

- **Trazabilidad metrológica & calibración para mediciones de cadmio en cacao**

Elmer Carrasco Solis
Especialista del Área de Metrología Química

INACAL – Instituto Nacional de Calidad

Somos el ente rector y máxima autoridad normativa que conduce el Sistema Nacional para la Calidad en el país.

(Adscrito al Ministerio de la Producción)

Nuestra finalidad es promover y asegurar el **cumplimiento de la Política Nacional para la Calidad** con miras a:



**EL DESARROLLO Y LA COMPETITIVIDAD
DE LAS ACTIVIDADES ECONÓMICAS.**



LA PROTECCIÓN DEL CONSUMIDOR.

NORMALIZACIÓN

- Aprueba las Normas Técnicas Peruanas, no son reglamentos y son voluntarias.
- ESTANDARIZA los procesos productivos, con el objetivo de incrementar la calidad y seguridad de productos y servicios.
- Contribuye a la competitividad, intensifica la competencia e incrementa las exportaciones.

ACREDITACIÓN

- Evalúa la competencia técnica de los organismos de evaluación de la conformidad para dar garantía de un servicio confiable y reconocido nacional e internacionalmente.
- Apoyamos el desarrollo de productos y servicios competitivos en el ámbito nacional e internacional, garantizando seguridad y cumplimiento de estándares de calidad.

METROLOGÍA

- Garantiza la trazabilidad internacional de las mediciones.
- Presta servicios de calibración de equipos e instrumentos de medición a los laboratorios de calibración y a la industria.
- Custodia los patrones nacionales para asegurar la uniformidad de las mediciones en el país.

DESARROLLO ESTRATÉGICO

- Promueve una adecuada gestión e implementación de la Política nacional para la Calidad y el desarrollo de la Cultura de la Calidad.
- Investiga e identifica la demanda y oportunidades de desarrollo de la infraestructura de la calidad, identifica de brechas en materia de calidad y el desarrollo de estrategias de intervención.

Contenido (índice)

- ❑ Concepto de trazabilidad metrológica.
- ❑ Importancia de la participación ensayos de aptitud.
- ❑ Uso de materiales de referencia para mediciones de cadmio en cacao.
- ❑ Métodos y Técnicas instrumentales para la medición de cadmio en cacao.
- ❑ Calibración en mediciones químicas.

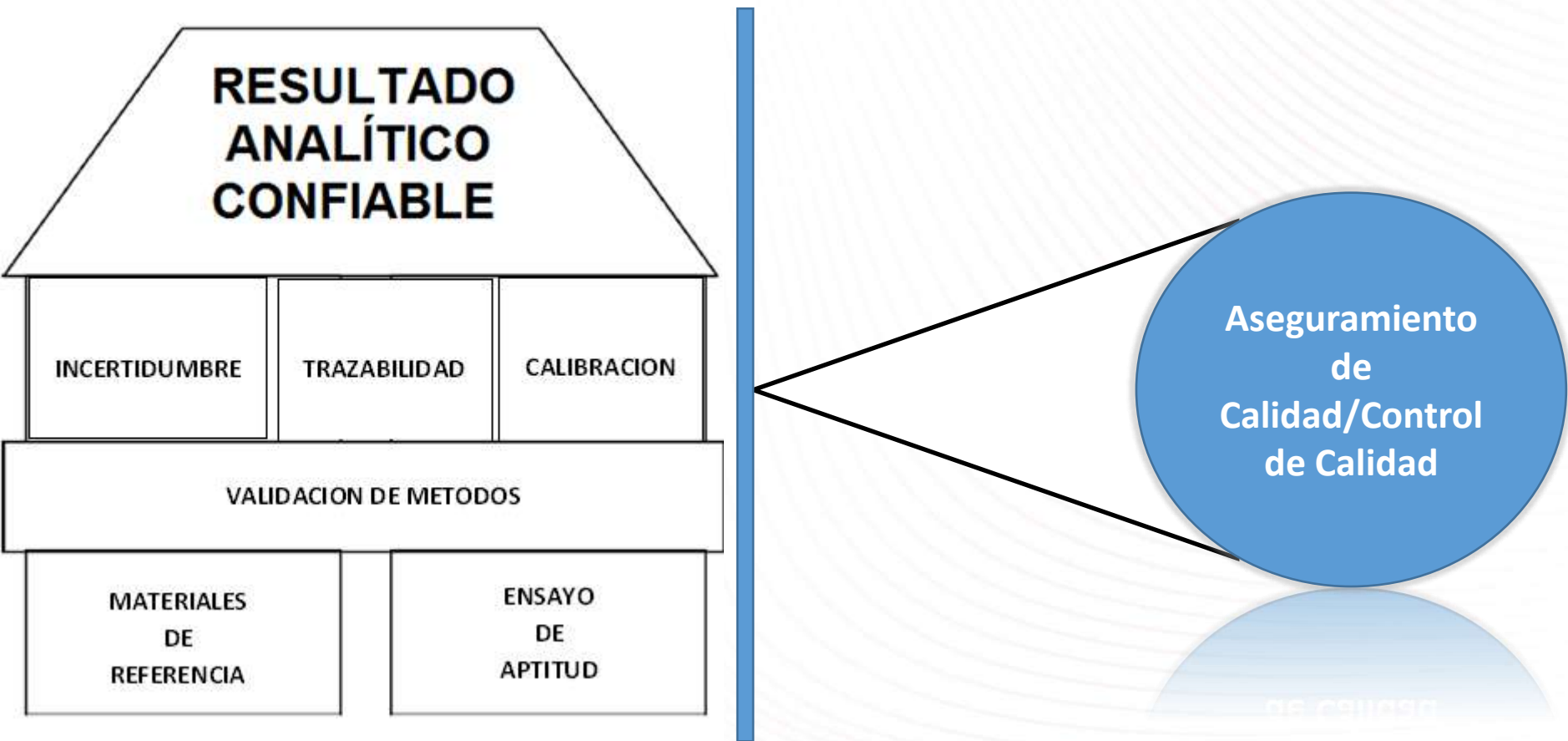
CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA



5,47 mg/kg Cd \pm 0,05 mg/kg Cd

El resultado
será confiable

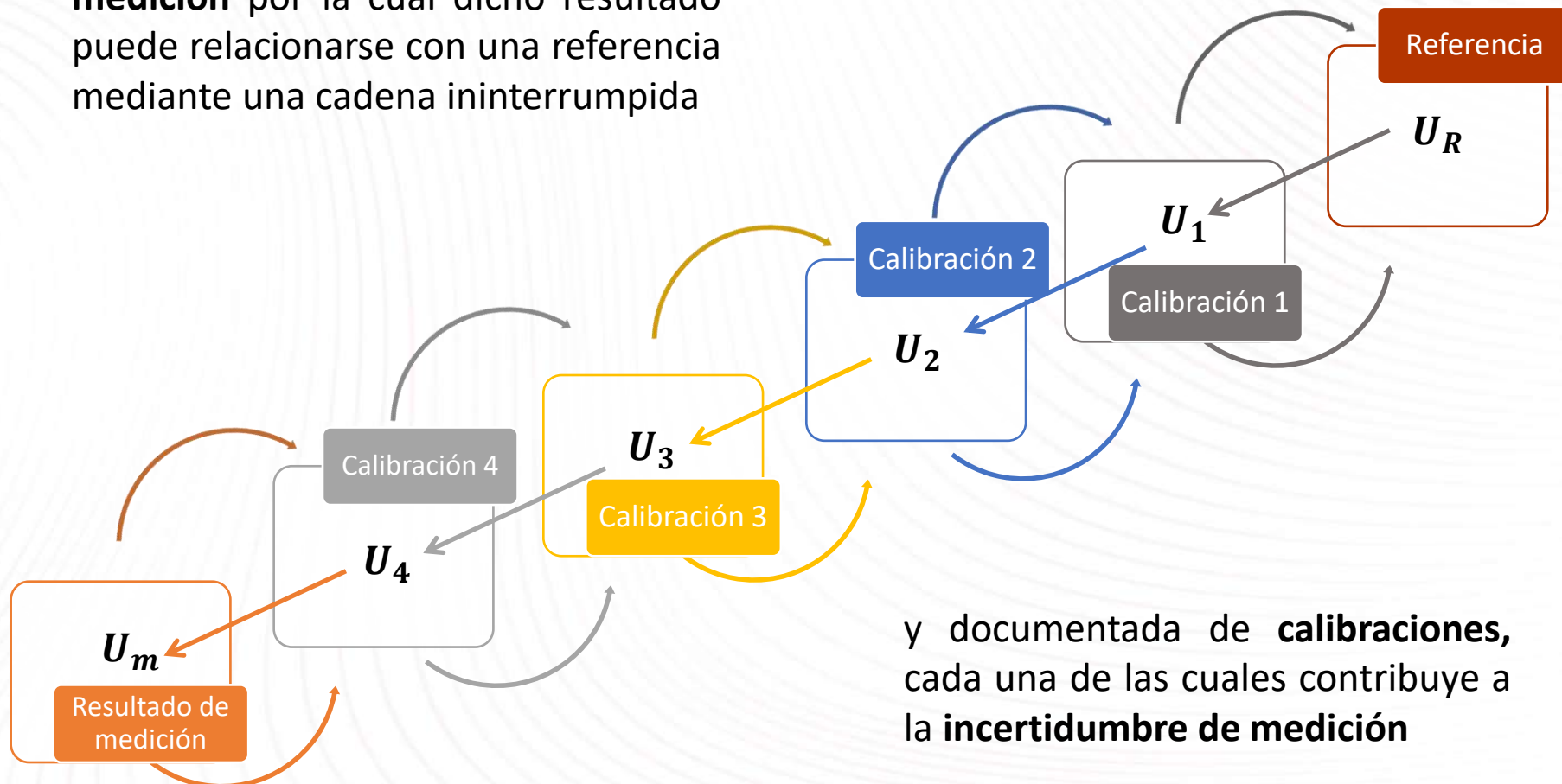
CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA



CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

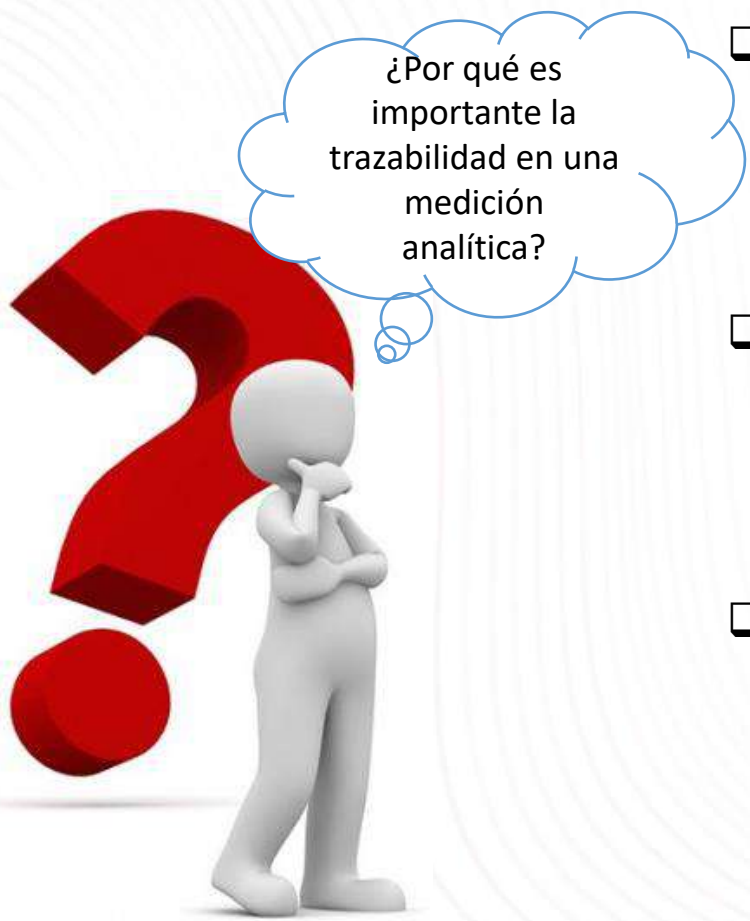
Trazabilidad Metrológica

Propiedad de un **resultado de medición** por la cual dicho resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida



CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Trazabilidad Metrológica



¿Por qué es importante la trazabilidad en una medición analítica?

- ❑ Necesidad de resultados de medición confiables que puedan ser comparables para evitar la duplicación de mediciones que cuestan tiempo y dinero.
- ❑ Medición confiable implica personal competente, métodos validados, sistema de calidad integral y trazabilidad a referencias adecuadas.
- ❑ Para lograr la comparabilidad de los resultados en el espacio y el tiempo, es esencial vincular todos los resultados de las mediciones individuales a algún estándar de referencia o medición común.

CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Trazabilidad Metrológica

**NORMA TÉCNICA
PERUANA**

**NTP-ISO/IEC 17025
2017**

Dirección de Normalización - INACAL
Calle Las Camelias 817, San Isidro (Lima 27)

Lima, Perú

6.5 Trazabilidad metrológica

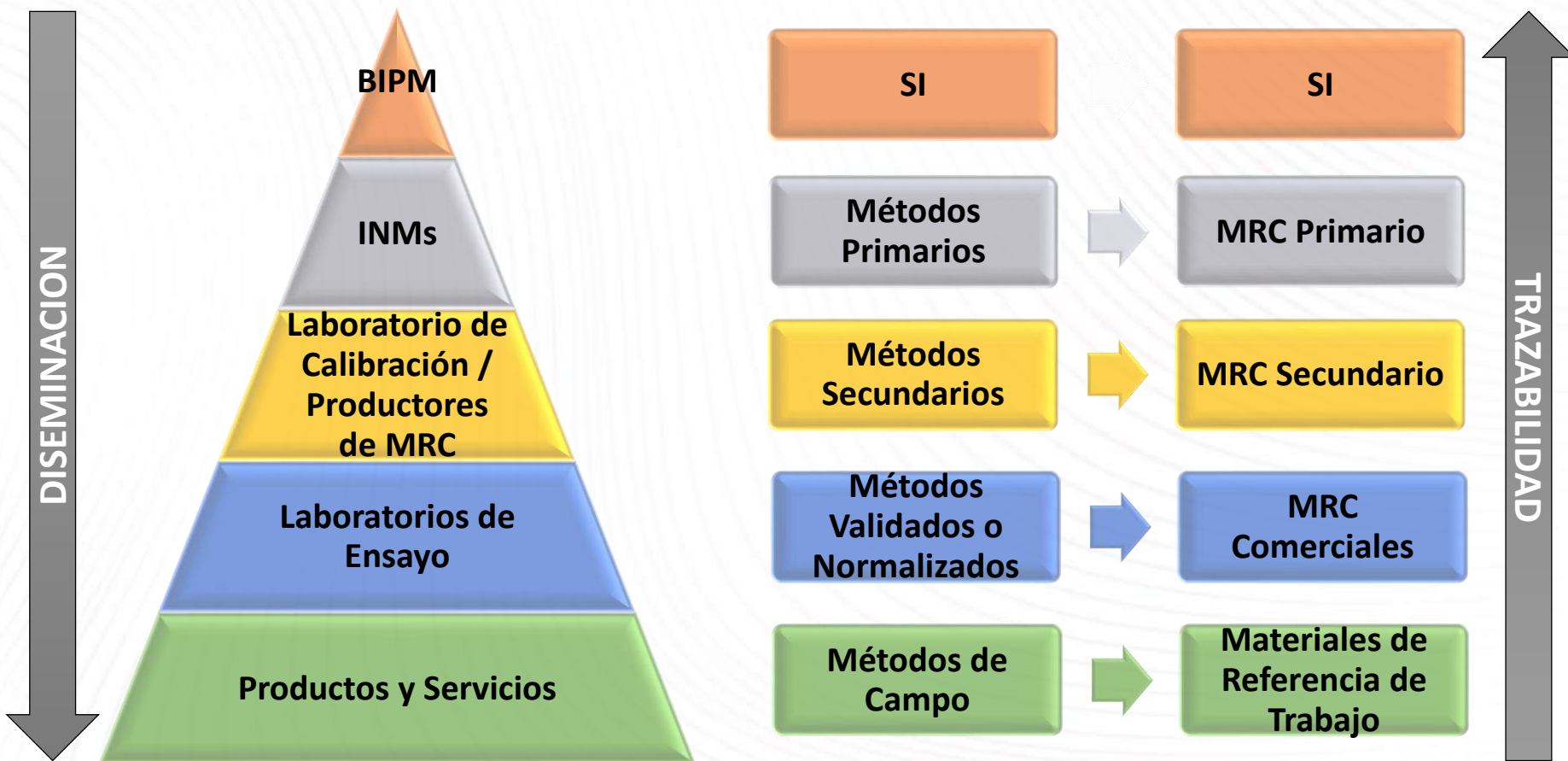
6.5.1 El laboratorio debe establecer y mantener la trazabilidad metrológica de los resultados de sus mediciones por medio de una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medición, vinculándolos con la referencia apropiada.

NOTA 1 En la Guía ISO/IEC 99, se define trazabilidad metrológica como la "propiedad de un resultado de medición por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medición".

NOTA 2 Para información adicional sobre trazabilidad metrológica, véase el Anexo A.

CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Jerarquía de Trazabilidad



CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Trazabilidad y Comparabilidad

COMPARABILIDAD ES LA PROPIEDAD DEL RESULTADO DE LA MEDICIÓN QUE LES PERMITE SER COMPARADOS INDEPENDIEMENTE DEL TIEMPO Y EL LUGAR.

