
**Patrón de carbono orgánico total (TOC) 5 mg C / L y
agua de referencia 0 mg C / L**

Informe de preparación

**Mol Labs Ltda
Septiembre de 2011
Calle 75 No. 85 - 36, Bogotá D. C.**

Contenido

1 RESUMEN	3
2 MATERIAL DE ENSAYO	3
2.1 PREPARACIÓN	3
2.2 DISTRIBUCIÓN	3
3. HOMOGENEIDAD	4
4. ESTABILIDAD	5
6. CONCLUSIONES	6
7. REFERENCIAS	6
RESUMEN DE PREPARACIÓN	8
1.1. ORIGEN Y PREPARACIÓN	8
1.2. HOMOGENEIDAD	8
1.3. ESTABILIDAD	8
1.4. ASIGNACIÓN DE VALORES PARA LOS ANALITOS	8
1.5. ALMACENAMIENTO	8
1.6. ASPECTOS DE SEGURIDAD	8
1.7. CONDICIONES DE PREPARACIÓN Y ESTUDIO	8
8.1 PROPIEDADES DEL AGUA ULTRAPURIFICADA (BLANCO)	9
8.2 HOMOGENEIDAD	9
8.3 ESTABILIDAD	10
CONTACTO	11

1 Resumen

Este informe contiene la documentación que permite certificar los valores asignados para el contenido de carbono orgánico total en un agua ultrapurificada (blanco de análisis) 0 mg C/L y en una solución patrón de biftalato de potasio 5 mg C/L, con los siguientes resultados:

Analito	Valor asignado	Incertidumbre	Unidades
Contenido de COT Blanco	0,07	0,03	mg C/L
Contenido de COT Biftalato	5,03	0,1	mg C/L

COT: Carbono Orgánico Total; incertidumbre estimada para condiciones de reproducibilidad

Para efectos de uso, el blanco de análisis debe leerse como menor de 0,1 mg C/L.

El presente informe cumple con los requisitos de la serie de guías ISO 30, en particular con la ISO guía 34, para la preparación de materiales de referencia. Además, utiliza los términos del vocabulario internacional de metrología VIM 2008.

Se reportan los datos obtenidos en la producción y control de un lote piloto, destinado a verificar la competencia técnica en la preparación de los patrones.

2 Material de ensayo

2.1 Preparación

Para la preparación de los materiales se utilizó agua ultrapurificada con las propiedades registradas en el anexo 9.1 y material de vidrio lavado con el detergente alcalino apropiado, y enjuagado al menos ocho veces con el agua ultrapurificada.

Muestras del agua ultrapurificada se envasaron en viales de vidrio de 40 mL con septa de Teflón/silicona y tapa rosca, lavados y enjuagados como quedó descrito para el material de vidrio.

Para obtener el patrón de 5 mg C/L se disolvieron 53,16 mg de biftalato de potasio patrón primario NIST 84L, pesados en una balanza analítica Precisa EP225SM-DR con una indicación de precisión de 0,01 mg, calibrada por Precisa Gravimetrics AG el día 24 de febrero de 2011 con masas clase E2 con número de serial 76.03 y aprobadas hasta junio de 2012, en 5 litros de agua ultrapurificada. Muestras del patrón preparado se envasaron en viales de vidrio de 40 mL con septa de Teflón/silicona y tapa rosca, lavados y enjuagados como quedó descrito para el material de vidrio.

2.2 Distribución

Se envasaron y numeraron 50 viales de cada material, de los cuales se seleccionaron 21, al azar de la función aleatoria de Excel, para las evaluaciones de homogeneidad y estabilidad, para casos futuros 29 muestras serán comercializadas como patrones. Este informe tiene el carácter de piloto para la demostración de competencia técnica.

3. Homogeneidad

La homogeneidad fue determinada por medidas de carbono orgánico total, realizadas en un equipo Sievers 900 facilitado por American Farmagroup Ltda, calibrado (verificación metrológica) con patrones System Suitability de código STD 92100-XX lote 10292- VSSU 914 y STD 92120-XX lote 10293- VSSU 919. El Anexo 9.2 Homogeneidad, contiene los datos y los cálculos estadísticos que permiten aseverar que el lote de producto es homogéneo. Se utilizan como criterio para la inferencia los procedimientos definidos por IUPAC e ISO 13528.

