



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA



TEMA:

**SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO
PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE
LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE
ESPECTOFOTOMETROS UV-VIS**

TESIS:

Para obtener el título de:

INGENIERÍO QUÍMICO

Presentada por:

Dulce Leonor Gordillo Angeles

Director de Tesis:

Dr. Rafael Huirache Acuña.

Morelia, Mich. Junio 2022

Contenido

| | |
|---|----|
| TABLA DE FIGURAS | 4 |
| AGRADECIMIENTOS..... | 7 |
| DEDICATORIA..... | 8 |
| RESUMEN..... | 9 |
| ABSTRAC | 10 |
| PALABRAS CLAVE..... | 11 |
| 1. INTRODUCCIÓN..... | 12 |
| 2. JUSTIFICACIÓN..... | 13 |
| 3. OBJETIVO | 14 |
| 4. HIPOTESIS..... | 14 |
| 5. CAPITULO I. MARCO TEÓRICO..... | 15 |
| 5.1. MATERIALES DE REFERENCIA..... | 15 |
| 5.2. CLASIFICACIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA..... | 16 |

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

| | | |
|--------------|--|-----------|
| 5.3. | LAS PROPIEDADES DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA..... | 16 |
| 5.4. | CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS. | 17 |
| 5.5. | TRAZABILIDAD DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA. | 17 |
| 5.6. | REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE PRODUCTORES DE MATERIALES DE REFERENCIA. | 19 |
| 5.7. | REQUISITOS TÉCNICOS DE PRODUCCIÓN..... | 19 |
| 5.8. | COMPARACIÓN INTERLABORATORIO..... | 24 |
| 5.9. | ESTUDIO DE LA VIABILIDAD DE UN MATERIAL DE REFERENCIA. | 26 |
| 5.10. | CARACTERIZACIÓN DE MATERIAL DE REFERENCIA. | 27 |
| 5.11. | APLICACIÓN DE LOS MATERIAL DE REFERENCIA DE ÓXIDO DE HOLMIO EN LA METROLOGÍA..... | 28 |
| 6. | APLICACIÓN DEL ÓXIDO DE HOLMIO EN LA INDUSTRIA. | 32 |
| 7. | CAPÍTULO II METODOLOGÍA EXPERIMENTAL..... | 34 |
| 7.1. | INTRODUCCIÓN..... | 34 |
| 7.2. | PRINCIPIO DE LA ESPECTROFOTOMETRÍA | 35 |
| 7.3. | MATERIALES Y EQUIPOS..... | 39 |
| 7.4. | PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACIÓN DE ÓXIDO DE HOLMIO COMO MATERIAL DE REFERENCIA. | 40 |
| 7.5. | CARACTERIZACIÓN DEL ÓXIDO DE HOLMIO | 42 |

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

| | | |
|------------|--|-----------|
| 8. | LAS BANDAS CARACTERÍSTICAS DEL MATERIAL ELABORADO. | 43 |
| 8.1. | MÉTODO DE LA HOMOGENEIDAD. | 45 |
| 8.2. | DESARROLLO DE LAS MEDICIONES. | 45 |
| 9. | ANÁLISIS DE LOS DATOS PARA EL ESTUDIO DE LA HOMOGENIDAD | 46 |
| 9.1. | CONCLUSIÓN DEL ESTUDIO DE LA HOMOGENEIDAD: | 51 |
| 9.2. | ANÁLISIS DE LOS DATOS PARA EL ESTUDIO DE LA REPETIBILIDAD. | 51 |
| 9.3. | CONCLUSIÓN DEL ESTUDIO DE REPETIBILIDAD..... | 53 |
| 10. | MÉTODO DE ESTABILIDAD. | 53 |
| 10.1. | ANÁLISIS DE LOS DATOS PARA ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD | 55 |
| 10.2. | CONCLUSIÓN DE ESTUDIO DE ESTABILIDAD | 61 |
| 11. | CONCLUSIONES. | 63 |
| 12. | BIBLIOGRAFIA. | 64 |

TABLA DE FIGURAS

| | | |
|-----------|--|----|
| Figura #1 | Ejemplo de un certificado de Óxido de Holmio(Referencia & Incertidumbre, 2020) | 21 |
|-----------|--|----|

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

| | |
|--|----|
| Figura #2 Diagrama general para la caracterización de material de referencia. | 28 |
| Figura #3 Clasificación de los intervalos de trabajo para la calibración de espectrofotómetro uv-vis (CENAM, 2014)..... | 31 |
| Figura #4 Proceso de la elaboración del material de referencia..... | 35 |
| Figura #5 Espectro electromagnético.(Metrólogos & Asociados, 2007) | 35 |
| Figura #6 Filtros de densidad óptica neutra(Metrólogos & Asociados, 2007) | 37 |
| Figura # 7 Huella espectral del óxido de Didimio.(Metrólogos & Asociados, 2007) | 38 |
| Figura # 8 Huella espectral de óxido de Holmio.(Metrólogos & Asociados, 2007) | 38 |
| Figura #9 Óxido de holmio disolución de ácido perclórico producido y envasado en celda de cuarzo, etiquetado con ID, número de serie, numero de lote | 41 |
| Figura #10 Registro de bandas certificadas de materiales de referencia de óxido de holmio..... | 43 |
| Figura # 11 Huella espectral de óxido de holmio en disolución de ácido perclórico a una concentración 2% a un ABE 1nm..... | 44 |
| Figura # 12 Huella espectral de óxido de holmio en disolución de ácido perclórico a una concentración 2% a un ABE 2nm..... | 44 |
| Figura # 13 Huella espectral de óxido de holmio en disolución de ácido perclórico a una concentración 2% a un ABE 5nm..... | 44 |
| Figura #14 Carta control la longitud de onda 640 nm a un ancho de banda 1nm | 56 |
| Ilustración #15 Carta controla a la longitud de onda de 416 nm a un ancho de banda 1nm | 56 |

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

| | |
|---|----|
| Ilustración #16 Carta control de longitud de onda de 278nm a un ancho de banda de 1nm | 57 |
| Figura # 17 Carta control de longitud de onda de 640nm, a un ancho de banda de 2nm | 58 |
| Figura # 18 Carta control de longitud de onda de 416nm, a un ancho de banda de 2nm. | 58 |
| Figura # 19 Carta control de longitud de onda de 278nm, a un ancho de banda de 2nm. | 59 |
| Figura #20 Carta control de longitud de onda de 640nm, a un ancho de banda 5nm | 60 |
| Figura #21 Carta control de longitud de onda de 416nm, a un ancho de banda 5nm | 60 |
| Figura #22 Carta control de longitud de onda de 278nm, a un ancho de banda 5nm | 61 |

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, quiero agradecer mi tutor Dr. Rafael Huirache Acuña, quien, con sus conocimientos, orientación a mis consultas sobre la metodología y las sugerencias recibidas a sus revisiones para la realización de esta tesis.

A mis revisores, por el tiempo que dedicaron a la revisión de la tesis, por su apoyo y aportaciones gracias a estas mejore en mi trabajo.

Un trabajo de investigación es siempre fruto de ideas, proyectos y esfuerzos previos que corresponden a otras personas. En este caso mi más sincero agradecimiento a la Dr. Elisa López Loeza por el concepto de la investigación y la proporción de los insumos del proyecto. Así como al laboratorio de biofísica por darme la oportunidad de realizar la investigación en sus instalaciones, como el uso de equipos y materiales.

DEDICATORIA.

A mis héroes mis padres, Nicomedes Angeles Paramo y Félix Gordillo Santoyo por ser el pilar fundamental en todo lo que soy, que me han formado para saber cómo luchar antes las adversidades de la vida para alcanzar mis metas. Mami gracias por enseñarme a ser resiliente por tus consejos para prepárame en la vida, pero más que nada gracias por ese amor incondicional que siempre me brindaste me acompañara toda la vida. Papi gracias por enseñarme que la disciplina y la dedicación son claves fundamentales para lograr mis objetivos. Estaré eternamente agradecida con ustedes.

A mis hermanos Janai, Daniel, Josué, Eva, Fernando y Cecilia. que confiaron en mí y recorrieron conmigo este camino gracias por su apoyo y cariño

A mi compañero de vida Alejandro Ferreyra Cervantes, gracias por creer en mí, por motivarme, gracias por estar en todas las ocasiones en las que falle antes de lograrlo.

A mis amigas Ana Laura Martínez Espino y María del Carmen Martínez Espino, gracias por ser ese apoyo incondicional por motivarme en todo

1. RESUMEN.

La calidad es una de las formas de mejorar las diferentes actividades del ser humano, es por ello que en los últimos años ha cobrado una gran importancia en el mercado mundial volviéndose así en una de las exigencias para la competencia y la sobrevivencia de las empresas u organizaciones de cualquier índole. No solo las grandes empresas se enfrentan a esta situación, sino también los laboratorios de ensayo y calibración, los laboratorios clínicos, las industrias, en fin, todas las actividades o servicios que sean destinados al público.

Por lo tanto, el mantener los equipos en condiciones verificables permite darles a las mediciones una trazabilidad, esto genera productos de calidad, haciendo así a las empresas competitivas a nivel internacional. Sin embargo, debido a los costos de los servicios de calibración y calificación de equipos y la caracterización de los materiales de referencia, en particular para los laboratorios secundarios son los que están obligados a prestar una trazabilidad metrológica cuando esta actividad suele ser de un alto valor económico.

Debido a lo anterior surge el interés de elaborar materiales de referencia los cuales tienen usos múltiples dentro del laboratorio. Entre los cuales se encuentran la verificación del desempeño, el control de calidad de las mediciones, la validación de métodos analíticos, la calibración y verificación de equipos y la trazabilidad metrológica.

En el presente trabajo se sintetizó un material de referencia de longitud de onda (óxido de holmio en disolución de ácido perclórico) el cual es preparado en un

periodo de 48 horas, y fue evaluado mediante pruebas estadísticas con CENAM (Centro Nacional de Metrología) demostrando la homogeneidad del material. Estos resultados son evaluados con un análisis de varianza (ANOVA) observando un nivel de significancia de 0.05 donde no se demuestra diferencia significativa, por lo que satisface la hipótesis nula. De este modo, tampoco muestran diferencia significativa en el estudio de estabilidad evaluada con cartas control con respecto al tiempo.

2. ABSTRAC

Quality is one of the ways to improve the different activities of the human being, that is why in recent years it has gained great importance in the world market thus becoming one of the requirements for competition and the survival of companies or organizations of any kind. Not only large companies face this situation, but also testing and calibration laboratories, clinical laboratories, industries, in short, all activities or services that are intended for the public.

Therefore, keeping the equipment in verifiable conditions allows to give the measurements a traceability, this generates quality products, thus making companies competitive internationally. However, due to the costs of equipment calibration and qualification services and the characterization of reference materials, in particular for secondary laboratories, it is the case that is obliged to provide metrological traceability when this activity is usually of high economic value.

Due to the above, there is an interest in developing reference materials which have multiple uses within the laboratory. These include performance verification, quality

control of measurements, validation of analytical methods, calibration and verification of equipment, and metrological traceability.

In the present work, a wavelength reference material (holmium oxide in perchloric acid solution) was synthesized, which is prepared in a period of 48 hours, and was evaluated with a statistical evaluation with CENAM (National Metrology Center) demonstrating the homogeneity of the material. These results are evaluated with an analysis of variance (ANOVA) observing a significance level of 0.05 where no significant difference is demonstrated, so it satisfies the null hypothesis. In this way, they also do not show significant difference in the stability study evaluated with control cards with respect to time.

3. PALABRAS CLAVE

- Material de referencia.
- Material de referencia certificado
- Calibración
- Homogeneidad
- Productor MRC

1. INTRODUCCIÓN.

Dentro del campo de la normalización y estandarización, a nivel internacional se requiere que los materiales que se utilizan como patrones o materiales de referencia tengan un valor por consenso llamados valores convencionalmente verdaderos, de allí que los resultados no sean considerados confiables si estos no son obtenidos por un método normalizado y/o validado y que tenga establecidos sus controles calidad. Para garantizar estos requisitos el uso de Materiales de Referencia Certificados (MRC) juegan un papel fundamental, pues garantiza que los resultados obtenidos sean precisos, veraces y de alta confiabilidad.

Sin embargo, la utilización de estos no siempre resulta factible debido a sus altos costos, e incluso en ocasiones no existen MRC, por ello el laboratorio tiene la necesidad de elaborar un material de referencia certificado para la longitud de onda el cual es preparado y evaluado de acuerdo a la normativa de productores de referencia.

De esta manera, los MRC forman parte de un control interno de la calidad, posibilitando la detección de errores que afectan la precisión y la veracidad de los resultados, además de que su introducción en cada corrida de ensayo permite verificar la estabilidad del método e indicar al analista si el ensayo está bajo control.

En el presente trabajo se estableció un procedimiento para elaborar óxido de holmio en el Laboratorio de Biofísica con el cual se evaluó la estabilidad y homogeneidad

del MR de longitud de onda con el fin de posicionarnos como productores de materiales de referencia y establecer su venta en el mercado.

El objetivo de la investigación fue la preparación de óxido de holmio a una concentración 2% el cual se utiliza para la evaluación de la escala de longitud de onda con 14 bandas características del material a tres ABE (1, 2, 5 nm) los cuales son los más utilizados en los equipos para efectos de calibración.

2. JUSTIFICACIÓN.

En la industria y laboratorios surge una problemática de escasez de MR para la calibración, en la cual las industrias deben de cumplir con ciertos estándares de calidad de acuerdo a la normatividad nacional e internacional para la elaboración de sus productos.

Los materiales de referencia son requeridos para una amplia variedad de aplicaciones. En el nivel de los usuarios finales, las aplicaciones de los MR van desde las pruebas y análisis industriales para control de calidad de productos, investigación y desarrollo, hasta aplicaciones ambientales, clínicas y farmacéuticas de diferentes tipos. Por lo anterior, este proyecto contempla la elaboración y caracterización de óxido de holmio en disolución de ácido perclórico, el cual presenta 14 bandas de transmisión en la región UV-Vis de 240 nm a 640 nm, los cuales servirán para la calibración y verificación de equipos espectrofotómetros UV-VIS a diferentes anchos de banda (1, 2 y 5 nm). El MR elaborado se busca que

permita ayudar a saber si los resultados son confiables, ya que, si se detecta el mínimo error, esto significa que probablemente hubo fallas en medidas pasadas o que las referencias y mediciones no fueron acertadas, por ende, la calibración de instrumentos nos proporciona la herramienta para evaluar nuestros resultados y reportar la repetibilidad de nuestras mediciones.