Trazabilidad



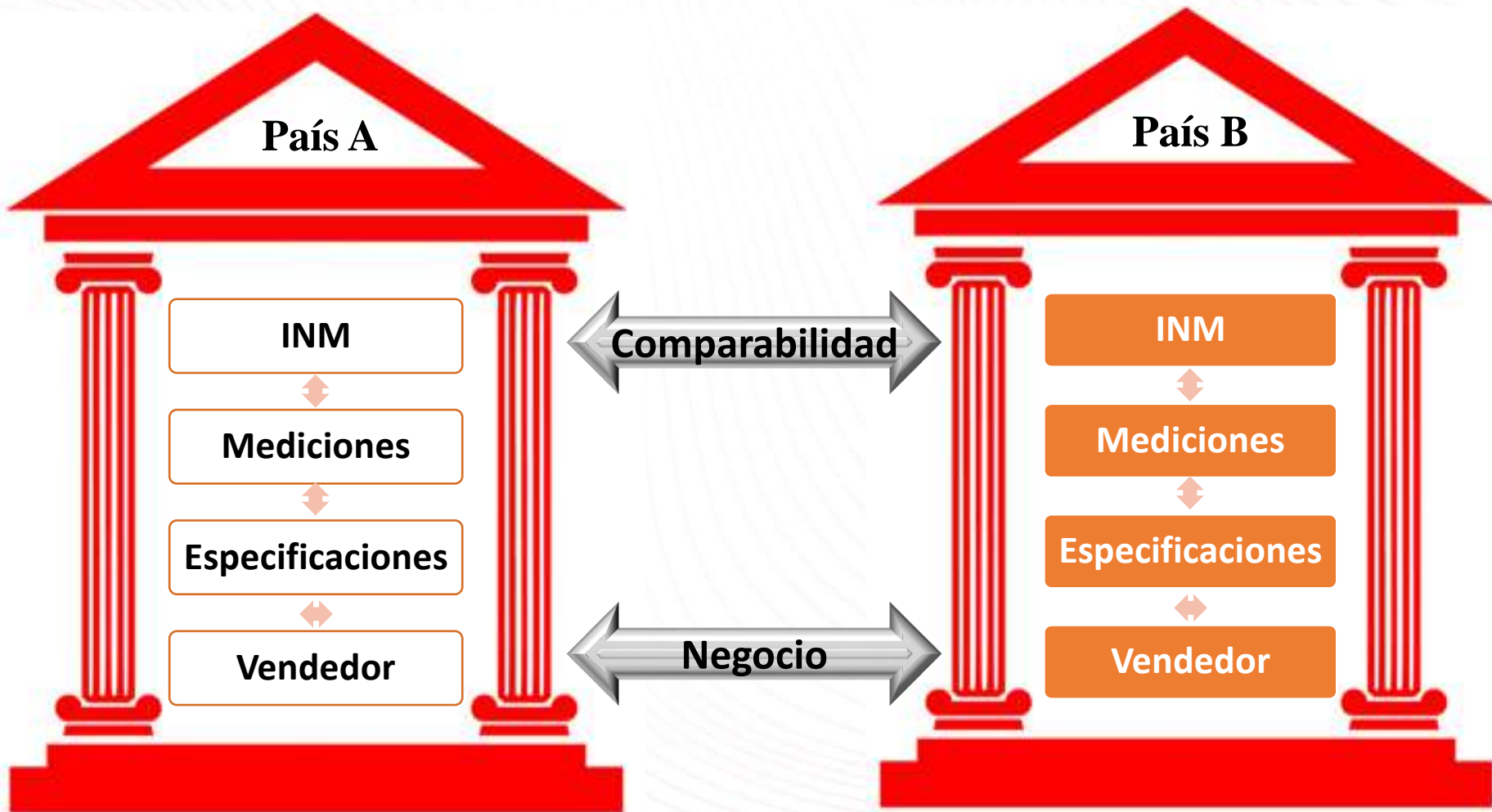
Comparabilidad



- Dos resultados de medición son comparables solo si se expresan en las mismas unidades.
- Si dos resultados de medición son comparables, eso no significa que los valores de cantidad medida o las incertidumbres de medición están en el mismo orden de magnitud.

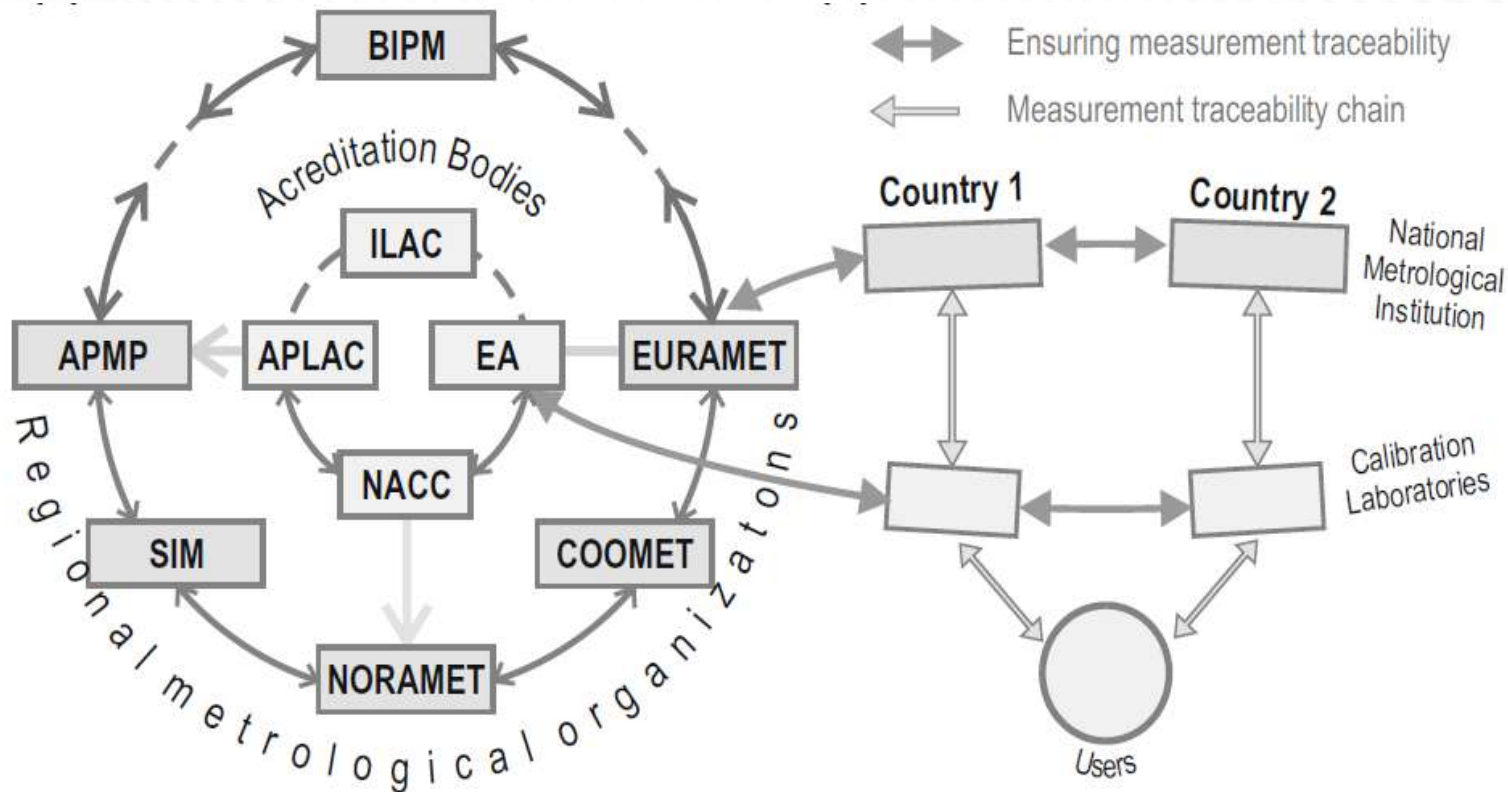
CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Trazabilidad y Comparabilidad



CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Cadena de Trazabilidad



Fuente: Metrology in Chemistry – Ewa Bulska (2012)

CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Esquema de Trazabilidad

- CCS Contenido de Cantidad de Sustancia
- R Relaciones
- LMQ Laboratorio de Metrología Química
- LQR Laboratorio Químico de Referencia
- LQS Laboratorio Químico Sectorial
- MC Medición de Campo