Las figuras 1 y 2 muestran las medidas de carbono orgánico total para el blanco y la solución de biftalato, en gráficos de control que presentan tres grupos de datos. En el primero, la repetición de la medida de un único envase; en el segundo las medidas de homogeneidad y sus duplicados en el orden del azar, y en el tercero las mismas medidas en orden numérico. Puede apreciarse que no existen tendencias que conduzcan a sospechar que la muestra no es homogénea, tal como lo confirman los resultados estadísticos del anexo 9.2.

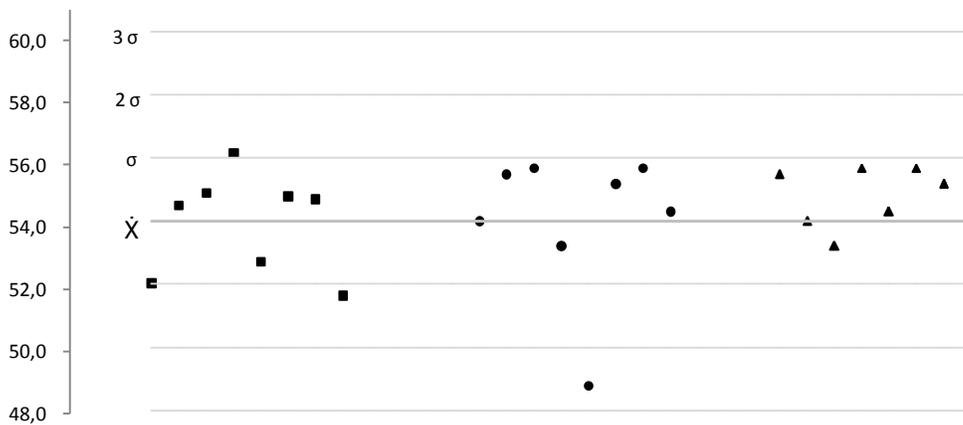


Figura 1 Gráfico de control para homogeneidad por carbono orgánico total. Blanco 0 mg C /L.

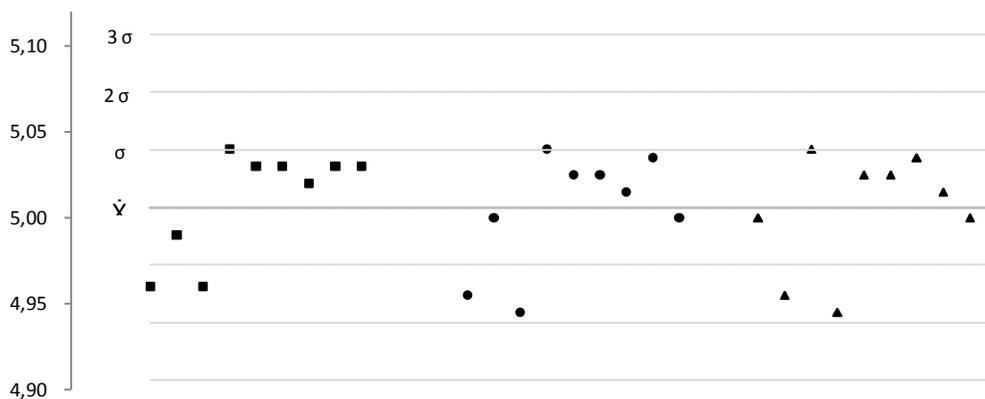


Figura 2 Gráfico de control para homogeneidad por carbono orgánico total. Biftalato de potasio 5 mg C /L

4. Estabilidad

Para medir su estabilidad, las muestras se llevaron a una cámara ADE995 controlada en 40 °C y 75% HR, calibrada (verificación metrológica) el día 13 de enero de 2011 con un procesador de temperatura marca GE Sensing modelo Kaye RF Valprobe X2558 serie S00589, con cinco sensores inalámbricos marca GE Sensing modelo X2571-12 . La estabilidad se determinó por contenido de carbono orgánico total, con el equipo Sievers 900, descrito antes. Se realizaron medidas a tres viales en los días tres, cinco y ocho, para simular el envejecimiento hasta de un mes en bodega a 4 °C. El Anexo 9.3 Estabilidad, contiene los datos y los cálculos estadísticos que permiten evidenciar que el lote de producto es estable. Se utilizan como criterio para la inferencia los procedimientos definidos por IUPAC e ISO 13528, mediante comparación del valor t estadístico con el t crítico. (Prueba t, asumiendo varianzas iguales entre grupos de resultados).