3. OBJETIVO

El presente trabajo tiene como finalidad establecer un procedimiento para la preparación de óxido de holmio a una concentración 2% viable para la evaluación de la escala de longitud de onda con 14 bandas características del material a tres ABE (1,2,5 nm) en la mayoría de los equipos para calibración.

4. HIPOTESIS.

Es factible generar un material de referencia de Óxido de Holmio en solución, bajo condiciones controladas en el Laboratorio de Biofísica, a fin de ser utilizado en la calibración de espectrofotómetros UV-Vis con anchos de banda espectral de 1, 2 y 5 nm, a fin de evaluar bandas características de absorbancia y transmitancia.

5. CAPITULO I. MARCO TEÓRICO.

5.1. MATERIALES DE REFERENCIA.

En la actualidad no se cuenta con un gran número de materiales de referencia (MR) para cubrir los diversos campos. Los materiales de referencia con los que se cuenta son preparados de una forma meticulosa y con tiempos de alrededor de 48h, y se limitan a pruebas específicas, por esta razón son costosos.

Los materiales de referencia (MR) son sustancias con valores estandarizados y definidos en sus propiedades para poder ser utilizados en la calibración de instrumentos, evaluación de un método de medición, o la asignación de los valores a los materiales. Un MR puede estar en diferentes estados de la materia como gas, liquido o sólido; puro o compuesto. Los MR poseen propiedades por las cuales son certificados mediante un procedimiento técnicamente validado el cual contiene una trazabilidad metrológica y una incertidumbre asociada con un nivel de confianza declarado. (ISO Guide 30:1992)

Una de las funciones de los MR es transferir los valores del mesurando físicos, químicos y biológicos, de un lugar a otro. Los materiales de referencia juegan un papel muy importante en varios campos como lo son:

- Las actividades nacionales e internacionales de normalización.
- Los ensayos de aptitud.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

- En la acreditación de laboratorios.

5.2. CLASIFICACIÓN DE MATERIALES DE REFERENCIA

Los materiales de referencia se clasifican según:

- Soluciones patrón y mezclas de gases, normalmente preparadas gravimétricamente a partir de sustancias puras y utilizadas para calibración. Sustancias puras caracterizadas por la pureza química y/o trazas de impurezas.
- MR matriciales, caracterizados por sus propiedades, como la viscosidad o la densidad óptica.
- Objetos o artefactos de referencia, caracterizados por las propiedades funcionales como el gusto, olor, la dureza, el índice de octano (este incluye especímenes microscópicos).

5.3. LAS PROPIEDADES DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA.

Un material de referencia correctamente elaborado posee distintas propiedades tales como son:

- Homogeneidad: es la condición de tener una estructura o una composición uniforme con respecto a una o más propiedades especificadas, es decir que el valor de la propiedad, determinado por ensayos en n muestras de tamaño especificado, se encuentra dentro de los límites de incertidumbre definidos, aunque las muestras sean tomadas de diferentes unidades de abastecimiento (botellas, paquetes, etc.).

- Estabilidad: capacidad de un material de referencia, cuando se almacena bajo condiciones especificadas, para mantener un valor de una propiedad declarado dentro de los límites especificados por un periodo de tiempo específico. (ISO Guide 30:1992)

5.4. CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS.

De acuerdo con el procedimiento y dificultad de obtención, y de su calidad final, se puede diferenciar de acuerdo a:

- Materiales de referencia primarios: son aquellos materiales reconocidos como los mejores en cuanto a cualidades metrológicas y cuyo valor se acepta sin referirse a otros patrones de la misma magnitud.
- Materiales de referencia secundarios: estos son materiales cuyo valor es estable por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.
- Materiales de referencia terciarios: estos materiales son de trabajo o internos, son utilizados para la calibración de equipos o controlar medidas materializadas, instrumentos de medida o materiales de referencia.

5.5. TRAZABILIDAD DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA.

En el vocabulario internacional de metrología, se define la trazabilidad como la “la propiedad del resultado de una medida, o del valor de un estándar, lo cual consiste en que se pueda establecer el resultado previsible de su comparación directa con los patrones apropiados, generalmente nacionales o internacionales, mediante una cadena ininterrumpida de comparaciones reales, todas con incertidumbres conocidas” (Procedimientos et al., 2019). La importancia de este

parámetro es clave ya que asegura la compatibilidad entre resultados. Esta capacidad de confiar en los resultados asignados a cualquier parámetro de una muestra o producto, en tanto que son comparables a los obtenidos por otro laboratorio que muestre una trazabilidad semejante, es una de las claves que permite asegurar los niveles del comercio actual.

Siendo estrictos, la trazabilidad es una propiedad del resultado de la medición. Sin embargo, por extensión la palabra trazabilidad también se aplica a muestras (se ha de asegurar que el resultado proporcionado corresponde aquella muestra analizada), a métodos analíticos (aquellos que proporcionan resultados trazables), a procedimientos (en el sentido que se han de seguir exactamente todos los pasos realizados con el método analítico en laboratorio hasta obtener el resultado registrado), incluso a documentos (en el sentido que se pueda seguirse documentadamente todos los pasos realizados hasta obtener el resultado) (Pérez-castorena & Mitani-nakanishi, 2001).

Sabemos que el resultado de medida químico se obtiene normalmente como la suma de diversas etapas que puede ir desde la toma de muestra hasta los cálculos finales, se debe tener trazabilidad en todas las etapas, pero frecuentemente es imposible determinarla en cada una de ellas. Esto contrasta con los resultados de tipo físico, los cuales se obtienen generalmente mediante un procedimiento que consta de una sola etapa relevante, la medida instrumental, y por lo tanto la verificación.

5.6. REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE PRODUCTORES DE MATERIALES DE REFERENCIA.

- Los productores de materiales de referencia deben establecer, implantar y mantener un sistema de calidad apropiado a la naturaleza de las actividades, el cual debe contar con políticas, sistemas, programas, procedimientos, instrucciones, hallazgos, etc. En pocas palabras, documentos que permitan asegurar la calidad de los materiales de referencia que se produce.
- Los productores de materiales de referencia deben estar legalmente establecidos, organizados, contar con el personal técnico autorizado, mantener los procedimientos, mantenimientos y disposición de los registros técnicos y de calidad; los registros de calidad proporcionan evidencia objetiva del grado de cumplimiento de los requisitos la efectividad de la operación del sistema de calidad.

5.7. REQUISITOS TÉCNICOS DE PRODUCCIÓN

El productor de materiales de referencia debe contar con el personal suficiente y con el conocimiento técnico y la experiencia para realizar las funciones asignadas, las cuales deben ser comprobables mediante evidencia, además se debe ser capaz de comprobar la efectividad del material mediante la elaboración o caracterización del material de referencia bajo un esquema de pruebas interlaboratorio.

El proceso de elaboración de materiales de referencia debe estar claramente definido de tal manera que puedan ser identificados, medidos y controlados los puntos críticos que afectan la calidad del material de referencia, permitiendo

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

planificar estas etapas del proceso desde la elección del material hasta el servicio posterior a la distribución.

Las condiciones ambientales como son la temperatura, humedad e iluminación deben ser las adecuadas para cada etapa del proceso de producción y almacenamiento, evitando afectar el valor de la propiedad certificada.

Los materiales de referencia certificados deben tener propiedades estables a lo largo de su utilización, periodo asignado por el productor del MRC indicando las condiciones de almacenamiento, precauciones especiales.

Los procesos de envasado y etiquetado deben realizarse en las condiciones adecuadas para evitar la contaminación o extravió de la muestra, asegurando así el valor certificado y la integridad del producto hasta la ruptura de sello de seguridad.

La guía (ISO Guide 31:2000) nos habla de la codificación del material de referencia MRC, para el cual se utilizarán las siglas del material de referencia certificado, – XXX -es un numero consecutivo que identifica a la matriz del material de referencia y es un consecutivo que identifica con una letra minúscula (iniciando con la letra a) que identifica el lote; el lugar de procedencia, el número de envase, la matriz utilizada, el contenido neto y otra información importante para el cliente.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

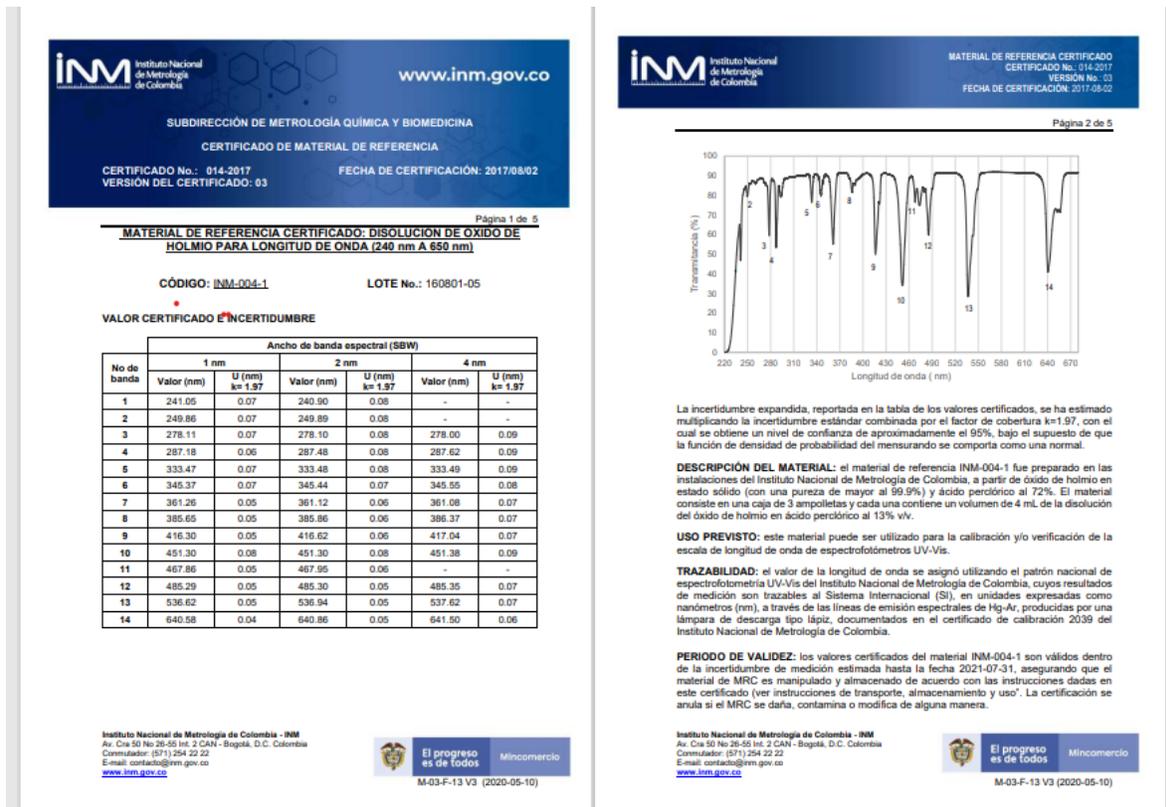


Figura #1 Ejemplo de un certificado de Óxido de Holmio(Referencia & Incertidumbre, 2020)

La preparación del MR debe establecer si este ha sido adecuado e incluir en sus procedimientos:

- Molienda, tamizado y homogenizado.
- Limpieza de los contenedores de la muestra.
- Empacado de muestras representativas del lote.
- Pruebas de homogeneidad.
- Pruebas de estabilidad.

Los productores realizan la evaluación de la homogeneidad y estabilidad, donde estas propiedades van ligadas una de la otra. Una vez determinada la homogeneidad, es necesario mencionar que al indicar que una matriz es

homogénea respecto a una propiedad dada se estará indicando que la propiedad certificada no cambia entre las partes del material. El estudio puede ser llevado a cabo realizando el análisis de varianza de los resultados (agrupando los datos por envases), determinando si existe variaciones significativas entre envases y dentro del envase, una de las recomendaciones en el diseño experimental puede ser consultadas en la guía (ISO Guide 31:2000).

La estabilidad del material de referencia debe ser considerada a largo plazo (vida útil del material) y a corto plazo (condiciones extremas de almacenamiento y transporte). Este proceso es llevado a cabo dentro de un proceso isocronológico o clásico de estabilidad. Por último se prepara el material bajo condiciones idénticas, realizando el análisis del material de referencia periódicamente, según condiciones de reproducibilidad (CENMA, 2006).

Los métodos y equipos de medición deben ser apropiados y estar funcionando dentro de un programa de control metrológico, de igual forma debe estar identificado claramente los equipos que se encuentran fuera de especificaciones, situación en la cual es habitual observar el uso de etiquetas adhesivas con la leyenda “no apto para su uso “o fuera de especificación (*NMX-EC-17025-IMNC-2018 Parte 1.PDF*, n.d.).

Se deben usar y documentar procedimientos técnicamente validados para la caracterización de los materiales, donde los planteamientos incluyen mediciones que se llevan a cabo usando:

- Un método primario.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

- Dos o más métodos de referencia independientes por una organización.
- Una red organizacional calificadas usando métodos de exactitud demostrable y teniendo una valoración de la incertidumbre de mediciones conocida y aceptable.
- Un planteamiento por un método específico (estudio de intercomparacion), dando el valor de la propiedad valorado únicamente por el método específico.

El producto final del proceso, es un material de referencia, debidamente envasado identificado y acompañado del correspondiente certificado, en este documento tendrá la información necesaria para que el usuario final utilice correctamente el material de referencia y conozca el valor y su incertidumbre estándar y expandida asociada (ISO Guide 30:1992).

En el certificado debe llevar la siguiente información:

- Fecha de emisión: este dato es colocado en el certificado el día de la emisión.
- Breve descripción de uso del material de referencia.
- Fuente del material: mostrando la información sobre la procedencia de la materia prima y proceso al cual fue sometido antes de su ensamblaje cuando proceda.
- Proceso de certificación: se brinda una breve descripción del proceso de certificación y de los materiales de referencia utilizados.
- Almacenamiento: en donde se indica las condiciones ambientales de almacenamiento bajo las cuales no se ve afectado el valor certificado.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

- Instrucciones para el uso: en donde se describe claramente la forma correcta de utilizar el material certificado, haciendo mención de las variables que podrían invalidar las propiedades certificadas.
- Expiración del certificado: deben indicar el momento en el cual la certificación es invalidada.
- Observaciones: incluirá toda la información que el personal técnico considere importante para la correcta interpretación de la información del certificado.
- Firmas: la información del certificado debe ser respaldada con las firmas del encargado o jefe del departamento, y el responsable de la certificación o proceso de análisis (*NMX-EC-17025-IMNC-2018 Parte 1.PDF*, n.d.).

5.8. COMPARACIÓN INTERLABORATORIO

Comparación inter-laboratorio: Son organizaciones, las cuales realizan la evaluación de mediciones o ensayos sobre el mismo ítem o ítems similares mediante dos o más laboratorios de acuerdo con condiciones predeterminadas.