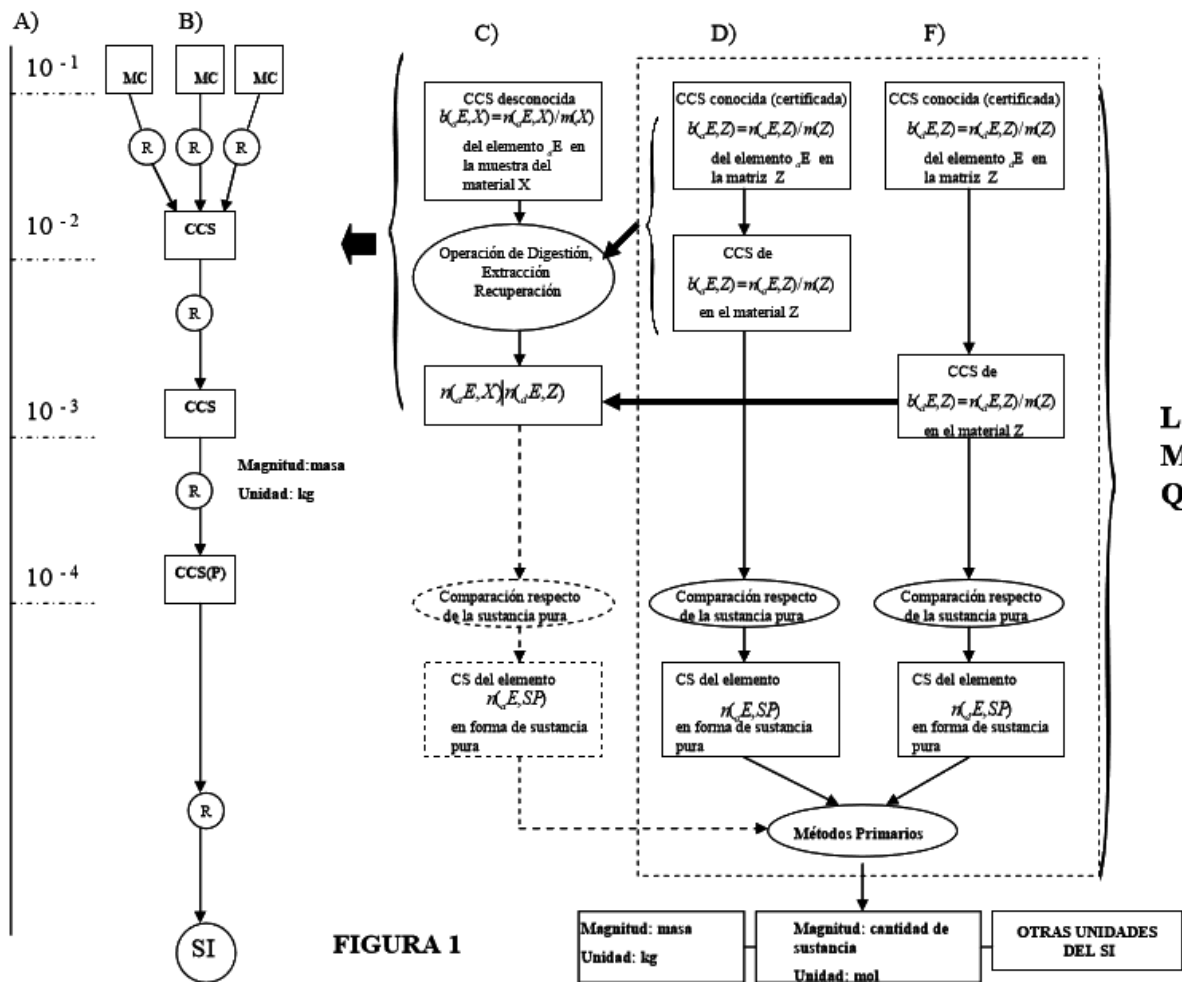
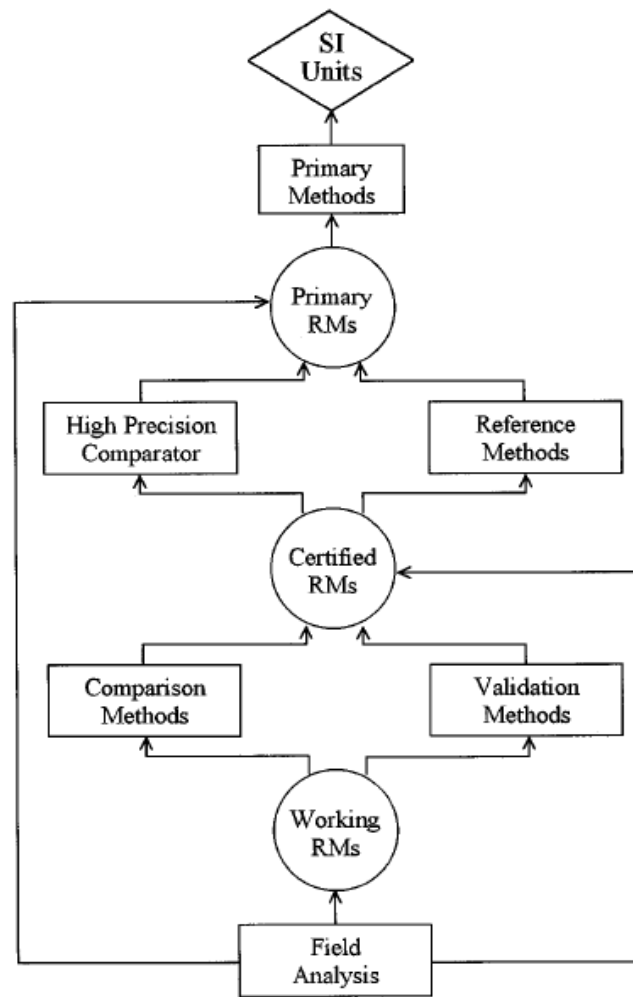
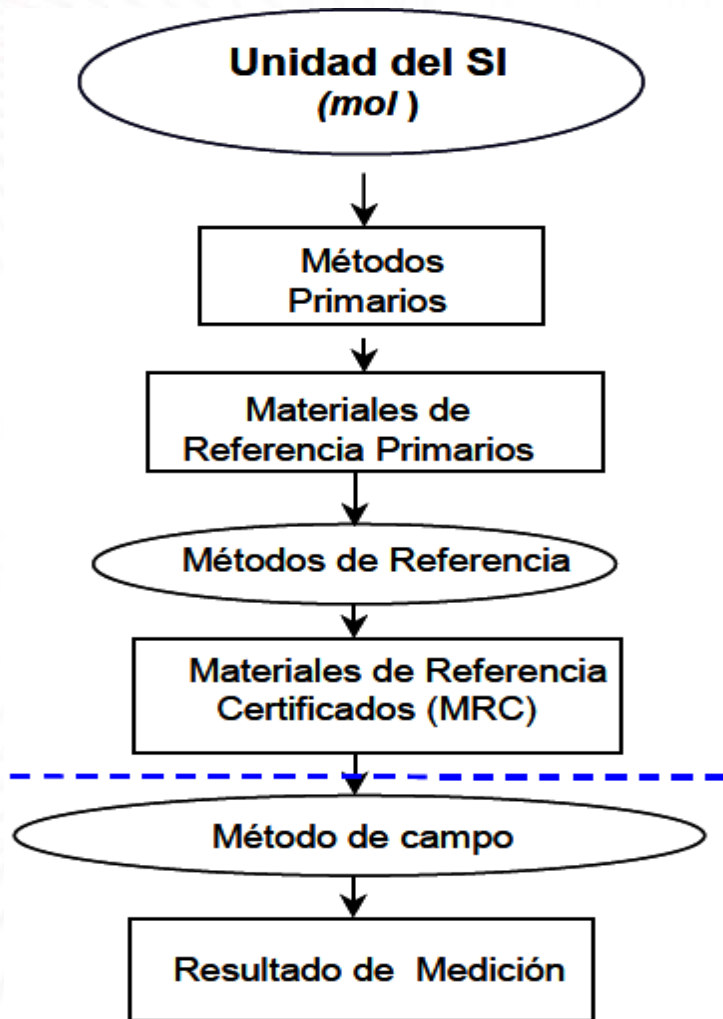