Las figuras 3 y 4 muestran las medidas de carbono orgánico total para el blanco y la solución de biftalato, en gráficos de control que presentan cuatro grupos de datos. En el primero, las medidas iniciales de homogeneidad, y en los siguientes las medidas después de tres, cinco y ocho días de almacenamiento en la cámara. Puede apreciarse una mayor variabilidad de los datos, así como un desplazamiento no significativo del promedio. No aparecen tendencias que conduzcan a sospechar que las muestras sean inestables, tal como lo confirman los resultados estadísticos del anexo 9.3.

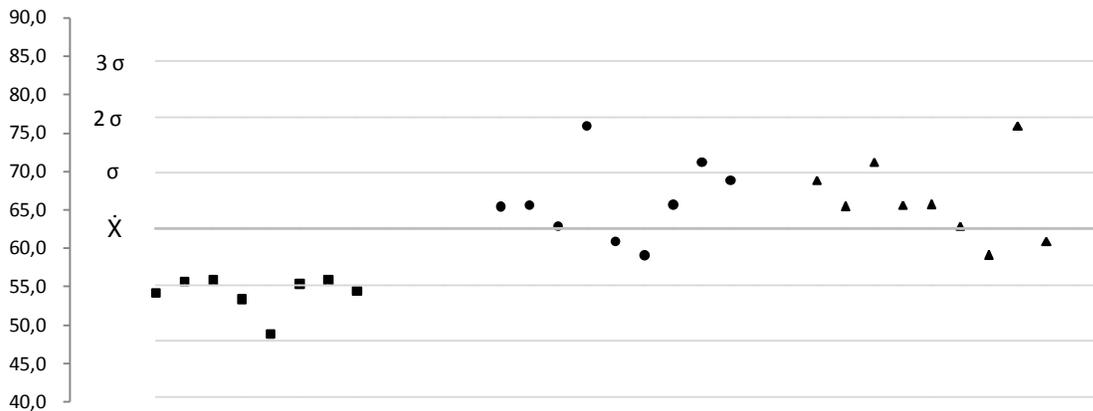


Figura 3 Gráfico de control para estabilidad para el contenido de Carbono Orgánico Total. Blanco

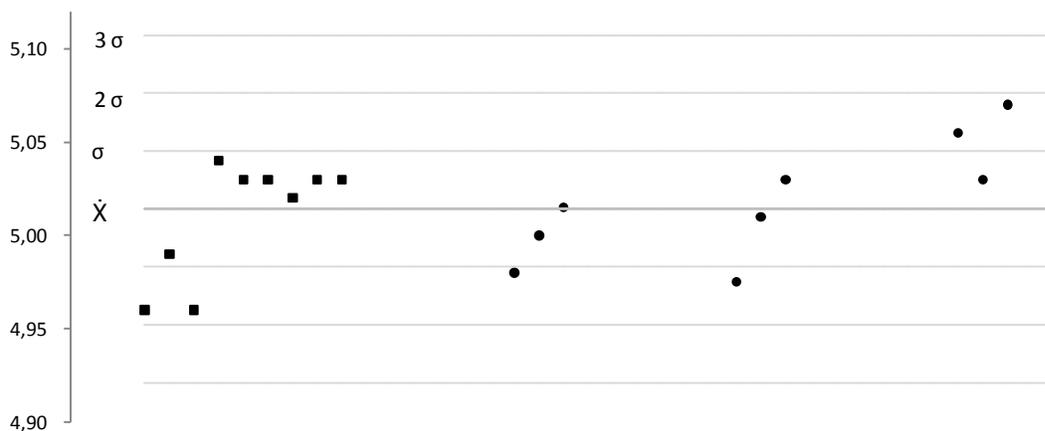


Figura 4 Gráfico de control para estabilidad por carbono orgánico total. Biftalato de potasio 5 mg C/L

5. Asignación de valores de referencia

Los datos de homogeneidad y estabilidad permiten asignar un valor, con una incertidumbre en condiciones de precisión intermedia (intralaboratorio); para asignar la incertidumbre en condiciones de reproducibilidad (interlaboratorios) se utiliza un factor de cobertura de dos.

Tabla 1. Valores asignados y desviación estándar robusta de los analitos

Analito	Valor asignado	Precisión I	Reproducibilidad	Unidades
Contenido de COT Blanco	0,07	0,018	0,03	mg C/L
Contenido de COT Biftalato	5,03	0,05	0,10	mg C/L

COT: Carbono Orgánico Total; incertidumbre estimada para condiciones de reproducibilidad

Significa que la incertidumbre estimada es del tipo A: estadística, con base en medidas experimentales.