La mejor prueba de aptitud de un laboratorio es una demostración fehaciente de esta a través de la realización de una medición, calibración o ensayo, cuyo resultado es comparado con una referencia aceptada, la cual es considerada como una herramienta externa de evaluación. Las pruebas de aptitud y comparación se utilizan para designar ejercicios similares, aunque la primera generalmente implica un requisito que los laboratorios deben superar para demostrar su competencia técnica y/o aptitud para la realización de análisis, mientras que la segunda puede ser un ejercicio de control de estudio.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

La demostración de prueba de aptitud de un laboratorio comparando los resultados con los de una referencia aceptada, depende precisamente de la confiabilidad de dicha referencia. Comúnmente, una prueba de actitud consiste en el envío de un MR al laboratorio bajo evaluación de un patrón, instrumento o material de referencia, cuyas características metrológicas han sido establecidas previamente por un laboratorio de referencia (LR) designado o por un organismo competente (EMA) o por un Instituto Nacional de Metrología (INM). Los resultados de la medición, que realice el laboratorio bajo evaluación, pueden compararse con los valores obtenidos por el laboratorio de referencia o con un instituto nacional de metrología y así obtener evidencia sobre la competencia técnica. Idealmente se debe llevar una prueba de aptitud a cada laboratorio antes de obtener su primera acreditación y posteriormente debe participar en rondas de comparación inter-laboratorio al menos una vez cada dos años.

En una gran parte de los países industrializados, el LR o IMN coordina las pruebas de aptitud en colaboración con la entidad acreditadora, pues es aquel el que normalmente cuenta con el personal mejor capacitado en metrología. La experiencia ha demostrado que los laboratorios de referencia o los Institutos Nacionales de Metrología tienen las mejores condiciones para tomar la responsabilidad de estas pruebas debido a su experiencia e independencia de su personal, además de la confianza que ofrece por ser la referencia de más alta exactitud en el país. (Entidad Mexicana de Acreditación, 2011)

5.9. ESTUDIO DE LA VIABILIDAD DE UN MATERIAL DE REFERENCIA.

Para asegurar la capacidad de producir y de caracterizar un MR suficientemente homogéneo y estable se realiza un estudio de viabilidad. Este estudio puede surgir a partir de preguntas con respecto a la mejor forma de preparar un material de referencia, la estabilidad del MR, o el propósito del MR las cuales lo puedan justificar. El estudio de la viabilidad nos permite afinar la funcionalidad del MR y de sus procedimientos en vista de los requerimientos de las medidas de la caracterización. En este caso, es necesario un numero adicional considerable de muestras del mismo material. Un estudio de viabilidad puede ser aplicado para investigar los aspectos más relevantes sobre la producción de un MR y debe incluir los siguientes aspectos:

- La preparación de una o más lotes del material a evaluar y la investigación de posibles limitantes para futuros planes de escalar el problema.
- La investigación de diferentes alternativas para el envasado del material para asegurar las mejores condiciones de transporte y almacenamiento.
- La investigación de todos los aspectos legales concernientes al etiquetado, almacenamiento y transporte del material.
- La evaluación y si es necesaria, la validación de los métodos disponibles para el análisis o el desarrollo de los métodos apropiados, en caso de que no existan.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

- El estudio de la homogeneidad del material y la determinación de la cantidad mínima que puede ser usada para las muestras (cuando sea considerable) que requieran los análisis correspondientes.
- El estudio de la estabilidad del material para corto y largo plazo.
- La simulación de un ejercicio de certificación (caracterización) y la investigación de los métodos para evaluar los resultados.
- La estimación de los valores de las propiedades y el cálculo de la incertidumbre. Para comparar estos valores con valores finales del proyecto.

El estudio de la viabilidad debe cubrir al menos los aspectos mencionados, incluso aquellos, que forman parte del trabajo experimental. Para este estudio los materiales seleccionados para la elaboración de materiales de referencia cumplieron con los aspectos de viabilidad, el cual fue realizado antes de realizar la compra de los materiales.

5.10. CARACTERIZACIÓN DE MATERIAL DE REFERENCIA.

El proceso de la caracterización de un MR requiere de varios pasos fundamentales, indicados en las normas establecidas, específicamente las guías publicadas por la Organización Internacional para la Estandarización. Actualmente entraron en vigencia las normas mexicanas equivalentes a estas guías. En estas guías se establece el análisis de los pasos necesarios la caracterización de los MR.

El diagrama es elaborado a partir del contenido de las normas, en el que se observa la metodología que se va a aplicar para la selección de los materiales y dicha herramienta se encuentra en el sistema de calidad para MR. Esta metodología es

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

en forma general un resumen del contenido del sistema de calidad y se tiene que aplicar a cada material. Con dicho procedimiento se puede desarrollar un material de referencia desde su selección hasta su disponibilidad para la venta.

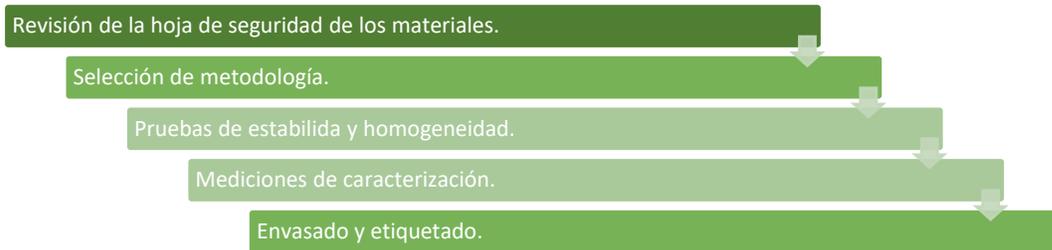


Figura #2 Diagrama general para la caracterización de material de referencia.

5.11. APLICACIÓN DE LOS MATERIAL DE REFERENCIA DE ÓXIDO DE HOLMIO EN LA METROLOGÍA.

Los laboratorios deben controlar, y verificar una cantidad de parámetros con la finalidad de asegurar la trazabilidad metrológica de las mediciones. Lo cual se facilita con el uso de los materiales de referencia con una trazabilidad metrológica establecida. (ISO Guide 33:2000)

La importancia del uso de los materiales de referencia en el papel en la estimación y la propagación de la incertidumbre de la medida y la trazabilidad metrológica incluye:

- Calibración de métodos de ensayo o instrumentos.
- Verificación de métodos de ensayo.
- Establecimiento de la trazabilidad.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

Los cuales tienen un papel muy importante en el aseguramiento de la calidad y la confiabilidad de los resultados.

Así, uno de los requisitos básicos de un material de referencia es la calidad ya que no solo proporciona un valor de la propiedad certificada si no también una confiable estimación de la incertidumbre de este valor. Para establecer propiedades para el proceso de producción y certificación de un material de referencia, la guía exige que el estimado de la incertidumbre de un valor certificado incluya, como mínimo, contribuciones provenientes de las tres fuentes básicas las cuales son:

- (in)homogeneidad del material de referencia.
- (in)estabilidad del material de referencia a largo y corto plazo (que se refiere al almacenamiento y a la entrega del material, respectivamente).
- Caracterización del material de referencia (determinación del valor certificado).

En lo que respecta a la calibración de métodos e instrumentos de ensayo, la incertidumbre del material de referencia usada no debe ser tratada con negligencia, si no apreciada adecuadamente y propagada al resultado final.

La evaluación de longitud de onda para la calibración de equipos espectrofotómetros ultravioleta visible se realiza empleando MR que tengan bandas características de absorción o transmisión, en los que se ha identificado con incertidumbre apropiada la ubicación del máximo o mínimo de las bandas.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

El laboratorio, con lo establecido con sus materiales de referencia debe establecer los alcances para la realización de la calibración del instrumento con una revisión del manual de operación en cuestión el cual nos hablara del procedimiento documentado y las especificaciones del equipo a calibrar, deben definir los materiales de referencia y los puntos de medición apropiados para cubrir la escala o intervalo de trabajo donde se requiere la calibración.

- Determinación del ancho de banda espectral (ABE) a calibrar en función de las especificaciones del instrumento bajo calibración (IBC) o la autorización por escrito del cliente.
- Establecer el modo de lecturas del instrumento de acuerdo a las recomendaciones del manual de operación del fabricante.
- Ajustar los máximos y mínimo de radiación para cada punto de calibración, depende del diseño del equipo espectrofotómetro, de acuerdo del manual de operación del fabricante.
- Las mediciones de los materiales de referencia deben ser de acuerdo a lo referido en el certificado (ejemplo para el caso de la disolución de óxido de holmio en celda sellada la referencia es contra el aire, no se requiere celda de referencia).
- Realización de al menos 3 series de mediciones del MRC, identificando los picos de longitud de onda para las bandas características para el ABE seleccionado.
- Registrar las condiciones ambientales.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

La calibración de un instrumento espectrofotómetro consta en dos escalas, la escala de longitud de onda y la escala fotométrica.

| ESCALA FOTOMÉTRICA | ESCALA DE LONGITUD DE ONDA |
|-----------------------------------|---|
| Filtros de densidad óptica neutra | Filtro de óxido de holmio Filtro de óxido de didimio |

Figura #3 Clasificación de los intervalos de trabajo para la calibración de espectrofotómetro uv-vis (CENAM, 2014)

Nos enfocaremos en la escala de longitud de onda la cual es realizada comúnmente con dos materiales de referencia, Óxido de holmio y Óxido de didimio, los cuales se complementan mutuamente ya que comparten un rango de trabajo en la región UV-VIS.

El óxido de holmio en ácido perclórico (Ho_2O_3) es empleado en la calibración de la escala de longitud de onda. Este material lo podemos encontrar en dos presentaciones, en matriz en vidrio y en disolución. el cual presenta 14 bandas primarias de absorción en la región ultravioleta visible el cual se encuentra en 230-690 nm, estas bandas pueden variar de acuerdo con el ancho de banda (ABE) con el que se certifique y la composición del sustrato (CENAM, 2014).

6. APLICACIÓN DEL ÓXIDO DE HOLMIO EN LA INDUSTRIA.

La espectrofotometría UV-VIS es una técnica utilizada en la industria para el análisis cuantitativo de numerosos compuestos. La concentración de una sustancia puede ser calculada a partir de la cantidad de luz absorbida por una muestra, en el rango del espectro del ultravioleta (UV) y visible (Vis) aplicando la ley de Lambert-Beer. Por ello, para generar datos confiables es de gran importancia la calibración con materiales de referencia certificados, para la verificación previa del funcionamiento del espectrofotómetro.

Se presentan algunos ejemplos en los diferentes campos de la industria donde esta técnica es utilizada.

- **Industria Alimentaria:** La espectroscopia UV-VIS se utiliza con frecuencia en alimentos, bebidas, y en la industria de lácteos, para análisis in situ no destructivos de los cultivos, materias primas, materiales en procesos, y productos terminados, es utilizado como una herramienta de control de calidad. Así como la determinación del color (por ejemplo, vino), análisis del contenido (fosfato o SO_2), adulteración, amargor, color, ácidos alfa, polifenoles totales, antocinógeno, yodo, contenido de hierro y valores de ácido tiobarbitúrico (por ejemplo, cerveza).
- **Industria Farmacéutica:** La espectroscopia ultravioleta-visible se usa ampliamente para el análisis cualitativo (prueba de identificación), el análisis de los ingredientes farmacéuticos activos (API), los estudios de

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

disolución, el ensayo de las indicaciones del etiquetado, la creación de perfiles de impurezas o la pureza por absorción, el análisis de la composición porcentual, el análisis del color y la estabilidad de los fármacos.

- **Industria cosmética:** Evaluación de la fotoestabilidad de los agentes para las formulaciones, caracterización de partículas del agente de bloqueo UV, evaluación del índice cromático, detección de adulteraciones (industria de los perfumes), estudio de las propiedades ópticas, cuantificación de colorantes, antioxidantes, etc.
- **Industria petroquímica:** Caracterización de petróleo crudo, cálculo de fracciones de asfaltenos, formulación de índices de contenido aromático, calidad de la gravedad del petróleo crudo, contenido de azufre, cálculo del factor de solubilidad de Hildebrand (ampliado al betún, los petróleos pesados y esquistosos, y los petróleos procedentes del craqueo catalítico fluidizado, la coquización o la licuefacción de carbón).
- **Industria Química:** Determinación de propiedades químicas, evaluación de la calidad final del producto acabado, estudio de la composición de los polímeros, cualificación de las aguas residuales, determinación de la pureza y la eficacia del colorante, degradación fotocatalítica de

polímeros/colorantes y residuos de pesticidas en el suelo o el agua.

(Underwood, 1995)

7. CAPÍTULO II METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.

7.1. INTRODUCCIÓN

Para que un material de referencia sea considerado el adecuado debe cumplir con tres requisitos esenciales:

- Que el material sea homogéneo.
- Que sea estable con respecto al tiempo.
- Que sea reproducible

Es por ello que en el proceso de caracterización del material de referencia “Óxido de holmio para la calibración de la escala de longitud de onda de espectrofotómetros Ultra Violeta Visible” se realizaron pruebas para demostrar el comportamiento del material en cada uno de los tres puntos citados anteriormente.

El procedimiento para la elaboración de MRC establece que debe ser producido por lotes, esto es: la selección de la materia prima, la separación y embalaje del material deben ser unidades que forma un lote (conjunto de unidades que mantienen las mismas características); aprobar el estudio de la homogeneidad, la certificación de la propiedad de interés y estudio de estabilidad a lo largo del tiempo.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS



Figura #4 Proceso de la elaboración del material de referencia

7.2. PRINCIPIO DE LA ESPECTROFOTOMETRÍA

La espectrofotometría Ultra violeta -Visible es un método óptico de análisis, que tiene como principio de medición de absorción y /o transmisión de la energía radiante emitida por la fuente de luz, que atraviesa una sustancia, el método es espectroscópico debido a que se basa en la medida de la intensidad y de la longitud de onda de la energía radiante.

La región del espectro electromagnético que aplica es la Ultra violeta- Visible que va desde los 10nm a 780nm.