FIGURA 1

CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

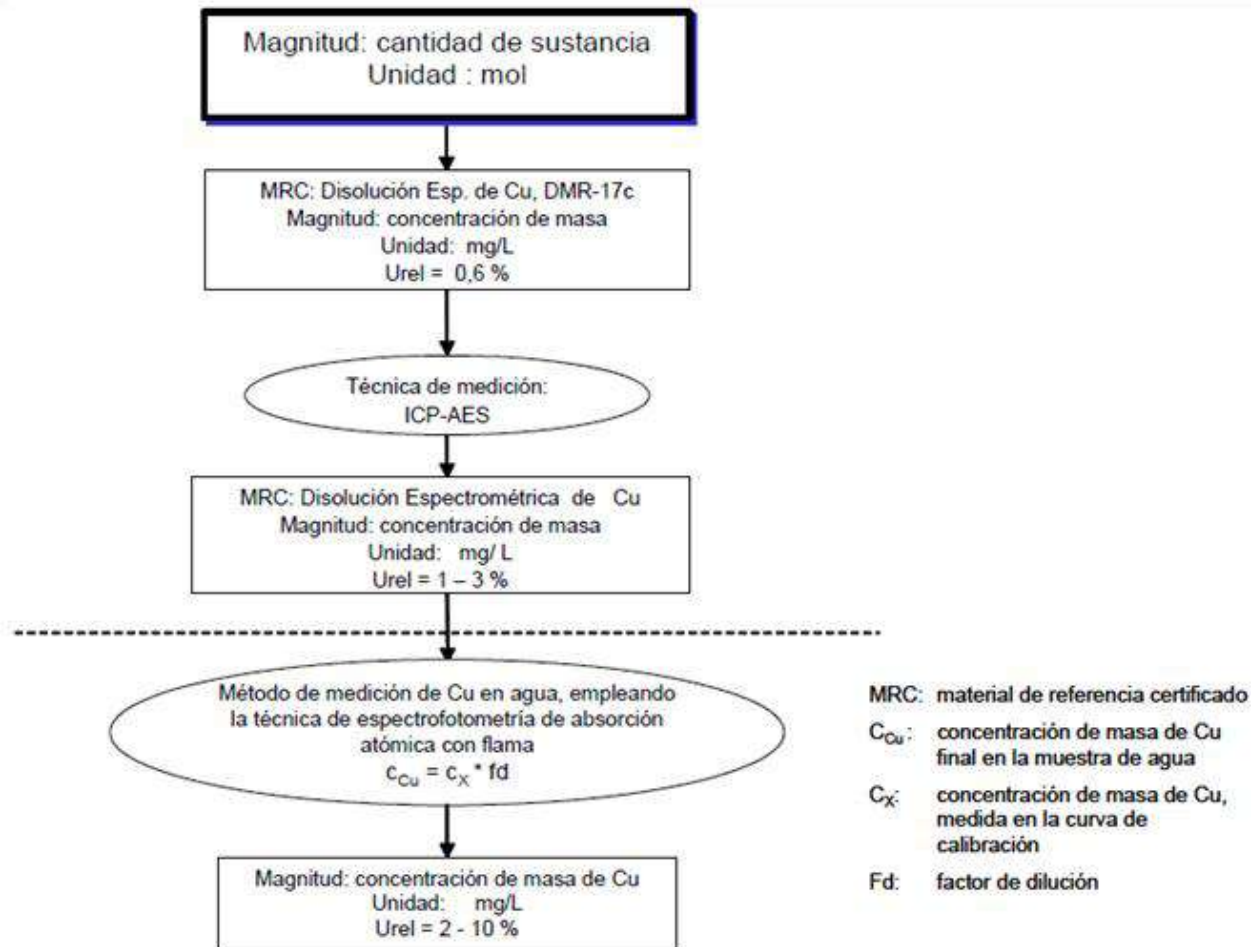
Esquema de Trazabilidad



CONCEPTO DE TRAZABILIDAD METROLOGICA

Esquema de Trazabilidad

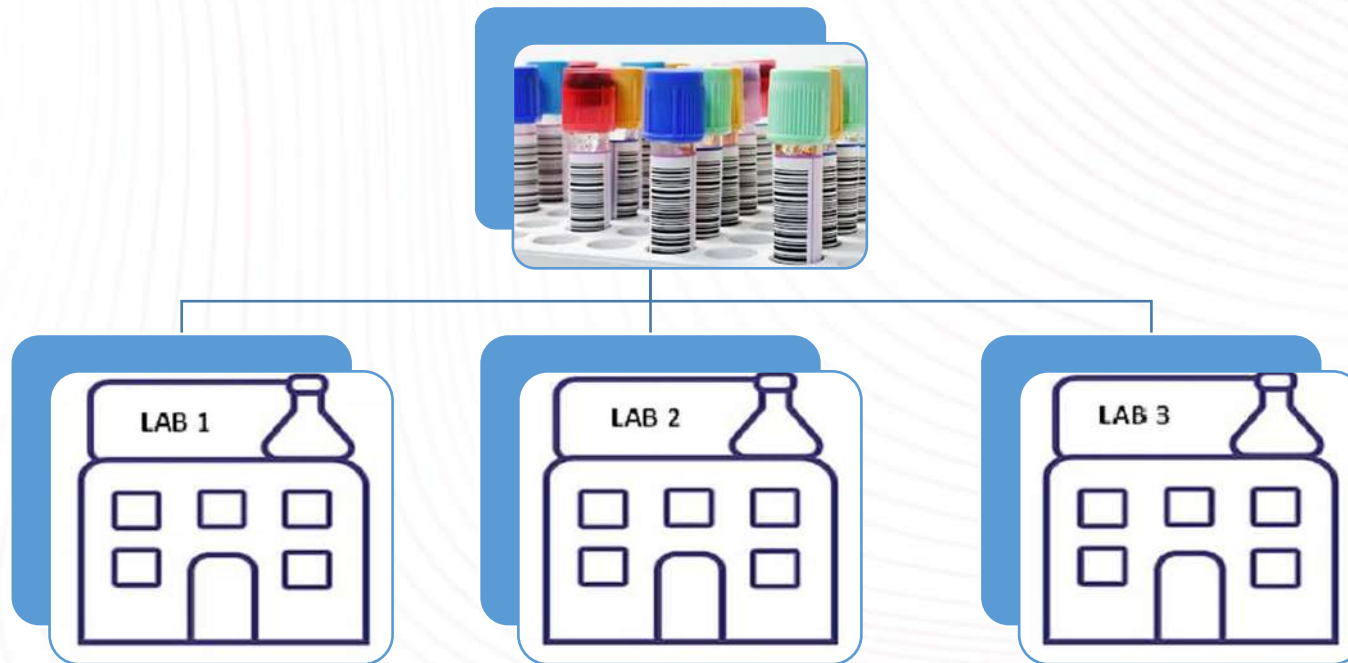
Carta de Trazabilidad de Medición de Cu en agua



IMPORTANCIA DE LA PARTICIPACION EN ENSAYOS DE APTITUD

Ensayo de aptitud

Evaluación del desempeño de los participantes con respecto a criterios previamente establecidos mediante comparaciones interlaboratorios



IMPORTANCIA DE LA PARTICIPACION EN ENSAYOS DE APTITUD

Importancia de ensayo de aptitud



Evaluar el desempeño de los laboratorios y realizar un seguimiento del desempeño continuo.



Identificar problemas e iniciar acciones de mejora.



Establecer la eficacia y la comparabilidad de los métodos de ensayo o medición.

IMPORTANCIA DE LA PARTICIPACION EN ENSAYOS DE APTITUD

NORMA
INTERNACIONAL

ISO/IEC
17043

Traducción oficial
Official translation
Traduction officielle

Primera edición
2010-02-01

**Evaluación de la conformidad —
Requisitos generales para los ensayos de
aptitud**

Especifica los requisitos generales para la competencia de los proveedores de programas de ensayos de aptitud y para el desarrollo y la operación de los programas de ensayos de aptitud.

IMPORTANCIA DE LA PARTICIPACION EN ENSAYOS DE APTITUD



INACAL
Instituto Nacional
de Calidad

Perú, calidad que deja huella.

[INICIO](#)

[METROLOGÍA](#)

[LABORATORIOS](#)

[RECONOCIMIENTOS
INTERNACIONALES](#)

[SERVICIOS
TECNOLÓGICOS](#)

[MATERIAL
DE REFERENCIA](#)

¿Qué estas buscando?



Inicio > Comparaciones y Ensayos de Aptitud

Me gusta 0

Twitter



A+

A-

R



Comparaciones y Ensayos de Aptitud

Programa de Comparaciones y Ensayos de Aptitud

Informes de Comparaciones y Ensayos de Aptitud

Comparaciones y Ensayos de Aptitud

Con el fin de contribuir al mejoramiento de la competencia técnica de los laboratorios de calibración y ensayo, la Dirección de Metrología desarrolla un Programa de intercomparaciones y ensayos.

La Dirección de Metrología podrá atender solicitudes de organizar otras intercomparaciones y ensayos de aptitud no mencionadas en los programas en función a nuestra capacidad de medición, recursos y carga de trabajo.



IMPRIMIR



SUBIR



PERÚ

Ministerio
de la Producción

IMPORTANCIA DE LA PARTICIPACION EN ENSAYOS DE APTITUD

PROGRAMA DE ENSAYOS DE APTITUD PARA 2020

Código	Descripción	Inscripciones	Periodo de Comparación	Descargable
DM-LMQ-079	Calibración de medidor de pH	Del 20 de febrero al 09 de marzo -Vacantes agotadas	Octubre - Noviembre- Por confirmar	Protocolo Inscripciones AQUÍ Formato de Resultados Informe final
DM-LMQ-080	Determinación de plomo, cadmio, mercurio y arsénico en productos hidrobiológicos de consumo humano	Hasta el 30 de setiembre	Octubre -Noviembre	Protocolo Inscripciones AQUÍ Formato de Resultados Informe final
DM-LMQ-081	Determinación de metales, pH, conductividad electrolítica, DQO, SST, SDT, dureza total, alcalinidad total, acidez, cloruros y sulfatos en agua	Hasta el 23 de octubre	Octubre - Diciembre	Protocolo Inscripciones AQUÍ Formato de Resultados Informe final
DM-LMQ-082	Determinación de cadmio en cacao	Del 19 de junio al 15 de setiembre	Setiembre -Octubre	Protocolo Inscripciones AQUÍ Formato de Resultados Informe final
DM-LMQ-083	Determinación de proximales y metales en harina de pescado	Próxima apertura de inscripciones	Octubre - Diciembre	Protocolo Inscripciones Formato de Resultados Informe final
DM-LMQ-084	Calibración de medidor de conductividad electrolítica	Próxima apertura de inscripciones	Setiembre - Diciembre	Protocolo Inscripciones Formato de Resultados Informe final

IMPORTANCIA DE LA PARTICIPACION EN ENSAYOS DE APTITUD

Informe Final de la Evaluación de Desempeño DM-LMQ-064

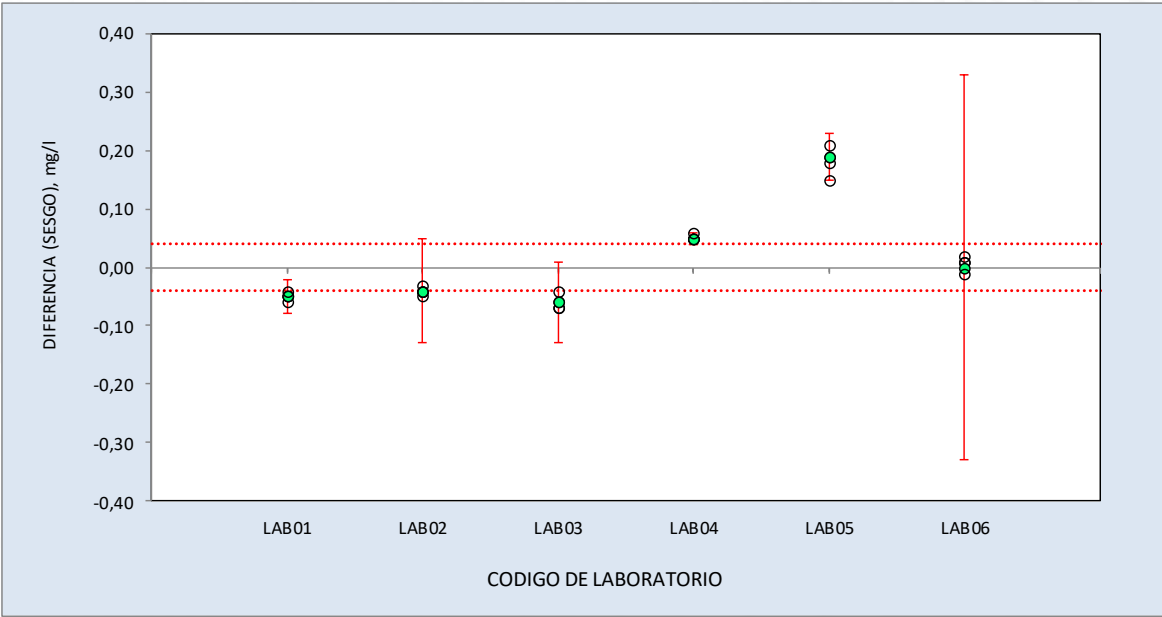
Ensayo de Aptitud

**“Determinación de Al, As, Cd, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb y Zn en
Agua de Río”**

1. OBJETIVO
2. PARTICIPANTES
3. ITEM DISTRIBUIDO
4. ESQUEMA DE DISTRIBUCIÓN Y CRONOGRAMA DE ENTREGA DE RESULTADOS
5. VALORES DE REFERENCIA Y MONITOREO DE LOS ITEMS
6. RESULTADOS DEL ESTUDIO DE LA COMPARACIÓN INTERLABORATORIOS
7. TRATAMIENTO DE LOS RESULTADOS
8. CONCLUSIONES DE LA EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO
9. OBSERVACIONES DE LA EVALUACIÓN DE DESEMPEÑO
10. COMENTARIOS FINALES Y OBSERVACIONES GENERALES SOBRE EL DESEMPEÑO DE LOS LABORATORIOS

IMPORTANCIA DE LA PARTICIPACION EN ENSAYOS DE APTITUD

Evaluación de Desempeño Cd en agua de río



Código de Lab.	Resultado de la Evaluación, z-score
LAB01	SATISFACTORIO
LAB02	SATISFACTORIO
LAB03	SATISFACTORIO
LAB04	SATISFACTORIO
LAB05	CUESTIONABLE
LAB06	SATISFACTORIO

USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

Material de Referencia y Material de Referencia Certificado



Material de Referencia (MR)

- Material, suficientemente homogéneo y estable con respecto a una o más propiedades especificadas, el cual ha sido establecido como adecuado para su uso intencionado en un proceso de medición.