6. Conclusiones

Con base en los datos registrados se emite el certificado de análisis para el patrón de Biftalato de potasio expresado como Carbono Orgánico Total (mg C/L) y de agua ultrapurificada con bajo contenido de Carbono Orgánico Total (mg C/L).

7. Referencias

- ✓ M. Thompson, S.L.R Ellison, R. Wood, Pure Appl. Chem, (2006), **78(1)**, 145 –196.
- ✓ ISO/IEC Guide 34, “Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Materials Producers”.
- ✓ ISO 17043, “Development and Operation of Laboratory Proficiency Testing”.
- ✓ ISO/DIS 13528:2005 “Statistical Methods for Use in Proficiency Testing by Interlaboratory Comparisons”.
- ✓ Guía ILAC G12: 2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Materials Producers.

Certificado de Análisis

Este certificado se ajusta a las Guías ISO 31 e ILAC 17 y se deriva del informe de preparación patrón TOC 5,00 y 0 mg C/L. Los datos provienen de la producción y control de un lote piloto, destinado a verificar la competencia técnica en la preparación de estos patrones.

Patrones

Carbono orgánico total

Objeto de certificación:	Valor asignado para contenido de analito en los patrones
Código del producto:	MF0909
Lote:	10 de agosto de 2011
Composición:	Agua ultrapurificada para el patrón 0 mg C/L Patrón 0 mg C/L y potasio biftalato NIST 84L para el patrón de 5 mg C/L
Contenido:	40 mL
Uso:	Verificación metrológica en medidas de TOC para aguas potables
Almacenaje y manejo:	En el envase original, refrigerada a 4 °C y en la oscuridad. Muestra para un único ensayo. A utilizar a temperatura ambiente 20 a 25 °C
Fecha de caducidad:	14 de septiembre de 2011, sin abrir el envase original.

Fecha de apertura:



Tramitar antes de archivar

Tabla 1. Valores asignados y desviación estándar robusta de los analitos

Analito	Valor asignado	Precisión I	Reproducibilidad	Unidades
Contenido de COT 0 mg C/L	0,07	0,018	0,03	mg C/L
Contenido de COT 5 mg C/L	5,03	0,05	0,1	mg C/L

COT: Carbono Orgánico Total; incertidumbre estimada para condiciones de reproducibilidad

Y. Milena Rodríguez A.
Yolby Milena Rodríguez Ariza
Coordinadora de Análisis
Mol Labs Ltda.

Eliana Paola Chavarro Morales
Eliana Paola Chavarro Morales
Analista de Proyectos
Mol Labs Ltda

Bogotá, 30 de agosto de 2011.

Resumen de preparación

1.1. Origen y preparación

Se utilizó agua ultrapurificada y biftalato de potasio patrón primario NIST 84L. Patrones 0 y 5,00 mg C/L, envasados en viales de 40 mL con septa de teflón/silicona y tapa rosca.

1.2. Homogeneidad

Verificada por medidas de carbono orgánico total, siguiendo las indicaciones de la Guía IUPAC [3] de 2006. La varianza obtenida para las muestras es menor que la desviación estándar estimada para el ensayo: $V < (0,3 \sigma)^2$, de manera que se acepta que el material es homogéneo.

1.3. Estabilidad

Verificada por medidas de carbono orgánico total, sobre muestras sometidas a 40°C y 75 % HR durante ocho días. Los resultados de la prueba t indican que los valores medidos al momento de la preparación y tras los ensayos de estabilidad, pertenecen a una misma población, por tanto, se acepta la estabilidad del material con un estimado de vida útil, en refrigeración a 4 °C, mínima de seis semanas.

1.4. Asignación de valores para los analitos

Los datos de homogeneidad y estabilidad permiten asignar un valor, con una incertidumbre en condiciones de precisión intermedia (intralaboratorio); para asignar la incertidumbre en condiciones de reproducibilidad (interlaboratorios) se utiliza un factor de cobertura de dos.

1.5. Almacenamiento

La muestra fue envasada en viales con septa de teflón/silicona y tapa rosca en presentación de 40 mL. Los envases se reciben a temperatura ambiente pero deben permanecer refrigerados a 4 °C y en la oscuridad. Se recomienda no abrir el envase hasta el momento de su uso.

1.6. Aspectos de Seguridad

El material aquí certificado no presenta daño alguno a los seres humanos ni al medio ambiente. No ingerir. Puede ser desechado sin consideraciones especiales.