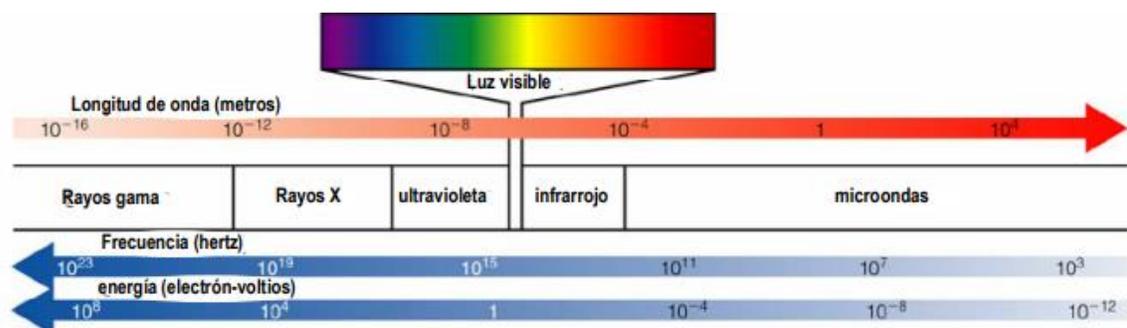


Figura #5 Espectro electromagnético.(Metrólogos & Asociados, 2007)

Tipos de espectrofotómetro:

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

Existe una gran variedad de instrumentos, dependiendo de las características de fabricación, podemos mencionar dos tipos de acuerdo a su diseño óptico:

- ✓ De haz simple
- ✓ De haz doble

La diferencia entre estos arreglos es que el de doble haz permite mayor estabilidad, se obtiene mayor exactitud y reduce el número de pasos en la medición.

Otra clasificación refiere a lo instrumental, podemos encontrar equipos analógicos o digitales, los equipos digitales contienen una ventaja de automatizar la medición y agilizar la captura de datos mientras que los analógicos contienen la desventaja realizar de manera manual cada barrido de la medición y la toma de los datos de formato físico.

Los espectrofotómetros contienen dos escalas:

Escala fotométrica: escala de medición donde se localiza la transmitancia y u o absorbancia, su alcance es de 0-100 % T y 0-2 α de absorbancia.

Escala de longitud de onda: escala de longitud de onda, su alcance es de 190-900 nm.

Los materiales que se emplean para la calibración de los espectrofotómetros Ultra violeta-Visible son:

Filtros de densidad óptica neutra: para realizar la escala fotométrica, se certifica la transmitancia y u o absorbancia, estos tienen diferentes porcentajes de

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

transmitancia (1,3,10,20,30,50,75,90 %T) el alcance de longitud de onda es de 340 a 900 nm.

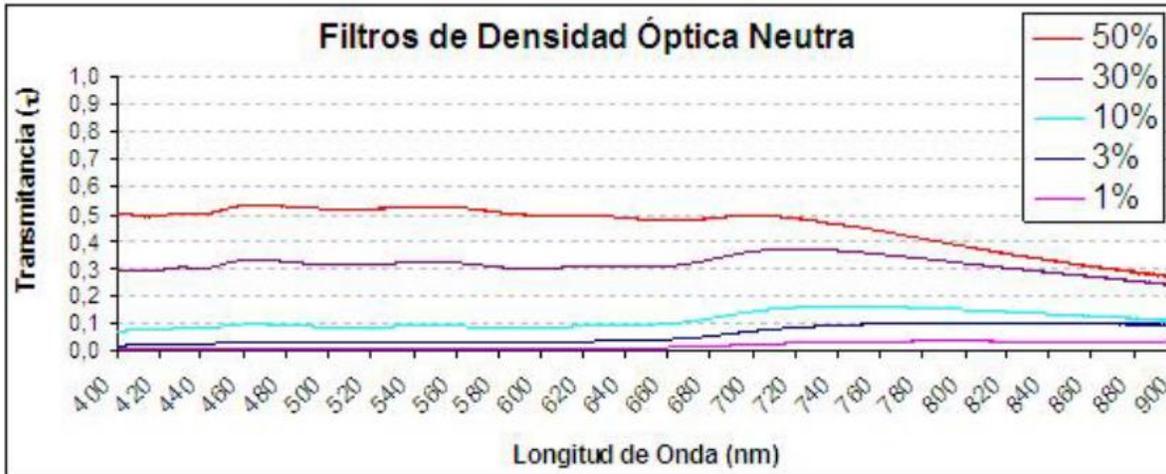


Figura #6 Filtros de densidad óptica neutra(Metrólogos & Asociados, 2007)

La escala de longitud de onda: en esta escala se puede evaluar con dos patrones de referencia que cubren el espectro Ultra violeta- Visible estos materiales son el óxido de didimio en solución o en vidrio y el óxido de holmio en solución o en vidrio la cual abarca de 230 a 900nm:

Filtro de óxido de Didimio: este filtro se certifican las bandas de transmisión y u o absorciones características, el alcance de medición es de 380- 880nm.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS



Figura # 7 Huella espectral del óxido de Didimio.(Metrólogos & Asociados, 2007).

Filtro de óxido de Holmio: en este filtro se certifican las bandas de transmisión y u o absorciones características. Este material debe estar calibrado a diferentes anchos de banda espectral (ABE), ya que es un parámetro muy importante que se tiene que considerar para la calibración, ya que el número de bandas depende directamente de él, su alcance de medición es de 240 a 650 nm (Metrólogos & Asociados, 2007).

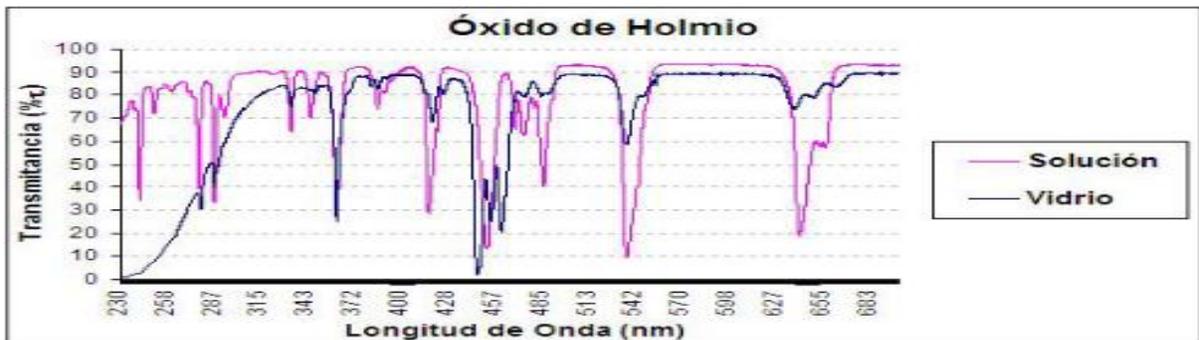


Figura # 8 Huella espectral de óxido de Holmio.(Metrólogos & Asociados, 2007).

7.3. MATERIALES Y EQUIPOS

Para la elaboración y caracterización se utilizaron los siguientes reactivos y equipos.

Reactivos:

- Ácido perclórico ($HClO_4$) al 70%
- Óxido Holmio (Ho_2O_3) al 99.999 % de pureza
- Agua destilada (H_2O)

Equipos:

- Matraz aforado 100 ml.
- Pipetas de 5 ml.
- Embudo.
- Papel filtro.
- Vaso precipitado de 10 ml.
- Placa calefactora.
- Vidrio de reloj.
- Balanza analítica.
- Termómetro 100°C.
- Espátula.
- Celdas de cuarzo de 3.5 ml con dos caras biseladas.
- Espectrofotómetro UV-VIS NIR marca Varían, modelo Cary 5000.
- Guantes.
- Papel óptico.

7.4. PROCEDIMIENTO PARA LA ELABORACIÓN DE ÓXIDO DE HOLMIO COMO MATERIAL DE REFERENCIA.

En el presente trabajo se determinó un procedimiento para la elaboración del óxido de holmio en solución de ácido perclórico en celdas de cuarzo. Se preparó una disolución al 10% con ácido perclórico (HClO_4) al 70% se colocó en un matraz aforado de 10ml en donde tomamos un 1ml HClO_4 al 10% más un 1ml de agua destilada, se llevó a cabo una reacción exotérmica, una vez concluida se procedió a aforar el matraz.

Se pesó 0.2 gr del reactivo de óxido Holmio (Ho_2O_3) al 99.999 % de pureza, el cual fue vertido con ayuda de un embudo a un matraz de 100ml en el cual se tendrá que colocar 1 ml H_2O hasta su disolución, se colocó 1 ml de (HClO_4) al 10%, después se calentó el matraz a una temperatura de 80°C en un termociclador durante una hora, una vez concluido se procedió a aforar el matraz de 100 ml con H_2O y se dejó reposar durante 24hrs.

Posteriormente, se continuó con el filtrado el cual es realizado con papel filtro, el cual se colocó en un embudo y se vertió la solución preparada en un vaso de precipitados, este paso se repitió una vez más para evitar partículas suspendidas.

El vaciado a las celdas de cuarzo se realizó a partir del siguiente proceso: se tomó una celda de cuarzo previamente etiquetada, se adicionaron 3.5 ml de óxido de holmio en ácido perclórico, para evitar la contaminación de la muestra se realizó un sellado de la celda de cuarzo y se colocó un sello de violación.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLÓRICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

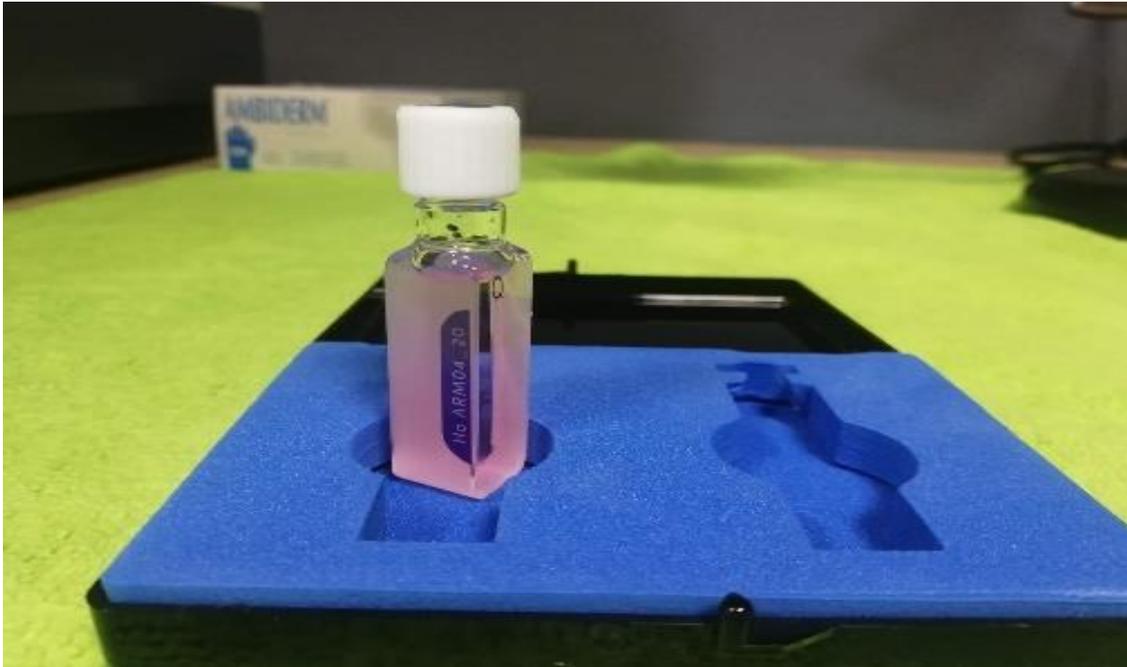


Figura #9 Óxido de holmio disolución de ácido perclórico producido y envasado en celda de cuarzo, etiquetado con ID, número de serie, número de lote.

Una vez que transcurrieron 12 horas se preparó para la caracterización del material, el cual se realizó con espectrofotómetro UV-VIS-NIR modelo Cary 5000 marca Varían, el programa se identificó con el nombre “fabricación de materiales de referencia”, en el cual se colocó los siguientes parámetros de caracterización:

Posterior a 12 horas, se realizó la caracterización del material mediante un espectrofotómetro UV-VIS-NIR modelo Cary 5000 marca Varían, el programa se identificó con el nombre de “fabricación de materiales de referencia” y se agregaron los siguientes parámetros de caracterización:

- Rango de trabajo 220-700 nm.
- Numero de ciclos 5.
- Tiempo de medición 0.033 segundos.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

- Intervalo de datos 0.05 nm.
- Velocidad de barrido 90.909 nm/min.
- Ancho de banda (ABE) de 1,2 y 5 nm.
- En transmitancia.
- Corrección de línea base.

7.5. CARACTERIZACIÓN DEL ÓXIDO DE HOLMIO

Se utilizó el equipo espectrofotómetro UV-VIS-NIR modelo Cary 5000 marca Varían ubicado en el área de óptica en el laboratorio de biofísica, el cual cuenta con una resolución en transmitancia 0.05 %T y Absorbancia 0.0001 α con un rango de 190-3300 nm y con un software “scan” en el cual se colocaron los parámetros asignados para el material de referencia elaborado.

Se enciende el equipo esperando a que estabilice durante 30 min. Se encenderá el software “scan” y se introdujo los parámetros caracterización.