Material de Referencia Certificado (MRC)

- Material de referencia caracterizado por medio de un procedimiento válido metrológicamente para una o más propiedades especificadas, acompañado de un certificado que proporciona el valor de la propiedad especificada, su incertidumbre asociada y una declaración de la trazabilidad metrológica.

USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

Material de Referencia y Material de Referencia Certificado

Documentos elaborados por ISO/REMCO referente a materiales de referencia:

- ISO Guía 30: 2015. Materiales de Referencia. Términos y definiciones seleccionados.
- ISO Guía 31: 2015. Materiales de Referencia. Contenido de certificados, etiquetas y documentación adjunta.
- ISO Guía 33: 2015. Materiales de Referencia. Buenas practicas en el uso de materiales de referencia.
- ISO 17034: 2016. Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia.
- ISO Guía 35: 2017. Materiales de Referencia. Guía para la caracterización y evaluación de la homogeneidad y la estabilidad.

USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

Material de Referencia y Material de Referencia Certificado

ISO 17034:2016

Requisitos de producción para MR y MRC

Requisitos generales	Todos los MR	MRC	Apartado aplicable
Planificación de la producción	Requerido	Requerido	7.2
Control de la producción	Requerido	Requerido	7.3
Manipulación y almacenamiento de material	Requerido	Requerido	7.4
Procesamiento de material	Requerido	Requerido	7.5
Procedimientos de medición	Requerido	Requerido	7.6
Equipos de medición	Requerido	Requerido	7.7
Integridad de los datos y evaluación	Requerido	Requerido	7.8
Trazabilidad metrológica de los valores certificados	No Requerido	Requerido	7.9
Evaluación de la homogeneidad	Requerido	Requerido	7.10
Evaluación y seguimiento de la estabilidad	Requerido	Requerido	7.11
Caracterización	Requerido, cuando se asignen valores	Requerido	7.12
Asignación de valores de propiedad	Requerido, cuando se asignen valores	Requerido	7.13
Asignación de incertidumbres de los valores de propiedad	No Requerido	Requerido para valores certificados	7.13
Documentos y etiquetas del MR	Requerido	Requerido	7.14
Servicio de distribución	Requerido	Requerido	7.15
Control de la calidad y registros técnicos	Requerido	Requerido	7.16
Gestión del trabajo no conforme	Requerido	Requerido	7.17
Tratamiento de quejas	Requerido	Requerido	7.18

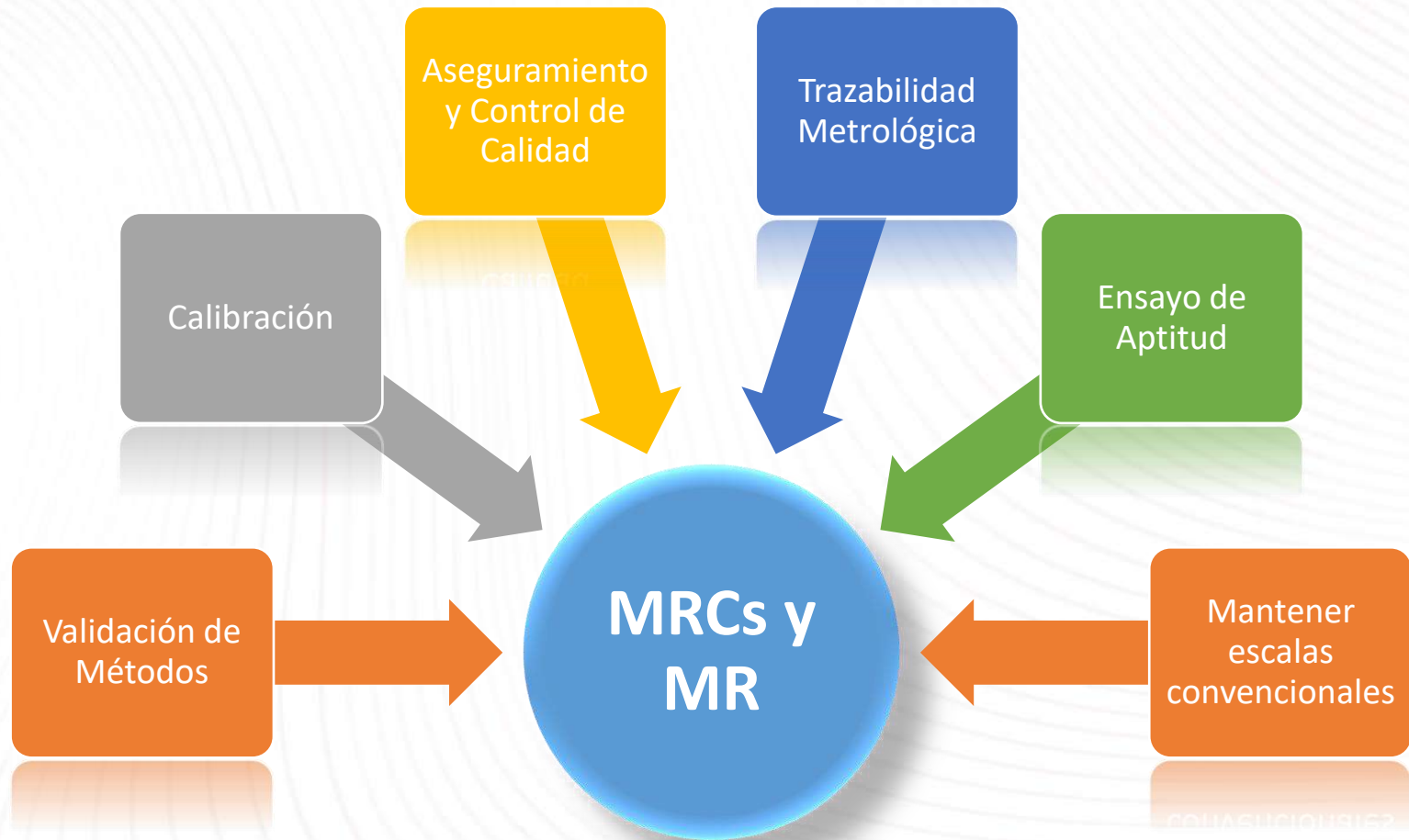
USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

Tipos de Materiales de Referencia

- Materiales de Referencia de sustancias químicas puras o sus soluciones usadas como estándares de calibración.
- Materiales de Referencia de mezcla de gases.
- Materiales de Referencia de matriz con el contenido certificado de la sustancia.
- Materiales de Referencia certificada en propiedades fisicoquímicas.
- Materiales con el valor asignado para ciertas propiedades en unidades arbitrarias.

USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

Tipos de Materiales de Referencia



USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

MRC desarrollado en INACAL



Search



[Accreditation and Quality Assurance](#)

June 2017, Volume 22, [Issue 3](#), pp 141-151

Use of ETAAS, FAAS and ICP-OES for production and post-certification monitoring of a multielemental certified reference material according to national regulation limits for elements in drinking water

[Authors](#)

[Authors and affiliations](#)

Christian Uribe , Elmer Carrasco, Steve Acco

Practitioner's Report

First Online: [09 March 2017](#)

DOI: [10.1007/s00769-017-1258-8](#)

Cite this article as:

Uribe, C., Carrasco, E. & Acco, S. *Accred Qual Assur* (2017) 22: 141.
doi:[10.1007/s00769-017-1258-8](#)

45

Downloads

USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

MRC de matriz de cacao en polvo



	Certified mass fraction of Cd in mg/kg	Uncertainty in mg/kg	Mass fraction of Acrylamide in mg/kg (for Information)
ERM-BD513	0,181	0,009	0,051
ERM-BD514	0,541	0,024	0,101
ERM-BD515	0,690	0,029	0,095

USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

MRC de matriz de cacao procesado (Chocolate)



National Institute of Standards & Technology

Certificate of Analysis

Standard Reference Material® 2384

Baking Chocolate



Table 3. Certified Mass Fraction Values for Elements in SRM 2384

	Mass Fraction (mg/kg)	Coverage Factor, <i>k</i>
Cadmium (Cd) ^(a)	0.0734 ± 0.0077	2.45
Calcium (Ca) ^(b,c)	840 ± 74	2.31
Copper (Cu) ^(b,c)	23.9 ± 1.0	2.00
Iron (Fe) ^(b,c)	132 ± 11	2.23
Lead (Pb) ^(a)	0.0357 ± 0.0046	2.20
Magnesium (Mg) ^(b,c)	2610 ± 120	2.00
Manganese (Mn) ^(b,c)	20.8 ± 1.3	2.00
Phosphorus (P) ^(b,c)	3330 ± 210	2.00
Potassium (K) ^(b,c)	8650 ± 400	2.00
Zinc (Zn) ^(b,c)	37.6 ± 1.9	2.00

^(a) ICP-MS

^(b) ICP-OES

^(c) Collaborating laboratories

USO DE MATERIALES DE REFERENCIA PARA MEDICIONES DE Cd EN CACAO

MRC de matriz de cacao procesado (Chocolate negro)



