

SUBDIRECCIÓN DE METROLOGÍA QUÍMICA Y BIOLOGÍA

CERTIFICADO DE MATERIAL DE REFERENCIA

CERTIFICADO No.: 002-2022
VERSIÓN DEL CERTIFICADO: 01

FECHA DE CERTIFICACIÓN/EMISIÓN: 2022/04/25

Página 1 de 4

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO DE MERCURIO (Hg) EN HARINA DE PESCADO

CÓDIGO: INM-017-1

LOTE No.: 210810

VALOR CERTIFICADO E INCERTIDUMBRE

PROPIEDAD CERTIFICADA	VALOR	INCERTIDUMBRE EXPANDIDA (U) / k= (1.97)
Fracción másica de Hg en harina de pescado	3.937 mg/kg	0.227 mg/kg

El valor certificado para la fracción másica de Mercurio en (Hg) en harina de pescado es el promedio de los valores medidos a través de dos métodos analíticos independientes (1). La estimación de la incertidumbre del material INM-017-1 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 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 estimó 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: El material consiste en una botella de vidrio ámbar, que contiene aproximadamente 15 g de harina de pescado. Las unidades fueron selladas con bolsas transparentes, y luego empacadas en bolsas aluminizadas Mylar junto con un absorbente de oxígeno y humedad (sílica).

USO PREVISTO: Este material de referencia certificado puede usarse para la validación de métodos o el aseguramiento de la calidad en la medición de Mercurio (Hg) en harina de pescado o matrices similares empleando las siguientes técnicas analíticas: espectrometría de absorción atómica con vapor en frío, espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente o técnicas similares que requieran de este tipo de muestras como control de calidad.

TRAZABILIDAD: El valor certificado del INM-017-1 es trazable metrologicamente al Sistema Internacional (SI) a través del SRM 3133 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 (Pt-Ir) propiedad del PTB de Alemania cuyo valor nominal es de 1 kg.

PERIODO DE VALIDEZ: el valor certificado del material INM-017-1 es válido dentro de la incertidumbre de medición estimada hasta la fecha **2023-08-10**, 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 vapor en frío (CV-AAS).
- (b) Plasma acoplado inductivamente con detector de espectrometría de masas (ICP-MS)

Los extractos fueron obtenidos mediante el uso de digestión húmeda asistida por microondas, la cuantificación se realizó mediante adición patrón gravimétrico, con el uso de materiales de referencia certificados del National Institute of Standards & Technology.

Para todos los métodos analíticos se consideraron todas las fuentes de error sistemático conocidas y el sesgo del método fue controlado a través del uso de ERM-CE 464 Tuna Fish de Joint Research Centre (JRC).

MÍNIMA CANTIDAD DE MUESTRA no pesar cantidades inferiores a 0.5 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-017-1 debe ser almacenado a una temperatura entre 10°C y 35°C, no debe exponerse a la luz del sol y/o fuentes de calor y debe evitarse su almacenamiento en nevera. Una vez abierta la bolsa aluminizada se sugiere mantener el material en un lugar oscuro a temperatura ambiente entre 10°C y 35°C, preferiblemente a 25 °C.

Transporte: INM-017-1 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 y humedades relativas entre 20 % y 80%.

Uso: el MRC debe ser agitado suavemente durante 60 s, con el propósito de homogenizar el material. Para evitar la contaminación del MRC, NO deben tomarse porciones directamente

de la botella, para lo cual se sugiere disponer porciones en recipientes de plásticos limpios y secos. Estas porciones nunca deben devolverse a la botella.

Determinación de la humedad: se deben tomar porciones de no menos de 1g del material que deben secarse a 75 °C +/- 2°C durante 15 horas, para realizar la correspondiente corrección por humedad. Se sugiere como criterio de peso constante 0.7mg, en caso de no obtener este valor se recomienda un calentamiento adicional de 2 horas.

Esta determinación debe ser independiente a la medición de la fracción másica de mercurio.

Se aclara que el usuario es quien establece el tiempo de vida máximo para los extractos y sus disoluciones intermedias preparadas a partir del mismo.

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 harina de pescado obtenida a partir de muestras de bagre crudo, 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 siguientes etapas: i) a partir de la ejecución del contrato 104 de 2021 con la universidad de la Sabana que cubrió las operaciones de adquisición, fileteado, secado por liofilización, desengrasado, molienda, tamizaje y empaçado al vacío; ii) en las Instalaciones del Instituto Nacional de Metrología, a partir de un lote de aproximadamente 10 kg de material de partida que fue homogeneizado, envasado, etiquetado, sellado al vacío, empaçado y finalmente, sometido a un análisis microbiológico.

HOMOGENEIDAD: la evaluación de la homogeneidad de este material se realizó para aproximadamente el 10 % de las unidades del lote 210810. Las mediciones se realizaron a través de plasma acoplado inductivamente con detector de espectrometría de masas y los resultados mostraron un grado adecuado de homogeneidad.

SUBCONTRATACIÓN: la primera etapa de preparación del material fue subcontratada con el laboratorio de alimentos de la Universidad de la Sabana y el análisis microbiológico fue realizado por el laboratorio Angel Bioindustrial.

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 producción del material de referencia fue realizada por Carlos Andrés España, Miguel Ramos, Vanessa Cárdenas y Nathaly González. Las mediciones por absorción atómica con vapor en frío fueron realizadas por Adriana Rodríguez y Fabián Niño, las mediciones por ICP-MS fueron realizadas por Diego Alexander Garzón, la digestión de las muestras fue realizada por Fabián Niño y el análisis de datos fue realizado por Johanna Abella y Diego Alexander Garzón.

Elaborado

Ronald Orlando Cristancho Amaya
Coordinador grupo de Metrología en
Análisis Inorgánico
Químico, MSc.

Aprobado

Luz Myriam Gómez Solano
Subdirectora de Metrología Química y
Biología
Química, MSc

Histórico de revisión del documento:

Versión 01: 2022-04-25 fecha original de certificación

FIN DEL CERTIFICADO