1. Se realizó un ajuste a cero mediante la corrección de línea base utilizando el icono de línea base, dejando vacío los compartimientos de muestra y de referencia del accesorio del instrumento.
2. Se registraron las condiciones ambientales iniciales y finales de temperatura y humedad, asegurándose de que no se encuentran fuera de los límites de $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.
3. Se presiona el icono de inicio y se identifica la medición con el código de material, seguido del número de lectura, los archivos serán guardados en la carpeta que lleva por nombre fabricación de materiales de referencia.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

4. El equipo continuara con las cuatro mediciones restantes.
5. Una vez realizado las 5 mediciones (longitud de onda y transmitancia) el equipo envía los datos en una hoja de Excel la cual contiene los datos de los cinco ciclos y también el scan para revisar el grafico de ser necesario.
6. Se filtrarán los datos de las cinco mediciones seleccionando los mínimos de transmisión de las bandas certificadas de un material de referencia, las bandas certificadas para el holmio en solución y en vidrio, sin embargo, las características de nuestro material nos mostrarán su propia huella digital mostrando sus mínimos de transmisión.

| | Oxido de holmio (solución) | Oxido de holmio (vidrio) |
|---|----------------------------|--------------------------|
| Bandas de transmisión características de los materiales | 241 | 279 |
| | 250 | 287 |
| | 278 | 333 |
| | 287 | 347 |
| | 333 | 360 |
| | 345 | 381 |
| | 361 | 385 |
| | 385 | 418 |
| | 416 | 445 |
| | 451 | 453 |
| | 467 | 460 |
| | 473 | 473 |
| | 485 | 484 |
| | 536 | 536 |
| | 640 | 637 |

Figura #10 Registro de bandas certificadas de materiales de referencia de óxido de holmio

8. LAS BANDAS CARACTERÍSTICAS DEL MATERIAL ELABORADO.

las huellas espectrales del material elaborado en diferentes anchos de banda (ABE) se observa cómo es que las bandas características van disminuyendo de acuerdo al ancho de banda

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLÓRICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

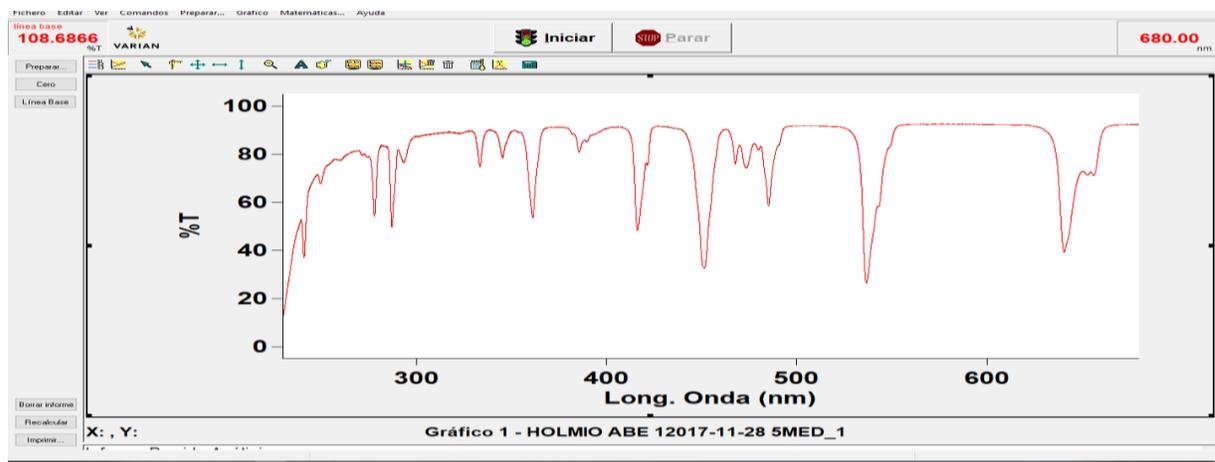


Figura # 11 Huella espectral de óxido de holmio en disolución de ácido perclórico a una concentración 2% a un ABE 1nm.

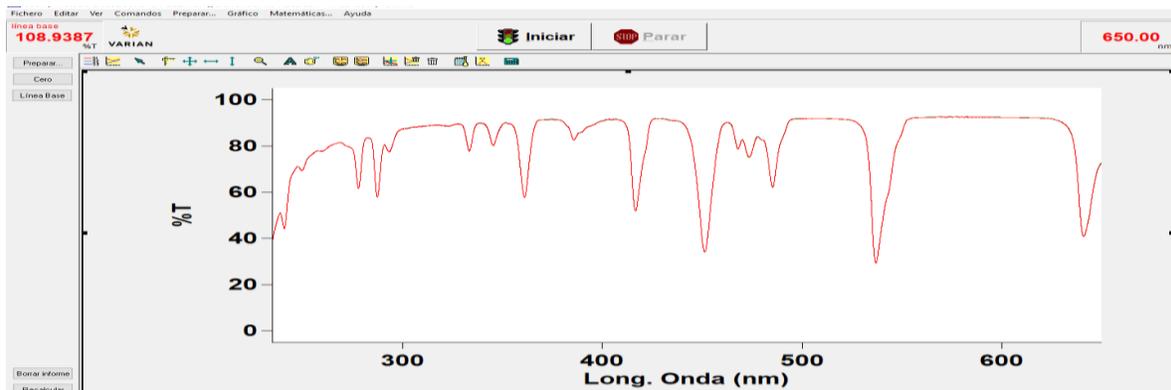


Figura # 12 Huella espectral de óxido de holmio en disolución de ácido perclórico a una concentración 2% a un ABE 2nm.

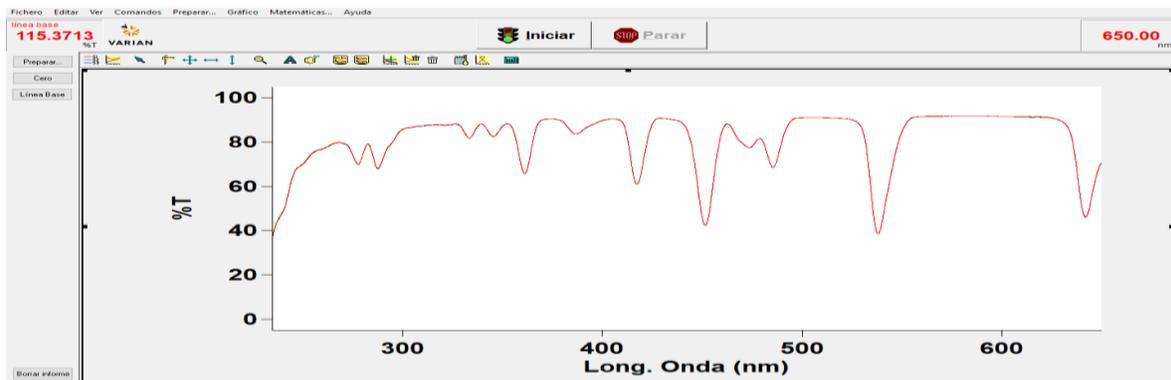


Figura # 13 Huella espectral de óxido de holmio en disolución de ácido perclórico a una concentración 2% a un ABE 5nm.

8.1. MÉTODO DE LA HOMOGENEIDAD.

Una de las condiciones de la homogeneidad es tener una estructura o composición uniforme con respecto a una o más propiedades especificadas. Se dice que un material de referencia es homogéneo con respecto a una propiedad, si el valor de la propiedad determinado por ensayos en muestras se encuentra dentro de los límites de incertidumbre definidos.

Se utilizó un método de validación estadística donde se realizaron las mediciones para realizar el estudio de la homogeneidad comparando los valores obtenidos por el Centro Nacional Metrología (CENAM) y el laboratorio de biofísica.

Para esta prueba se realizaron una serie de mediciones, en la cuales se obtienen haciendo una línea base al vacío previo a las cinco mediciones con los diferentes anchos de banda (1,2 y 5 nm).

8.2. DESARROLLO DE LAS MEDICIONES.

Se realizaron las mediciones del material de referencia de óxido de holmio mediante el siguiente procedimiento:

CONDICIONES INSTRUMENTALES.

- Se enciende el equipo y se deja estabilizar por un periodo de 30 minutos.
- Se establecen condiciones de operación.
- Introducimos los parámetros de caracterización.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

| Parámetros instrumentales | Óxido de Holmio en solución |
|----------------------------------|------------------------------------|
| Alcance de la medición | 220 a 670 nm |
| Intervalo de datos | 0.05 nm |
| Tiempo promedio de la señal | 0.033 |
| Modo | %T |
| Anchos de banda espectral | 1, 2 y 5 nm |
| Línea base | Corrección |

Tabla # 1 Parámetros de caracterización.

CONDICIONES OPERACIONALES.

- Haciendo uso de buenas prácticas de laboratorio utilizando guantes de polietileno sin talco.
- Se realizó un ajuste a cero mediante la correlación de la línea base utilizando la opción de línea base del software, dejando vacío los compartimientos de la muestra del accesorio del instrumento.
- Se llevó un registro de condiciones ambientales iniciales o finales de temperatura y humedad asegurando que no se encontraran fuera de los límites establecidos.
- Se colocó el material.
- Se realizaron cinco mediciones.

9. ANÁLISIS DE LOS DATOS PARA EL ESTUDIO DE LA HOMOGENIDAD

Los resultados fueron tratados para la evaluación de la homogeneidad de la siguiente forma:

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

NOTA 1: Los valores críticos y experimentales fueron comparados en cada una de las pruebas estadísticas tomándose el criterio de comparación de estos parámetros de la siguiente forma:

- a) Si el valor de la probabilidad es mayor de 0.05, se acepta la hipótesis nula.
- b) El incumplimiento del inciso anterior conlleva a la elección de la hipótesis alternativa.

NOTA 2: el análisis estadístico puede realizarse comparando el valor de la probabilidad con la significancia asintótica de la siguiente forma.

- a) Si el valor de la propiedad es mayor que 0.05 se acepta la hipótesis nula.
- b) El incumplimiento del inciso anterior conlleva a la elección de la hipótesis alternativa.

NOTA: el laboratorio de biofísica será representado por la analista signataria del área de óptica Dulce, el laboratorio del Centro Nacional de Metrología (CENAM) lo representará la ing. Tatiana Ortega.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

1) Análisis de mediciones realizadas por laboratorio de biofísica y CENAM a un ancho de banda 1nm:

| ÓXIDO DE HOLMIO | |
|------------------------|----------|
| DULCE | TATIANA |
| 640.5385 | 640.4875 |
| 536.5615 | 536.6625 |
| 485.2577 | 485.325 |
| 473.6546 | 473.6875 |
| 467.8254 | 467.8625 |
| 451.6292 | 451.3875 |
| 416.2008 | 416.3375 |
| 385.5631 | 385.625 |
| 361.3138 | 361.4 |
| 345.46 | 345.4875 |
| 333.5361 | 333.6125 |
| 287.1438 | 287.375 |
| 278.1785 | 278.3 |
| 241.0162 | 241.1625 |

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

| <i>Grupos</i> | <i>Cuenta</i> | <i>Suma</i> | <i>Promedio</i> | <i>Varianza</i> |
|---------------|---------------|-------------|-----------------|-----------------|
| DULCE | 14 | 5703.879151 | 407.4199393 | 12146.86 |
| TATIANA | 14 | 5704.7125 | 407.4794643 | 12134.69 |

ANÁLISIS DE VARIANZA

| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>de Grados libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|----------------------------------|----------|---------------------|-----------------------------|
| Entre grupos | 0.024802526 | 1 | 0.024802526 | 2.04E-06 | 0.998870491 | 4.225201273 |
| Dentro de los grupos | 315660.1283 | 26 | 12140.77416 | | | |
| Total | 315660.1531 | 27 | | | | |

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

2) Análisis: mediciones realizadas por Laboratorio de biofísica y CENAM a un ancho de banda 2nm.

| ÓXIDO DE HOLMIO | |
|------------------------|----------|
| DULCE | TATIANA |
| 640.7031 | 640.8375 |
| 536.7146 | 536.9375 |
| 485.28 | 485.35 |
| 473.6223 | 473.5625 |
| 467.88 | 467.95 |
| 451.6238 | 451.3375 |
| 416.3823 | 416.6625 |
| 385.6838 | 385.95 |
| 361.2431 | 361.2 |
| 345.4746 | 345.55 |
| 333.5231 | 333.575 |
| 287.2715 | 287.7 |
| 278.1454 | 278.325 |
| 260.0338 | 240.8625 |

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

| <i>Grupos</i> | <i>Cuenta</i> | <i>Suma</i> | <i>Promedio</i> | <i>Varianza</i> |
|---------------|---------------|-------------|-----------------|-----------------|
| DULCE | 14 | 5723.581491 | 408.8272493 | 11693.69 |
| TATIANA | 14 | 5705.8 | 407.5571429 | 12154.02 |

ANÁLISIS DE VARIANZA

| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>de Grados de libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
|----------------------------------|--------------------------|------------------------------|----------------------------------|----------|---------------------|-----------------------------|
| Entre grupos | 11.2921935 | 1 | 11.2921935 | 0.000947 | 0.975684971 | 4.225201273 |
| Dentro de los grupos | 310020.2681 | 26 | 11923.85646 | | | |
| Total | 310031.5603 | 27 | | | | |

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

3) Análisis: mediciones realizadas por Laboratorio de biofísica y CENAM a un ancho de banda 5nm.

| ÓXIDO DE HOLMIO | |
|------------------------|---------|
| DULCE | TATIANA |
| 640.7369 | 641.75 |
| 536.7269 | 537.825 |
| 485.3169 | 485.3 |
| 473.6131 | 473.55 |
| 467.8954 | * |
| 451.7208 | 451.4 |
| 416.5038 | 417.325 |
| 385.7431 | 386.45 |
| 361.2931 | 361.1 |
| 345.4446 | 345.5 |
| 333.4938 | 333.35 |
| 287.2431 | * |
| 278.1154 | 287.95 |
| 260.04 | 278.05 |
| 249.3815 | * |
| 241.0185 | * |

Análisis de varianza de un factor

RESUMEN

| <i>Grupos</i> | <i>Cuenta</i> | <i>Suma</i> | <i>Promedio</i> | <i>Varianza</i> |
|---------------|---------------|-------------|-----------------|-----------------|
| DULCE | 16 | 6214.286864 | 388.392929 | 13264.58 |
| TATIANA | 12 | 4999.55 | 416.6291667 | 11480.41 |

ANÁLISIS DE VARIANZA

| <i>Origen de las variaciones</i> | <i>Suma de cuadrados</i> | <i>de Grados libertad</i> | <i>Promedio de los cuadrados</i> | <i>F</i> | <i>Probabilidad</i> | <i>Valor crítico para F</i> |
|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|----------------------------------|----------|---------------------|-----------------------------|
| Entre grupos | 5467.097947 | 1 | 5467.097947 | 0.437027 | 0.514376572 | 4.225201273 |
| Dentro de los grupos | 325253.2178 | 26 | 12509.73915 | | | |
| Total | 330720.3158 | 27 | | | | |

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

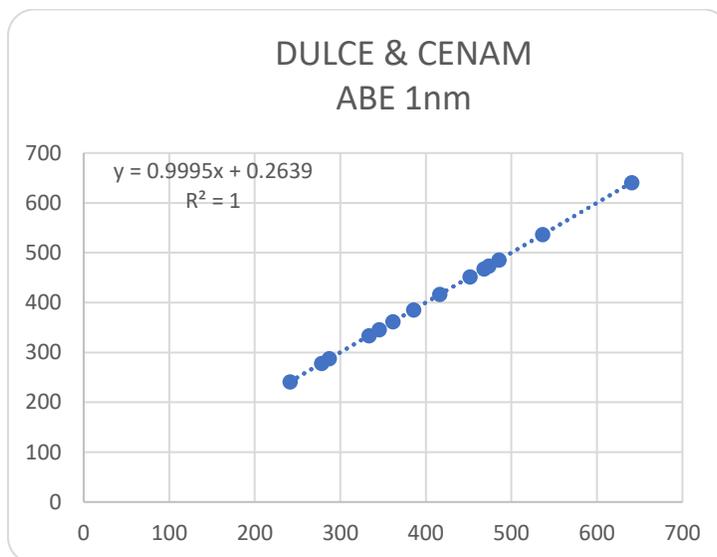
9.1. CONCLUSIÓN DEL ESTUDIO DE LA HOMOGENEIDAD:

Se observa en el estudio que el valor de F calculada y el valor de F crítica, con un nivel de probabilidad de 0.05 de confianza, por lo tanto comparando las F obtenidas se tiene que la F crítica es mayor a la F calculada , lo que significa que se acepta la hipótesis nula y se rechaza la hipótesis alternativa , es decir no existe diferencia significativa entre los valores obtenidos en la caracterización en el óxido de holmio en ácido perclórico por Laboratorio de biofísica y el Centro Nacional de Metrología (CENAM).