JOINT RESEARCH CENTRE
Directorate F – Health, Consumers and Reference Materials

CERTIFICATE OF ANALYSIS

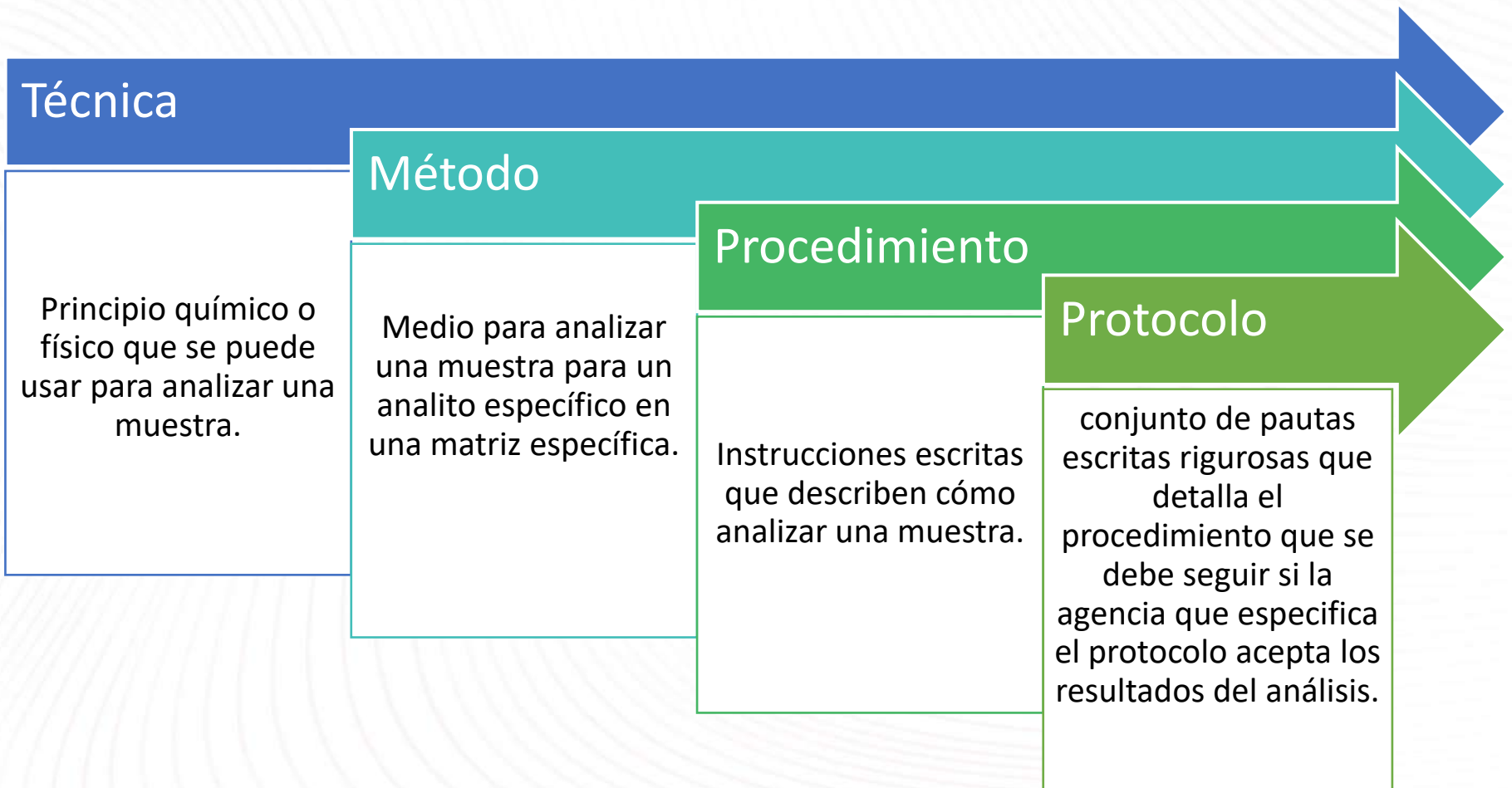
ERM[®] - BD512



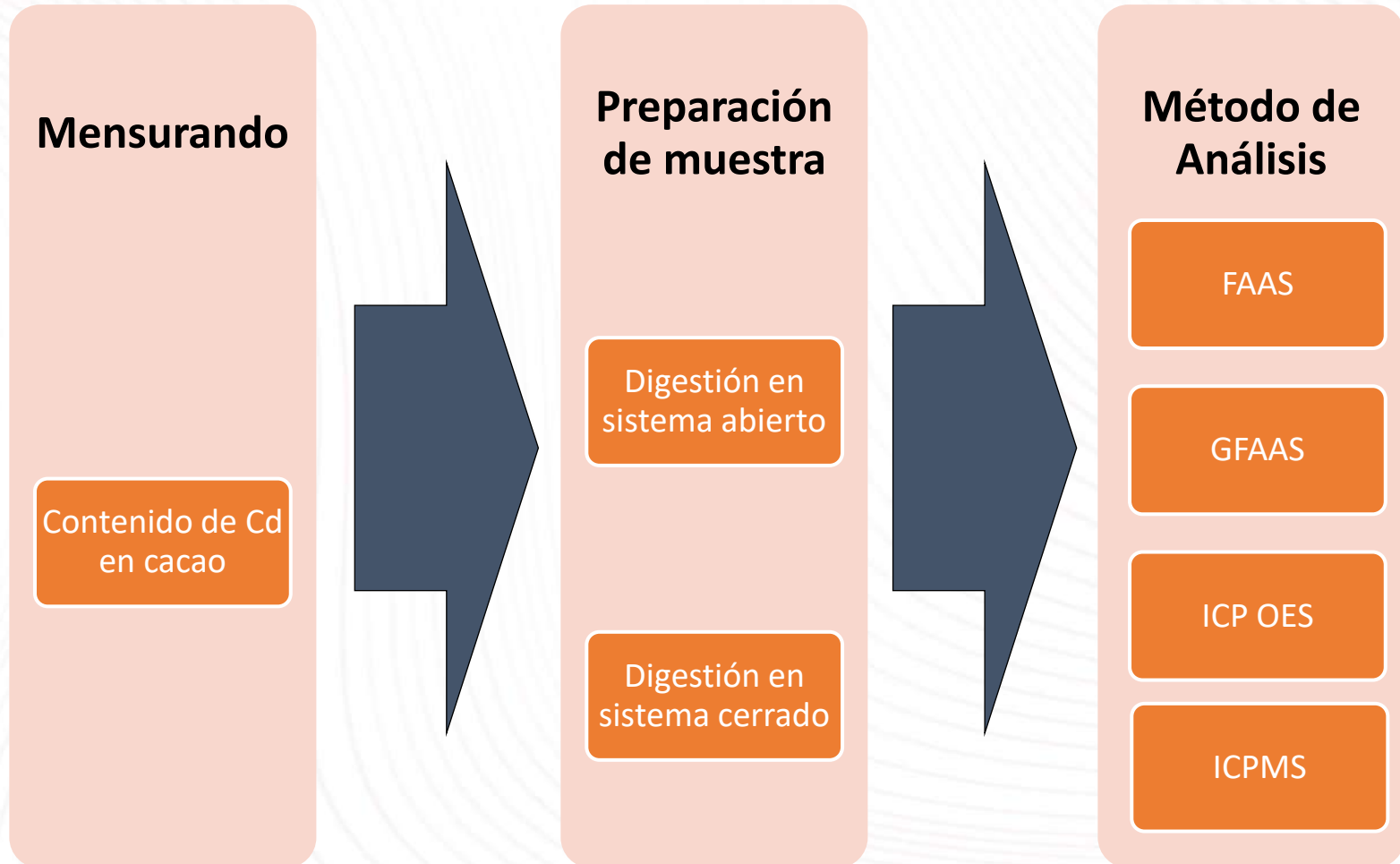
DARK CHOCOLATE

Mass Fraction		
	Certified value [mg/kg]	Uncertainty ³⁾ [mg/kg]
Cd	0.302 ¹⁾	0.013
Cu	14.3 ²⁾	0.7
Mn	15.7 ²⁾	0.6
Ni	3.01 ²⁾	0.23

METODOS Y TECNICAS INSTRUMENTALES PARA LA MEDICION DE Cd EN CACAO



MÉTODOS Y TÉCNICAS INSTRUMENTALES PARA LA MEDICIÓN DE Cd EN CACAO



METODOS Y TECNICAS INSTRUMENTALES PARA LA MEDICION DE Cd EN CACAO

- ❑ Preparación de muestra requiere de una digestión vía sistema abierto o cerrado.
- ❑ El uso de peróxido de hidrógeno es recomendado debido a que el cacao y los productos de cacao son muestras ricas en grasas.
- ❑ Los métodos de análisis para determinar el contenido de Cd en el cacao son: la espectrometría de absorción atómica de llama (FAAS); la espectrometría de absorción atómica con horno de grafito (GFAAS); la espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES) y la espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS).



METODOS Y TECNICAS INSTRUMENTALES PARA LA MEDICION DE Cd EN CACAO

Contenido Máximo de Cadmio según Reglamento UE 488/2014

☐ Reglamento (CE) no 1881/2006 queda modificado según:

Productos Alimenticios		Contenido Máximo de Cd (mg/kg)
3.2.7	Chocolate con leche con un contenido de materia seca total de cacao < 30 %	0,1
	Chocolate con un contenido de materia seca total de cacao < 50 %; chocolate con leche con un contenido de materia seca total de cacao ≥ 30 %	0,3
	Chocolate con un contenido de materia seca total de cacao ≥ 50 %	0,8
	Cacao en polvo vendido al consumidor final o como ingrediente en cacao en polvo edulcorado vendido al consumidor final (chocolate para beber)	0,6

METODOS Y TECNICAS INSTRUMENTALES PARA LA MEDICION DE Cd EN CACAO

- ❑ La Autoridad Europea de Seguridad Alimentaria (EFSA) resume los LDs para Cd en diferentes métodos analíticos.

Técnica	Límite de detección (µg/L)
F-AAS	0,8 – 1,5
ICP-OES	0,1 – 1,0
GF-AAS	0,002 – 0,02
ICP-MS	0,00001 – 0,001

Fuente: EFSA, 2009.

CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Calibración

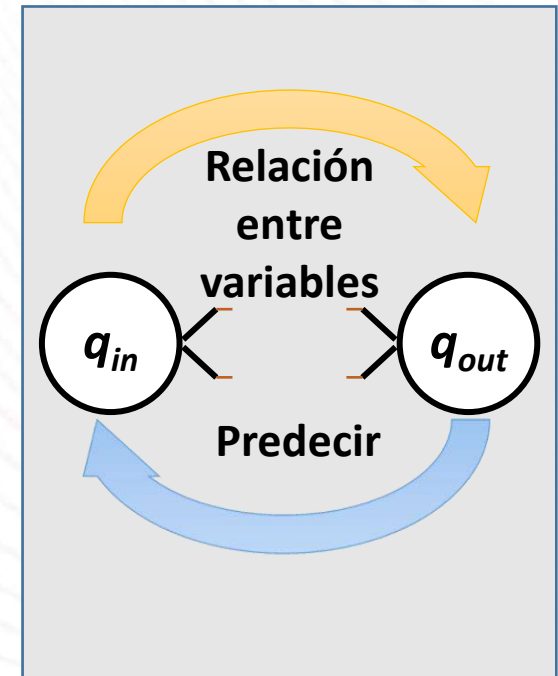
Operación que, bajo condiciones especificadas, establece en una primera etapa, una relación entre los **valores** y sus **incertidumbres de medición** asociadas obtenidas a partir de los **patrones de medición**, y las correspondientes **indicaciones** con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un **resultado de medición** a partir de una indicación.



CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Calibración en mediciones químicas

- En mediciones químicas la relación de calibración esta asociada a las respuestas instrumentales y los valores de concentración del analito en los estándares de calibración y sus respectivas incertidumbres
- La relación es denominada función de calibración de tipo $y = f(x)$.
- La función de calibración por lo general es ajustada a una linea por métodos estadísticos.
- La función de calibración de línea recta o también denominada curva de calibración es utilizada para predecir el valor de concentración del analito en una muestra desconocida.



CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Calibración con tres o mas estándares de calibración

- ✓ Mas aplicada en mediciones que impliquen el uso de técnicas espectrométricas.
- ✓ La función de calibración describe la relación entre x que representa a los valores de concentración del analito en los estándares de calibración e y representa las respuestas instrumentales obtenidas por cada estándar de calibración.
- ✓ y variable dependiente y x variable independiente son ajustadas buscando la mejor función de calibración.
- ✓ El método estadístico mas empleado es el mínimos cuadrados.

CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Calibración con tres o mas estándares de calibración

- ✓ Mas aplicada en mediciones que impliquen el uso de técnicas espectrométricas.
- ✓ La función de calibración describe la relación entre x que representa a los valores de concentración del analito en los estándares de calibración e y representa las respuestas instrumentales obtenidas por cada estándar de calibración.
- ✓ y variable dependiente y x variable independiente son ajustadas buscando la mejor función de calibración.
- ✓ El método estadístico mas empleado es el mínimos cuadrados.

Modelo:	$y_i = b_0 + b_1 x_i + e_{yi}$
Estimador:	$\hat{y}_i = \hat{b}_0 + \hat{b}_1 x_i$
Residual:	$e_{yi} = y_i - \hat{y}_i = y_i - \hat{b}_0 - \hat{b}_1 x_i$

CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

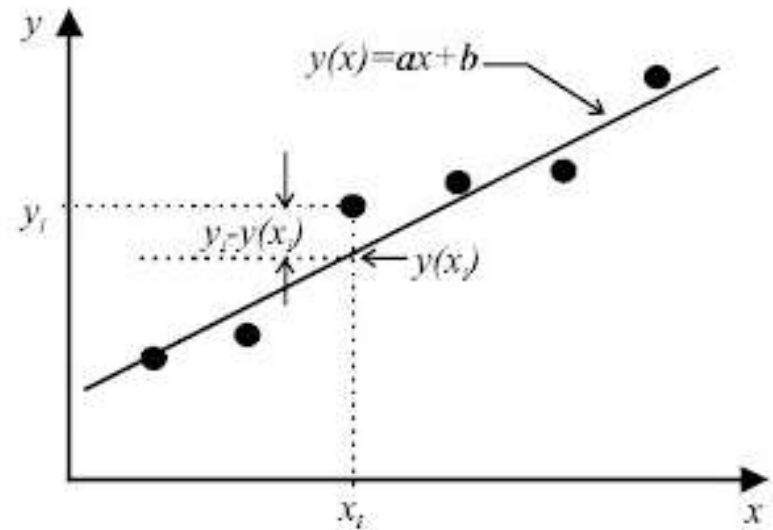
Ajustes por mínimos cuadrados ordinarios

- Los errores ocurren en la dirección de la variable a ser medida y . Esto significa que los errores asociados a la variable x se consideran nulos o insignificantes en comparación con la variable y .

$$\sigma_x \ll \sigma_y$$

- Los errores en la variable y presentan distribución normal.
- Los errores en la variable y son independientes y de la misma magnitud. Esto quiere decir que σ_y^2 son constantes para todos los estándares de calibración.

$$\sigma^2_1 = \sigma^2_2 = \dots = \sigma^2_i$$



CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Ajustes por mínimos cuadrados ordinarios

- Los estimadores \hat{b}_0 y \hat{b}_1 y algunos estadísticos $s^2_{y/x}$, $s^2_{\hat{b}_0}$, $s^2_{\hat{b}_1}$ y $s_{x_{pred}}$ son obtenidos por el método de mínimos cuadrados ordinarios.
- El modelo ajustado para predecir el valor de la concentración del analito en la muestra en estudio se determina por:

$$C_x = \frac{S_x - \hat{b}_0}{\hat{b}_1}$$

Donde:

C_x	:	Concentración del analito en la muestra (mg/l, mg/kg, etc.)
S_x	:	Señal instrumental (absorbancia, intensidad, etc.)
\hat{b}_0	:	Ordenada al origen de la curva de calibrado
\hat{b}_1	:	Pendiente de la curva de calibrado

CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Ajustes por mínimos cuadrados ordinarios

- La incertidumbre estándar de la concentración de analito x_{pred} se estima mediante:

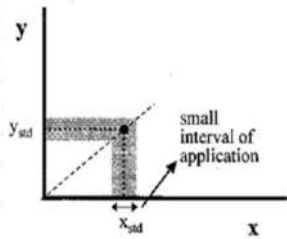
$$\mu_{x_{pred}} = \frac{s_{y/x}}{\hat{b}_1} \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{(C_{pred} - \bar{C}_{MRC x})^2}{S_{xx}}}$$

Donde:

μ_x	Incertidumbre de concentración del analito x (mg/l, mg/kg, etc.)
$s_{y/x}$	Desviación estándar residual.
N	Número de mediciones repetidas de la muestra en estudio.
n	Número de soluciones de calibración empleados en la curva de calibrado multiplicado por el número de mediciones repetidas de cada solución de calibración.
C_x	Concentración del analito x (mg/l, mg/kg, etc) en la muestra.
$\bar{C}_{MRC x}$	Concentración promedio de soluciones de calibración empleadas en la curva de calibrado.
S_{xx}	Suma de cuadrados de los residuales de las concentraciones obtenidas.

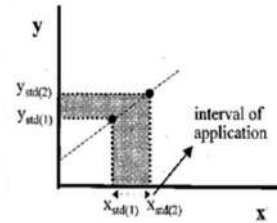
CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Calibración con uno o dos estándares de calibración



Calibración con un estándar de calibración

- Utilizado cuando no hay duda acerca de la linealidad en un rango determinado donde se realizara la calibración.
- La respuesta instrumental debe ser estrictamente proporcional a la cantidad de analito en el mensurando.
- Presenta buenos resultados cuando se aplica junto al criterio de «matrix matching» o emparejamiento de matriz.



Calibración con dos estándares de calibración

- Conocido también como la curva bracketing.
- Aplicable cuando hay duda acerca de la linealidad de la función de calibración en todo el rango establecido.
- Consiste en el uso de dos estándares de calibración con concentraciones tan cerca como sea posible a la concentración de la muestra.

CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Calibración con uno o dos estándares de calibración

Single-Element Solution Comparisons with a High-Performance Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometric Method

Marc L. Salit,* Gregory C. Turk, Abigail P. Lindstrom, Therese A. Butler, Charles M. Beck II, and Bruce Norman

*Chemical Science and Technology Laboratory, National Institute of Standards and Technology,
100 Bureau Drive, Gaithersburg, Maryland 20899-8391*

$$W_M = \left(\frac{\left(\frac{I_{\text{analito}}}{I_{\text{EI}}} \right)_M}{\left(\frac{I_{\text{analito}}}{I_{\text{EI}}} \right)_C} \right) \cdot \left(\frac{\left(\frac{m_{\text{analito}}}{m_{\text{EI}}} \right)_C}{\left(\frac{m_{\text{analito}}}{m_{\text{EI}}} \right)_M} \right)$$

M y **C** representan a la muestra y calibrante respectivamente.

Fuente: Anal. Chem. 2001, 73, 4821 - 4829

CALIBRACION EN MEDICIONES QUIMICAS

Calibración con uno o dos estándares de calibración

MEMORIA DE CÁLCULO DEL VALOR ASIGNADO E INCERTIDUMBRE ASOCIADA PARA LA CONCENTRACIÓN DE MASA DE ARSÉNICO EN EL DMR-400b.

Flora E. Mercader Trejo, J. Velina Lara Manzano, Ma. del Rocío Arvizu Torres, Alicia Guevara Hernández, Francisco Segoviano Regalado, Yoshito Mitani Nakanishi.

$$W_{As} = \left[\left(\frac{S_0 - S_1}{S_2 - S_1} \right) \cdot (w_2 - w_1) \right] \cdot \rho \cdot f_d \cdot f_r \cdot f_s$$

Fuente: Dirección de Metrología de Materiales CENAM

SI QUEREMOS UN PAÍS CON CALIDAD,
**TENEMOS QUE PRODUCIR Y CONSUMIR
RESPONSABLEMENTE.**



Seamos Peruanos de Calidad
¡SÉ PARTE DEL CAMBIO!