1.7. Condiciones de preparación y estudio

Soluciones preparadas a partir de patrones primarios NIST, utilizando vidriería lavada para condiciones de ultratrazas y equipos con calibración (verificación metrológica) reciente. Los estudios de homogeneidad, estabilidad y asignación de valores siguen las Guías ISO 30 y las recomendaciones IUPAC de 2004.

Este certificado se deriva del informe de preparación de los patrones TOC 5,00 y 0 mg C/L, del lote MF0909, que puede ser consultado en www.mollabs.com.

8. Anexos

8.1 Propiedades del agua ultrapurificada (blanco)

Conductividad: Medida en un conductímetro Mettler Seven multi dotado con un electrodo InLab 741, para medidas de baja conductividad. Calibrado (verificación metrológica interna), con solución de patrón primario NIST potasio cloruro 999b en abril 11 de 2011.

Cromatografía líquida: Ensayo mediante adsorción acuosa seguida de desorción con acetonitrilo, según ACS Chemical Reagents 2010. Medida de altura de picos de absorción UV a 225, 222 y 333 nm. En ambos casos, la absorbancia es menor a 0,002 UA. Medidas en un cromatografo Agilent 1200 calibrado (verificación metrológica con patrón de cafeína) en junio 16 de 2011, por Khymos SAS.

8.2 Homogeneidad

Demostración estadística de que la varianza de las muestras no será mayor al valor crítico de la varianza estimada para la determinación en el ensayo de aptitud. Puede apreciarse que los valores críticos siempre son mayores que la varianza de la muestra, por tanto se acepta que, para este lote de producto, las muestras son homogéneas.

Tabla 2. Datos para homogeneidad del patrón 0 mg C / L.

Muestra	mg C/L			
	Réplica 1	Réplica 2		
1	54,2	55,0	Resultados Promedio 54,3 σ 2,41 Nº Datos 16 V. Analítica 9,19 E-02 V. Muestra 6,14 V. Estimada 3,24 Valor crítico 6,63	
2	55,7	55,7		
3	55,9	56,1		
4	53,4	53,1		
5	48,9	48,3		
6	55,4	55,7		
7	55,9	56,2		
8	54,5	54,9		

V: Varianza. Resultados acordes al protocolo armonizado internacional IUPAC

Tabla 3. Datos para homogeneidad del patrón 5,0 mg C / L.

Muestra	mg C/L			
	Réplica 1	Réplica 2		
1	4,96	4,95	Resultados Promedio 5,00 σ 0,04 Nº Datos 18 V. Analítica 3,00 E-04 V. Muestra 9,97 E-04 V. Estimada 0,10 Valor crítico 2,18 E-03	
2	4,99	5,01		
3	4,96	4,93		
4	5,04	5,04		
5	5,03	5,02		
6	5,03	5,02		
7	5,02	5,01		
8	5,03	5,04		
9	5,03	4,97		

V: Varianza. Resultados acordes al protocolo armonizado internacional IUPAC

8.3 Estabilidad

Se trata de la demostración estadística de que la media de la medida de las muestras tras el tratamiento no es diferente a la original, para ello, la probabilidad de que el T medido sea menor que el estadístico t ($P(T \leq |t|)$) debe ser menor que la unidad.

Tabla 4. Datos para estabilidad del patrón 0 mg C / L.

Muestra	mg C/L			
	Réplica 1	Réplica 2		
1	65,0	65,9		
2	65,5	65,7		
3	62,3	63,5		
4	75,9	76,0		
5	60,0	61,9		
6	58,8	59,4		
7	65,3	66,1		
8	71,0	71,4	Estadístico t	-0,348
9	68,1	69,7	Valor crítico de t	2,120
Promedio	65,8	66,6	P(T<= t)	0,733

* Simulado por envejecimiento acelerado a 40 °C, durante 8 días.

Tabla 5. Datos para estabilidad del patrón 5,0 mg C / L.

Muestra	mg C/L			
	Réplica 1	Réplica 2		
1	4,99	4,97		
2	5,00	5,00		
3	5,00	5,03		
4	4,97	4,98		
5	5,01	5,01		
6	5,03	5,03		
7	5,05	5,06		
8	5,10	5,11	Estadístico t	-0,324
9	5,06	5,08	Valor crítico de t	2,120
Promedio	5,02	5,03	P(T<= t)	0,750

* Simulado por envejecimiento acelerado a 40 °C, durante 8 días.



Mol Labs Ltda

**Calle 75 No. 85 - 36
Bogotá D.C., Colombia
Agosto de 2011**

PBX (57 1) 4303500

FAX (57 1) 4308679

Email: gmreferencia@mollabs.com

WEB: www.mollabs.com