9.2. ANÁLISIS DE LOS DATOS PARA EL ESTUDIO DE LA REPETIBILIDAD.

1) Análisis de datos para un ancho de banda 1nm:

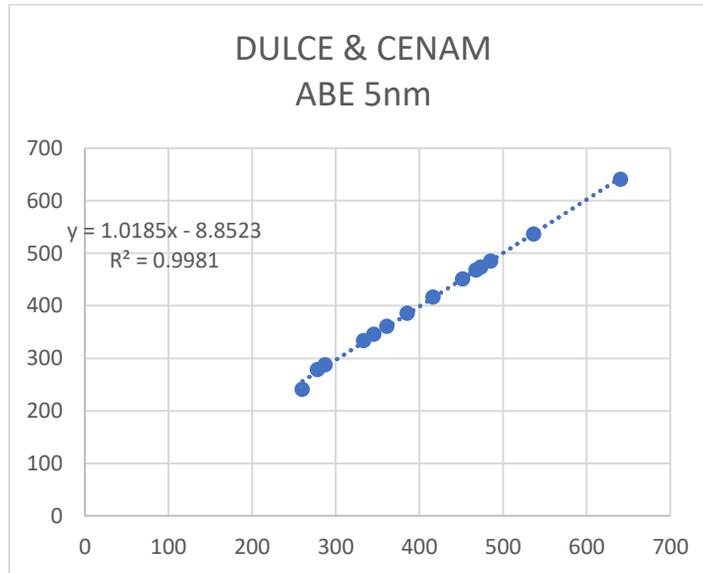
| Correlación de Pearson | |
|-------------------------------|----------------|
| DULCE | TATIANA |
| 640.538451 | 640.4875 |
| 536.561535 | 536.6625 |
| 485.257685 | 485.325 |
| 473.654613 | 473.6875 |
| 467.825383 | 467.8625 |
| 451.629227 | 451.3875 |
| 416.200764 | 416.3375 |
| 385.56307 | 385.625 |
| 361.31384 | 361.4 |
| 345.459993 | 345.4875 |
| 333.53615 | 333.6125 |
| 287.143836 | 287.375 |
| 278.178451 | 278.3 |
| 241.016152 | 241.1625 |



SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

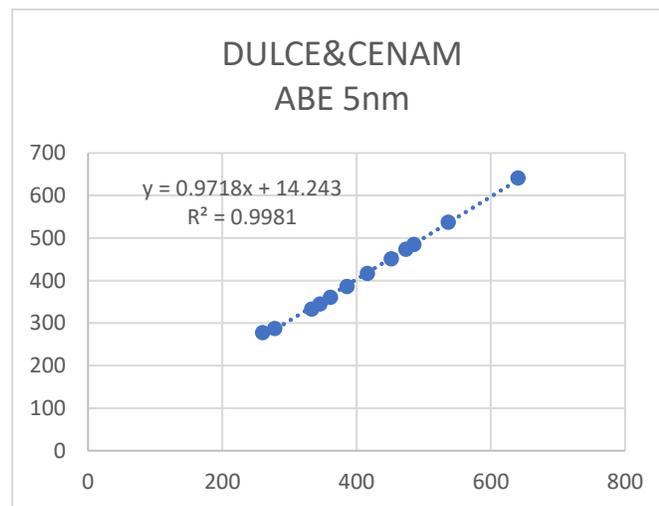
2) Análisis de datos para un ancho de banda 2nm:

| Correlación de Pearson | |
|-------------------------------|----------|
| DULCE | TATIANA |
| 640.703075 | 640.8375 |
| 536.714629 | 536.9375 |
| 485.279993 | 485.35 |
| 473.622305 | 473.5625 |
| 467.879994 | 467.95 |
| 451.623844 | 451.3375 |
| 416.382303 | 416.6625 |
| 385.683841 | 385.95 |
| 361.243071 | 361.2 |
| 345.47461 | 345.55 |
| 333.523072 | 333.575 |
| 287.271532 | 287.7 |
| 278.145379 | 278.325 |
| 260.033844 | 240.8625 |



3) Análisis de datos para un ancho de banda de 5nm:

| Correlación de Pearson | |
|-------------------------------|---------|
| DULCE | TATIANA |
| 640.736923 | 641.75 |
| 536.726925 | 537.825 |
| 485.316916 | 485.3 |
| 473.613074 | 473.55 |
| 451.720763 | 451.4 |
| 416.503844 | 417.325 |
| 385.743073 | 386.45 |
| 361.293071 | 361.1 |
| 345.444612 | 345.5 |
| 333.493839 | 333.35 |
| 278.115378 | 287.95 |
| 260.039998 | 278.05 |



9.3. CONCLUSIÓN DEL ESTUDIO DE REPETIBILIDAD

Podemos concluir que, en la regresión lineal donde se estará evaluando la reproducibilidad, se observa el estimado coeficiente de la correlación de Pearson “R” en donde en el ancho de banda 2nm y 5nm tenemos una correlación aceptable, teniendo el valor $R \geq 0.9981$ y el valor $R \geq 0.9981$ respectivamente, y contamos con una correlación excelente en el ancho de banda 1nm con un valor $R=1$, con esto concluimos que el material posee una buena reproducibilidad.

10. MÉTODO DE ESTABILIDAD.

La producción y certificación de los materiales de referencia, es una actividad clave para la trazabilidad de los resultados de las mediciones químicas en el Sistema Internacional de Unidades (SI). Los materiales de referencia deben cubrir ciertas características dentro de las cuales una es la estabilidad. En este trabajo, se presenta una descripción del estudio de estabilidad a largo plazo realizada en materiales de referencia.

Para la producción y certificación de materiales de referencia existen dos guías ISO, la guía ISO 34, Requerimientos Generales para la Competencia de los Productores de Materiales de Referencia, la cual establece los requerimientos que deben ser cubiertos para producir un material de referencia (MR) y demostrar competencia, la guía ISO 35, Certificación de Materiales de Referencia - Principios Generales y

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

Estadísticos- establece las condiciones para realizar las pruebas de homogeneidad, pruebas de estabilidad y certificación de los materiales de referencia.

Los materiales de referencia certificados (MRC) deben cubrir ciertas características de importancia, dentro de las cuales se encuentra la estabilidad a corto y a largo plazo, ya que los MRC pueden ser inestables debido a su propiedad volátil; pueden ser sensibles a la degradación por temperatura, luz, humedad, oxígeno, actividad microbiológica entre otras.

Los estudios de estabilidad, generalmente se realizan para evaluar:

- Almacenamiento (estabilidad a largo plazo).
- Transporte (estabilidad a corto plazo).

En el presente trabajo nos enfocaremos en la estabilidad a largo plazo el cual permite observar la inestabilidad del MRC bajo condiciones óptimas de almacenamiento, la duración del estudio consta de 14 meses.

Para la evaluación de estabilidad haremos uso de las cartas control, el objetivo de esta herramienta es observar y analizar el comportamiento del material de referencia a través del tiempo, así es posible distinguir entre las variaciones por causas comunes y especiales (atribuibles) lo cual ayudara a observar la variabilidad de condiciones que puedan afectar al material.

Los datos serán tratados de la siguiente manera:

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

- Se realizará el filtrado correspondiente para encontrar los mínimos de transmisión obteniendo las bandas características de acuerdo al ancho de banda en cuestión.
- Se realiza un promedio de las mediciones por día y se seleccionarán tres puntos 640,416,278.
- Se realizarán las cartas control por banda.

10.1. ANÁLISIS DE LOS DATOS PARA ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD

1) Promedio de las mediciones a un ancho de banda 1nm:

| FECHA | 640 | 536 | 485 | 473 | 467 | 451 | 416 | 385 | 361 | 345 | 333 | 287 | 278 | 241 |
|---------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 22/12/2018 | 640.61 | 536.63 | 485.28 | 473.58 | 467.88 | 451.35 | 416.36 | 385.72 | 361.31 | 345.40 | 333.54 | 287.25 | 278.18 | 241.1 |
| 30/01/2019 | 640.49 | 536.52 | 485.29 | 473.76 | 467.81 | 452.00 | 416.09 | 385.37 | 361.33 | 345.45 | 333.50 | 287.05 | 278.18 | 241 |
| 01/02/2019 | 640.49 | 536.47 | 485.17 | 473.67 | 467.80 | 451.93 | 416.04 | 385.42 | 361.34 | 345.55 | 333.52 | 287.01 | 278.18 | 241 |
| 13/03/2019 | 640.55 | 536.60 | 485.26 | 473.58 | 467.85 | 451.37 | 416.30 | 385.67 | 361.29 | 345.40 | 333.56 | 287.22 | 278.15 | 241 |
| 18/04/2019 | 640.49 | 536.50 | 485.25 | 473.84 | 467.80 | 451.98 | 416.05 | 385.42 | 361.33 | 345.44 | 333.52 | 287.05 | 278.18 | 241.0 |
| 15/05/2019 | 640.45 | 536.50 | 485.22 | 473.71 | 467.75 | 451.95 | 416.09 | 385.40 | 361.31 | 345.57 | 333.56 | 287.05 | 278.22 | 241 |
| 25/06/2019 | 640.45 | 536.50 | 485.22 | 473.71 | 467.75 | 451.95 | 416.09 | 385.40 | 361.31 | 345.57 | 333.56 | 287.05 | 278.22 | 241 |
| 14/07/2019 | 640.59 | 536.61 | 485.25 | 473.52 | 467.85 | 451.35 | 416.28 | 385.70 | 361.31 | 345.40 | 333.56 | 287.20 | 278.17 | 241 |
| 15/08/2019 | 640.59 | 536.63 | 485.29 | 473.55 | 467.86 | 451.38 | 416.29 | 385.64 | 361.32 | 345.45 | 333.47 | 287.20 | 278.15 | 241 |
| 30/08/2019 | 640.60 | 536.61 | 485.30 | 473.61 | 467.85 | 451.28 | 416.32 | 385.75 | 361.30 | 345.43 | 333.57 | 287.24 | 278.16 | 241 |
| 15/09/2019 | 640.59 | 536.60 | 485.27 | 473.58 | 467.84 | 451.30 | 416.30 | 385.68 | 361.27 | 345.48 | 333.55 | 287.24 | 278.16 | 241 |
| 17/10/2019 CENAM | 640.55 | 536.70 | 485.35 | 473.90 | 467.90 | 451.4 | 416.40 | 385.70 | 361.50 | 345.55 | 333.70 | 287.45 | 278.30 | 241.25 |
| 05/11/2019 CENAM | 640.55 | 536.70 | 485.45 | 473.8 | 467.90 | 451.4 | 416.40 | 385.70 | 361.50 | 345.50 | 333.70 | 287.40 | 278.30 | 241.2 |
| 25/12/2019 CENAM | 640.45 | 536.65 | 485.20 | 473.70 | 467.80 | 451.50 | 416.3 | 385.55 | 361.30 | 345.45 | 333.50 | 287.40 | 278.30 | 241.1 |
| 10/01/2020 CENAM | 640.40 | 536.60 | 485.30 | 473.40 | 467.9 | 451.4 | 416.30 | 385.55 | 361.30 | 345.45 | 333.55 | 287.25 | 278.30 | 241.1 |

Tabla 2 Óxido de holmio en ancho de banda 1nm, Datos obtenidos a lo largo de los 14 meses de monitoreo.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

Cartas control de ancho de banda 1nm:

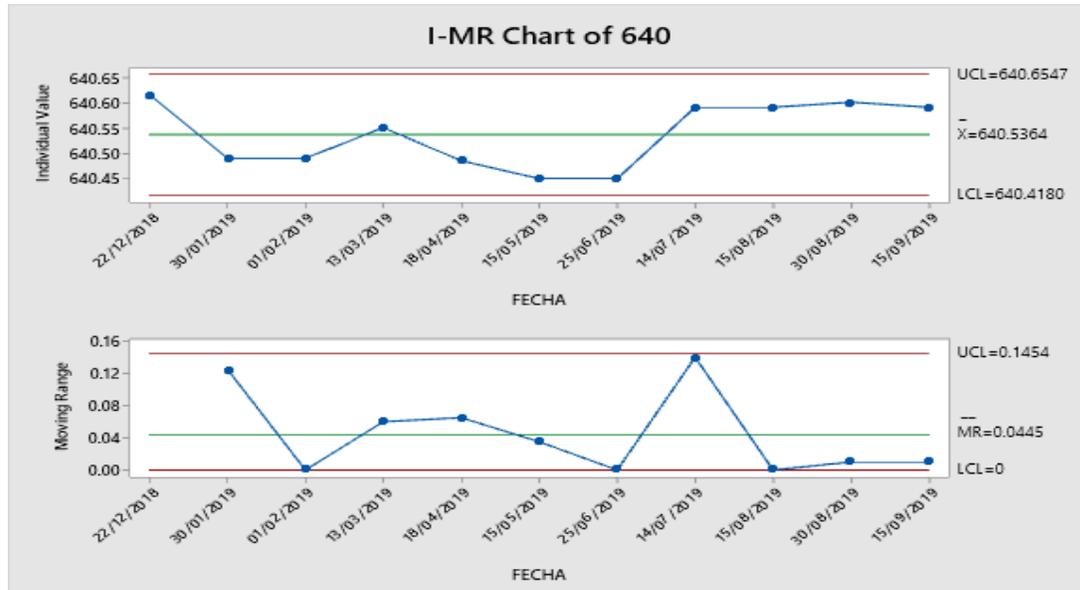


Figura #14 Carta control la longitud de onda 640 nm a un ancho de banda 1nm

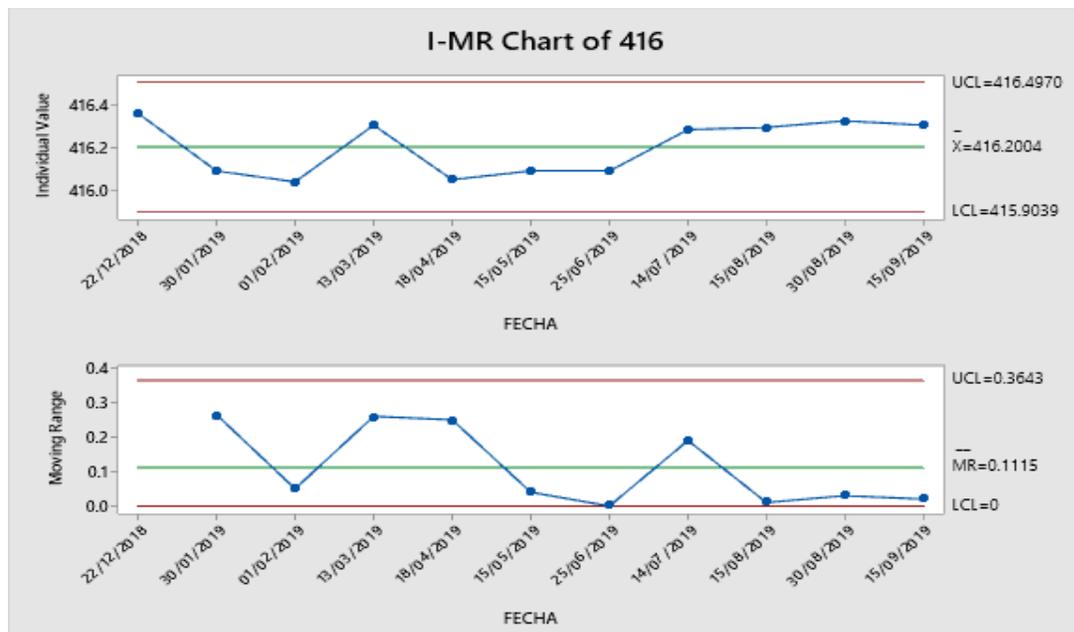


Ilustración #15 Carta control a la longitud de onda de 416 nm a un ancho de banda 1nm

