEIDAD: la evaluación de homogeneidad de este material se realizó para aproximadamente el 10 % de las unidades del lote 190401-02. Las mediciones se realizaron a través de Absorción atómica y los resultados mostraron un grado adecuado de homogeneidad.

INFORMACIÓN ADICIONAL: no aplica.

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

NOTA LEGAL: este material de referencia fue producido bajo un sistema de gestión de calidad acorde con los requisitos de la Norma ISO 17034:2016.

PARTICIPANTES: la preparación gravimétrica del material de referencia fue realizada por Luis Leonardo Soto y Stephanie Segura, las mediciones por Absorción atómica y Emisión atómica fueron realizadas por Luis Leonardo Soto, las mediciones por ICPMS y el análisis de datos fue realizado por Diego Alejandro Ahumada.

REFERENCIAS:

- (1) 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.
- (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, I. S. O. 35 (2017) Reference materials—Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. ISO, Geneva, Switzerland, 2017.

Elaborado

Aprobado

Carlos Andrés España Sánchez
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

Versión 01: 2019-04-26 fecha original de certificación.

Versión 02: 2020-06-18 actualización del formato de certificado.

FIN DEL CERTIFICADO