

SUBDIRECCIÓN DE METROLOGÍA QUÍMICA Y BIOLOGÍA

CERTIFICADO

CERTIFICADO No.: 001-2022
VERSIÓN DEL CERTIFICADO: 02

FECHA DE CERTIFICACIÓN: 2022/02/02

Página 1 de 5

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO

SOLUCIÓN DE CLORPIRIFOS (D10) EN ACETONITRILLO

(FRACCIÓN MÁSCICA NOMINAL DE 100 mg/kg)

CÓDIGO: INM-022-1

LOTE No.: 211110

VALOR CERTIFICADO E INCERTIDUMBRE

PROPIEDAD CERTIFICADA	VALOR	INCERTIDUMBRE EXPANDIDA (U) k= 1.97
Fracción másica de clorpirifos (D10) en acetonitrilo	100.0 mg/kg	1.4 mg/kg

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 95 %, asumiendo una distribución normal.

El valor certificado para la fracción másica de clorpirifos (D10) en acetonitrilo fue obtenido de la preparación gravimétrica a partir del material de referencia certificado DRE-C11600100 de LGC (LGC Group, Reino Unido). El valor fue confirmado a través de cromatografía líquida con detector de arreglo de diodos. La estimación de la incertidumbre del material se realizó acorde con la guía para la expresión de la incertidumbre GUM (1) y la guía ISO 35:2017 (2). Los principales componentes de la incertidumbre están asociados a la pureza, preparación gravimétrica del material, homogeneidad y estabilidad.

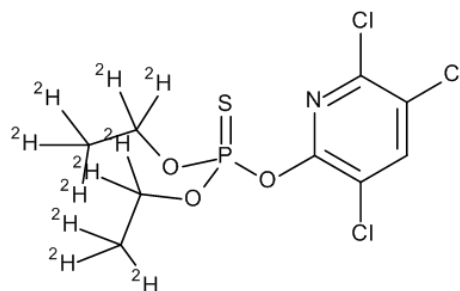


Figura 1. Estructura molecular del Clorpirifos (D10)

DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL: el material de referencia certificado INM-022-1 corresponde a una solución de clorpirifos (D10), número de registro CAS 285138-81-0, en acetonitrilo con una concentración nominal de 100 mg/kg. Cada unidad del material corresponde a tres ampollas de vidrio con un contenido neto de 3 mL del MRC, almacenadas en una caja de cartón y bolsa de cierre hermético Mylar®.

USO PREVISTO: el material de referencia certificado INM-022-1 puede ser empleado en la calibración analítica, como estándar interno, estándar subrogado, control de calidad en la evaluación del desempeño de métodos y para asignar valor a otros materiales.

VALORES DE REFERENCIA: este material no presenta valores de referencia.

VALORES INFORMATIVOS: este material no presenta valores informativos.

TRAZABILIDAD: el valor certificado del material INM-022-1 es trazable metrológicamente al Sistema Internacional de Unidades (SI) a través del material de referencia certificado DRE-C11600100 de LGC (LGC Group, Reino Unido) y para el caso de las mediciones gravimétricas realizadas para su certificación, estas fueron trazables a través del kilogramo prototipo nacional de platino-iridio del Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) de Alemania.

PERIODO DE VALIDEZ: el valor certificado del material INM-022-1 es válido dentro de la incertidumbre de medición estimada hasta la fecha 2023-09-10, 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 manipulación, almacenamiento, transporte 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 confirmación de la fracción másica de clorpirifos (D10) se llevó a cabo por cromatografía líquida con detector de arreglo de diodos. La cuantificación se realizó a través de una calibración externa de dos puntos (bracketing). Se presenta en la figura 2, el espectro de masas obtenido por GC-MS/MS.

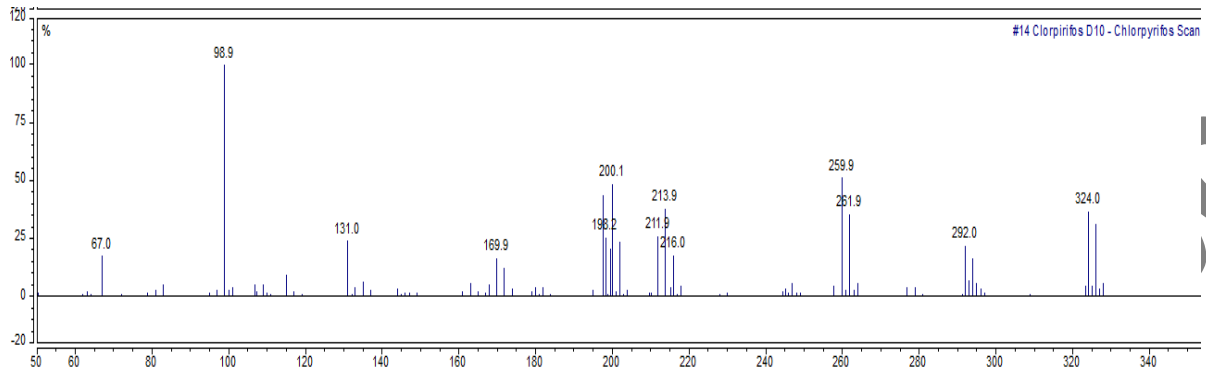


Figura 2. Espectro de masas Clorpirifos (D10)

MÍNIMA CANTIDAD DE MUESTRA: se recomienda emplear cantidades mayores a 100 mg, con el fin de no generar aportes considerables a la incertidumbre por la preparación.