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

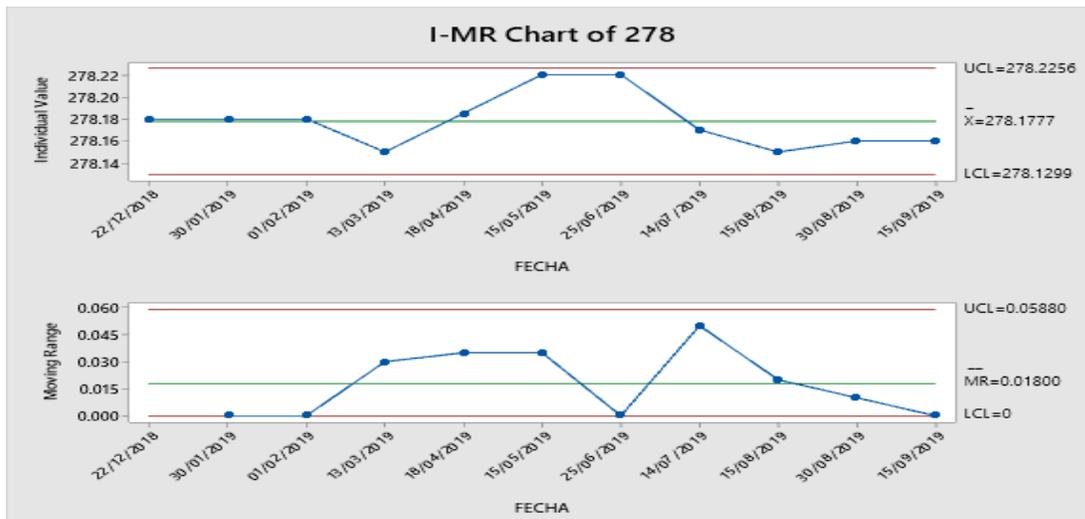


Ilustración #16 Carta control de longitud de onda de 278nm a un ancho de banda de 1nm

2) Promedio de las mediciones a un ancho de banda 2nm.

| FECHA | 640 | 536 | 485 | 473 | 467 | 451 | 416 | 385 | 361 | 345 | 333 | 287 | 278 | 241 |
|------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 22/12/2018 | 640.88 | 536.94 | 485.31 | 473.53 | 467.95 | 451.33 | 416.65 | 385.92 | 361.19 | 345.37 | 333.49 | 287.49 | 278.13 | 241 |
| 30/01/2019 | 640.5 | 536.48 | 485.3 | 473.72 | 467.83 | 452 | 416.06 | 385.40 | 361.33 | 345.48 | 333.54 | 287.05 | 278.21 | 241 |
| 01/02/2019 | 640.5 | 536.47 | 485.24 | 473.72 | 467.78 | 452 | 416.03 | 385.38 | 361.30 | 345.56 | 333.48 | 287.02 | 278.16 | 241 |
| 13/03/2019 | 640.85 | 536.90 | 485.30 | 473.55 | 467.90 | 451.28 | 416.60 | 385.88 | 361.16 | 345.41 | 333.51 | 287.41 | 278.07 | 241 |
| 18/04/2019 | 640.50 | 536.46 | 485.21 | 473.70 | 467.77 | 451.99 | 416.05 | 385.43 | 361.30 | 345.48 | 333.51 | 287.00 | 278.17 | 241 |
| 15/05/2019 | 640.49 | 536.5 | 485.29 | 473.81 | 467.82 | 452 | 416.14 | 385.49 | 361.35 | 345.57 | 333.60 | 287.11 | 278.23 | 241.05 |
| 25/06/2019 | 640.54 | 536.48 | 485.30 | 473.82 | 467.85 | 452 | 416.14 | 385.44 | 361.37 | 345.55 | 333.59 | 287.10 | 278.23 | 241.05 |
| 14/07/2019 | 640.88 | 536.90 | 485.29 | 473.55 | 467.98 | 451.3 | 416.60 | 385.90 | 361.16 | 345.45 | 333.54 | 287.48 | 278.12 | 241 |
| 15/08/2019 | 640.88 | 536.93 | 485.30 | 473.5 | 467.93 | 451.32 | 416.64 | 385.90 | 361.20 | 345.48 | 333.53 | 287.44 | 278.10 | 241 |
| 30/08/2019 | 640.88 | 536.91 | 485.30 | 473.47 | 467.96 | 451.30 | 416.70 | 385.9 | 361.15 | 345.44 | 333.51 | 287.48 | 278.07 | 241 |
| 15/09/2019 | 640.86 | 536.92 | 485.31 | 473.49 | 468 | 451.32 | 416.65 | 385.89 | 361.15 | 345.52 | 333.49 | 287.45 | 278.09 | 241 |
| 17/10/2019 | 640.9 | 537 | 485.5 | 473.6 | 468 | 451.5 | 416.7 | 386.1 | 361.25 | 345.6 | 333.6 | 287.8 | 278.4 | 240.9 |
| CENAM | | | | | | | | | | | | | | |
| 05/11/2019 | 640.85 | 537 | 485.5 | 473.8 | 468 | 451.4 | 416.8 | 386.1 | 361.25 | 345.6 | 333.6 | 287.8 | 278.3 | 241 |
| CENAM | | | | | | | | | | | | | | |
| 25/12/2019 | 640.8 | 536.85 | 485.3 | 473.5 | 467.9 | 451.3 | 416.6 | 385.9 | 361.15 | 345.7 | 333.55 | 287.65 | 278.3 | 240.8 |
| CENAM | | | | | | | | | | | | | | |
| 10/01/2020 | 640.8 | 536.9 | 485.3 | 473.5 | 467.9 | 451.3 | 416.6 | 385.9 | 361.15 | 345.4 | 333.55 | 287.55 | 278.3 | 240.8 |
| CENAM | | | | | | | | | | | | | | |

Tabla #3 Datos obtenidos a lo largo de los 14 meses de monitoreo a un ancho de banda de 2nm

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

Cartas control de ancho de banda de 2nm:

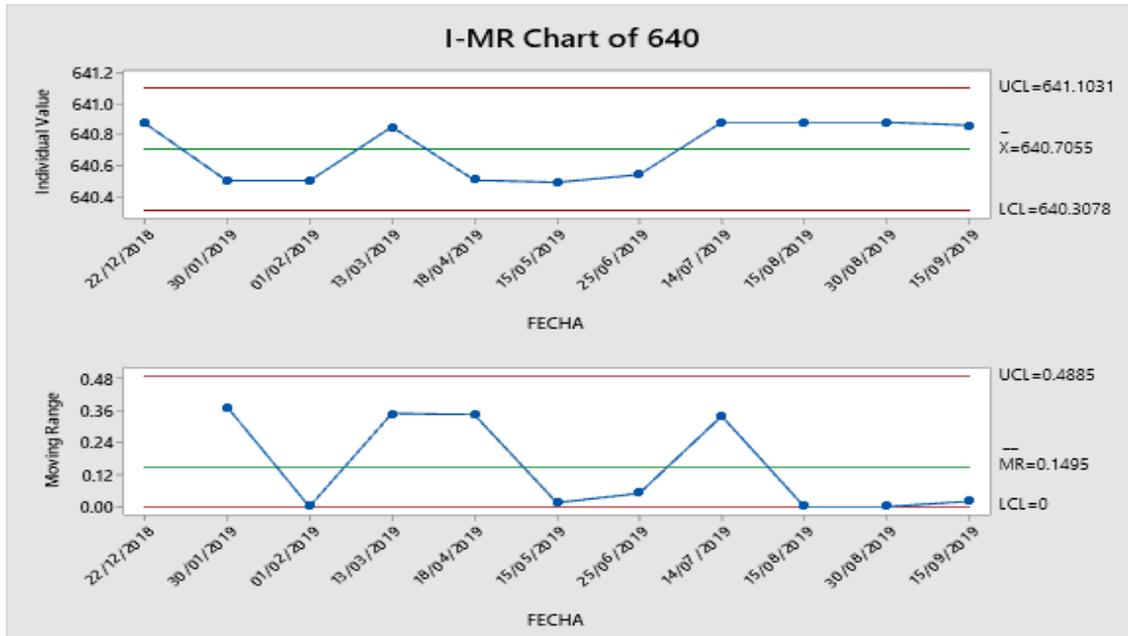


Figura # 17 Carta control de longitud de onda de 640nm, a un ancho de banda de 2nm

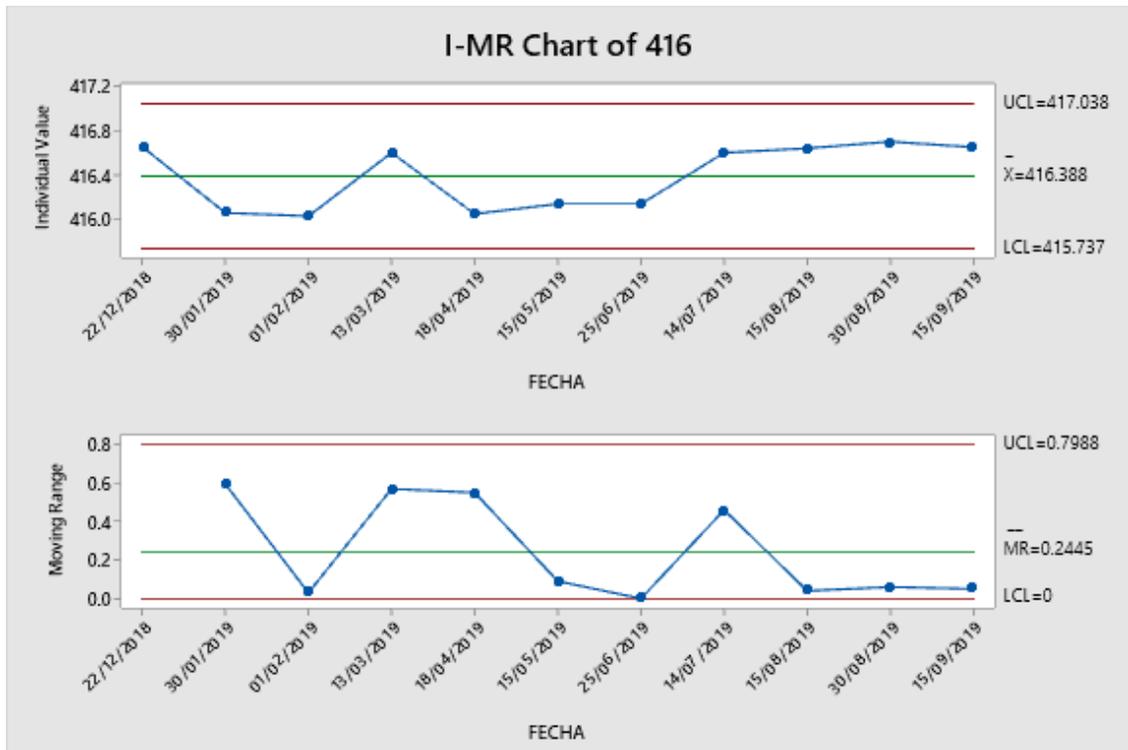


Figura # 18 Carta control de longitud de onda de 416nm, a un ancho de banda de 2nm.

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

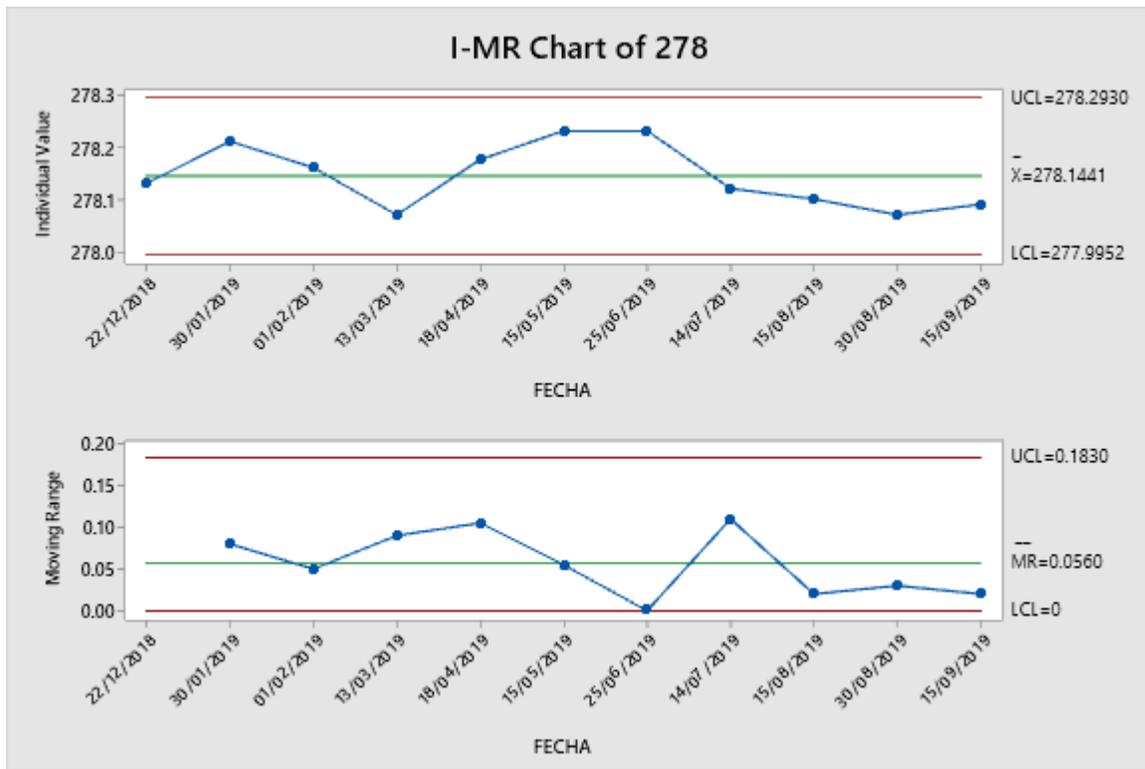


Figura # 19 Carta control de longitud de onda de 278nm, a un ancho de banda de 2nm.