INSTRUCCIONES DE MANIPULACIÓN, ALMACENAMIENTO, TRANSPORTE Y USO:

Transporte: el material INM-022-1 debe ser transportado en su empaque original, evitando la exposición directa a fuentes de luz o calor. Puede ser transportado a temperatura ambiente por un periodo máximo de cinco días.

Almacenamiento: este MRC debe almacenarse sellado y en su empaque original a una temperatura igual o inferior a 4 °C hasta su uso; no debe exponerse a fuentes directas de calor o luz.

Manipulación y uso: cada ampolla del material INM-022-1 es de un único uso. Antes de su uso debe agitarse por lo menos 30 segundos con el propósito de mezclar completamente la solución, incluyendo cualquier condensado que se encuentre en el espacio libre dentro de la ampolla. Debido a la volatilidad del acetonitrilo y con el fin de garantizar que el valor asignado sea válido dentro de la incertidumbre declarada en este certificado, una vez abierta la ampolla, debe ser empleada inmediatamente.

El valor certificado de este material corresponde a la fracción másica de clorpirifos (D10), por esta razón se sugiere que NO se tomen alícuotas volumétricas. A continuación, se dan recomendaciones para la preparación de diluciones intermedias:

Soluciones intermedias en masa/masa: se deben tomar alícuotas medidas gravimétricamente, para lo cual se sugiere pesar al menos 0.1 g del material INM-022-1 en una balanza de resolución mínima de 0.1 mg. La preparación se realiza pesando directamente sobre un recipiente limpio y seco la alícuota del material, y completando con disolvente hasta alcanzar la masa final deseada. La balanza DEBE estar calibrada y se deben realizar las correcciones pertinentes a las cantidades pesadas.

Soluciones intermedias en masa/volumen: se sugiere pesar directamente sobre un balón aforado una alícuota de mínimo 0.1 g del material INM-022-1, empleando una balanza de resolución mínima de 0.1 mg; posteriormente retirar de la balanza y aforar con disolvente hasta alcanzar el volumen final deseado. El usuario debe tener en cuenta que tanto el balón empleado como la balanza DEBEN estar debidamente calibrados y se deben realizar las correcciones pertinentes a los valores medidos.

Nota: en ambos casos se recomienda proteger las soluciones preparadas de la luz y de ser necesario, almacenar a temperaturas inferiores a 4 °C en material de vidrio.

El valor certificado de este material pierde su vigencia si este es trasvasado, resellado o alterado de alguna forma.

INFORMACIÓN DE SEGURIDAD Y SALUD: debido que el material INM-022-1 corresponde a una solución de clorpirifos (D10) en acetonitrilo, se debe considerar toda la información de seguridad y salud que se encuentran en la hoja de seguridad adjunta a este certificado.

PREPARACIÓN: el material INM-022-1 fue preparado en las instalaciones del Instituto Nacional de Metrología, a partir de la dilución gravimétrica del material de referencia certificado DRE-C11600100 de LGC (LGC Group, Reino Unido) con acetonitrilo de alta pureza. Luego de su homogenización, se dispensaron 3 mL de la solución en ampollas de vidrio. Cada ampolla fue saturada con argón y finalmente, selladas térmicamente.

HOMOGENEIDAD: la evaluación de homogeneidad del material INM-022-1 se realizó con una muestra representativa del lote 211110, correspondiente al 10 % de las unidades. Las mediciones se realizaron a través de cromatografía líquida con detector de arreglo de diodos bajo condiciones de repetibilidad. Los resultados mostraron un grado adecuado de homogeneidad.

INFORMACIÓN ADICIONAL: el material INM-022-1 fue producido bajo en sistema de gestión de calidad acorde con los requisitos de la norma ISO 17034:2016 (3).

SUBCONTRATACIÓN: la producción del material de referencia INM-022-1 no incluyó actividades subcontratadas.

NOTA LEGAL: no aplica.

PARTICIPANTES: la preparación gravimétrica de este material fue realizada por Yeraldin Aguilar, Juliana Serna y Laura Morales; las mediciones y análisis de datos fueron realizados por Ivonne González y Laura Morales.

REFERENCIAS:

- (1) BIPM; IEC; IFCC; ISO; IUPAC; IUPAP; OIML. Evaluation of measurement data – Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM). Joint Committee for Guides in Metrology, 1995.
- (2) ISO Guide 35, Reference materials — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. ISO, Geneva, Switzerland, 2017.

- (3) ISO 17034:2016, Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia. ISO, Geneva, Switzerland, 2016.

Elaborado

Aprobado

Ivonne A. González Cárdenas
Profesional Especializado
Química, M.Sc

Luz Myriam Gómez Solano
Subdirector de Metrología Química y
Biología
Química, M.Sc

Histórico de revisión del documento

Versión 1: 2022/02/02 (fecha original de certificación)

Versión 2: 2023/03/08 (ampliación de vigencia del material)

FIN DEL CERTIFICADO