3) Promedio de las mediciones a un ancho de banda 5nm.

| FECHA | 640 | 536 | 485 | 473 | 451 | 416 | 385 | 361 | 345 | 333 | 287 | 278 |
|---------------------|---------|--------|---------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 22/12/2018 | 640.620 | 536.50 | 485.270 | 473.75 | 451.930 | 416.10 | 385.59 | 361.33 | 345.35 | 333.58 | 287.02 | 278.20 |
| 30/01/2019 | 640.510 | 536.5 | 485.260 | 473.70 | 451.910 | 416.15 | 385.54 | 361.34 | 345.49 | 333.49 | 287.10 | 278.20 |
| 01/02/2019 | 640.480 | 536.46 | 485.25 | 473.71 | 451.920 | 416.1 | 385.46 | 361.29 | 345.32 | 333.47 | 287.10 | 278.17 |
| 13/03/2019 | 641 | 537 | 485.40 | 473.49 | 451.500 | 417 | 385.98 | 361.28 | 345.52 | 333.50 | 287.49 | 278 |
| 18/04/2019 | 640.69 | 536.73 | 485.26 | 473.59 | 451.615 | 416.39 | 385.70 | 361.26 | 345.48 | 333.53 | 287.27 | 278.15 |
| 15/05/2019 | 640.49 | 536.54 | 485.24 | 473.75 | 451.930 | 416.14 | 385.56 | 361.36 | 345.51 | 333.61 | 287.11 | 278.22 |
| 25/06/2019 | 640.48 | 536.5 | 485.22 | 473.66 | 451.950 | 416.16 | 385.60 | 361.34 | 345.41 | 333.5 | 287.11 | 278.20 |
| 14/07/2019 | 641 | 537 | 485.43 | 473.55 | 451.5 | 417 | 385.99 | 361.21 | 345.50 | 333.4 | 287.37 | 278 |
| 15/08/2019 | 641 | 537 | 485.37 | 473.54 | 451.5 | 417 | 386 | 361.28 | 345.43 | 333.43 | 287.46 | 278 |
| 30/08/2019 | 641 | 537 | 485.40 | 473.27 | 451.50 | 417 | 386 | 361.20 | 345.5 | 333.38 | 287.39 | 278 |
| 15/09/2019 | 641 | 537 | 485.49 | 473.61 | 451.57 | 417 | 385.95 | 361.32 | 345.44 | 333.42 | 287.45 | 278 |
| 17/10/2019 CENAM | 641.75 | 537.8 | 485.3 | 473.65 | 451.4 | 417.25 | 386.45 | 361.1 | 345.45 | 333.4 | 287.9 | 277.95 |
| 05/11/2019 CENAM | 641.75 | 537.9 | 485.3 | 473.45 | 451.4 | 417.4 | 386.45 | 361.1 | 345.55 | 333.4 | 288 | 278.15 |
| 25/12/2019 CENAM | 641.75 | 537.8 | 485.3 | 473.65 | 451.4 | 417.25 | 386.45 | 361.1 | 345.45 | 333.4 | 287.9 | 277.95 |
| 10/01/2020 CENAM | 641.75 | 537.9 | 485.3 | 473.45 | 451.4 | 417.4 | 386.45 | 361.1 | 345.55 | 333.4 | 288 | 278.15 |

Tabla 4 Datos obtenidos a lo largo de los 14 meses de monitoreo, a un ancho de banda 5nm

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

Cartas control de ancho de banda 5nm:

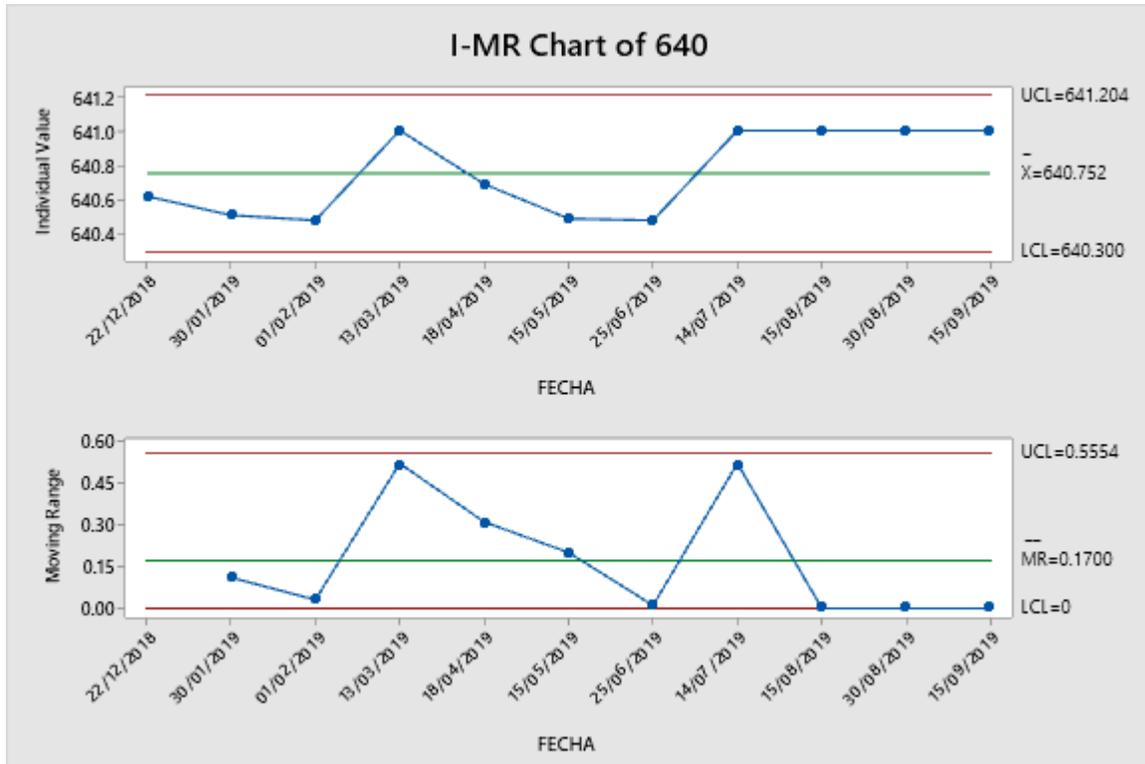


Figura #20 Carta control de longitud de onda de 640nm, a un ancho de banda 5nm

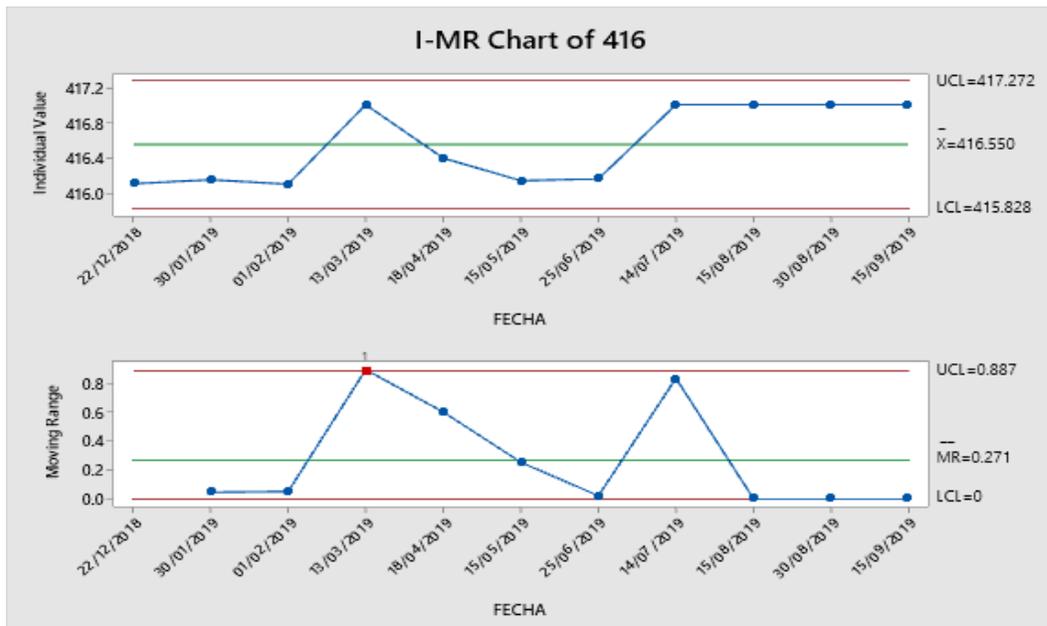


Figura #21 Carta control de longitud de onda de 416nm, a un ancho de banda 5nm

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

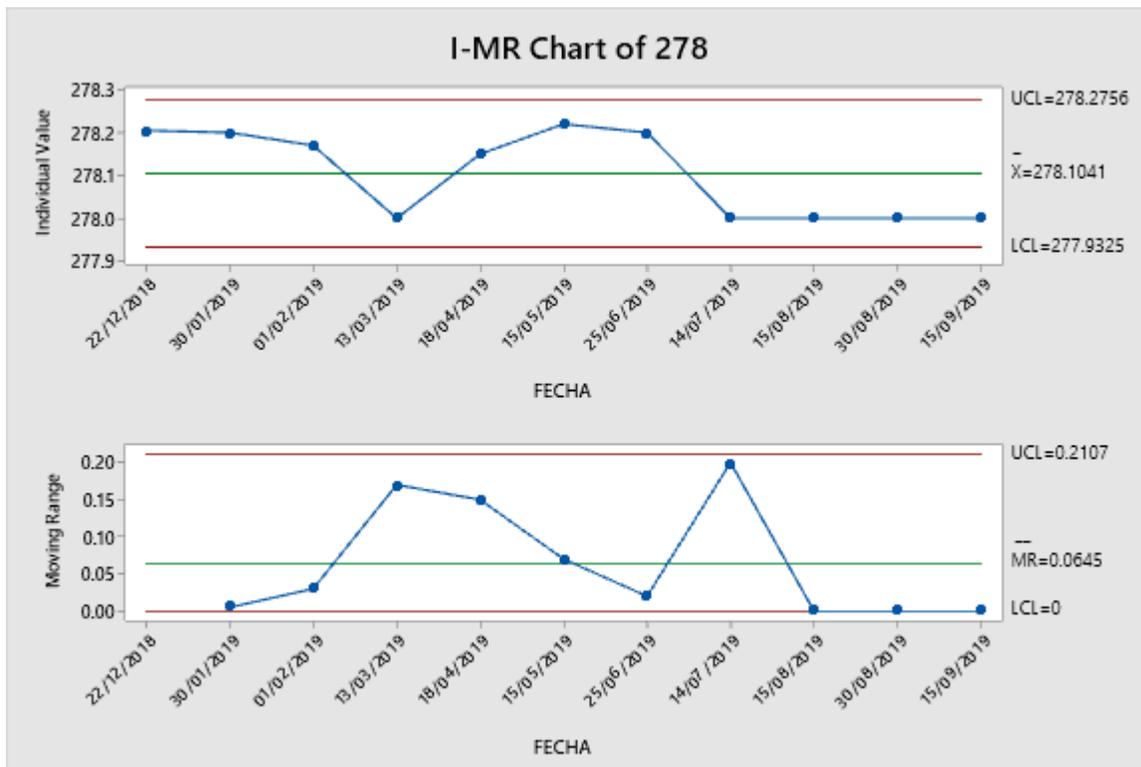


Figura #22 Carta control de longitud de onda de 278nm, a un ancho de banda 5nm

10.2. CONCLUSIÓN DE ESTUDIO DE ESTABILIDAD

Las cartas control utilizadas son las gráficas de datos individuales de rango móviles (I-MR) las cuales nos ayudaron a monitorear la estabilidad del material de referencia a lo largo del tiempo de manera que podamos observar si el material es estable y las desviaciones que puede presentar.

Podemos observar que el material de referencia contiene puntos que varían aleatoriamente alrededor de la línea central y se encuentran dentro de los límites de control superior e inferior. No se observan tendencias ni patrones. Podemos concluir

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

que las mediciones realizadas a lo largo del tiempo del material de referencia de óxido de Holmio en disolución de ácido perclórico son estables.

11. CONCLUSIONES.

De acuerdo a la investigación del presente trabajo se demuestra que el material elaborado de óxido de holmio con ácido perclórico cumple con los criterios de aceptación en los parámetros de homogeneidad, repetibilidad y estabilidad los cuales se describen a continuación:

En el estudio de homogeneidad se realizó un análisis estadístico (ANOVA) donde se acepta la hipótesis nula y se rechaza la hipótesis alternativa, es decir no existe diferencia significativa entre los valores obtenidos en la caracterización en el óxido de holmio en ácido perclórico por el Laboratorio de biofísica y el Centro Nacional de Metrología (CENAM).

En el estudio con respecto a la repetibilidad del material se realiza un análisis de estadístico (regresión lineal) en donde se obtiene que el factor de Pearson es aceptado cumpliendo con los criterios establecidos.

En el estudio de estabilidad es realizado con cartas control las cuales nos ayudaron a monitorear el material con respecto al tiempo, observando desviaciones las cuales se evaluaron determinado que no influyen en las mediciones del material, ya que el instrumento en medición es el que presentó fallas técnicas, de este modo se acepta que el material mantiene sus condiciones tanto físicas como químicas durante el periodo de la investigación.

Por lo cual se concluye que es factible generar un material de referencia de Óxido de Holmio en solución, bajo condiciones controladas en el Laboratorio de Biofísica,

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

a fin de ser utilizado en la calibración de espectrofotómetros UV-Vis con anchos de banda espectral de 1, 2 y 5 nm, a fin de evaluar bandas características de absorbancia y transmitancia.

12. BIBLIOGRAFIA.

CENAM. (2014). Guía Técnica de Trazabilidad e Incertidumbre en los Servicios de Calibración de Espectrofotómetros UV-Vis. *Centro Nacional de Metrología*, 1–21.

https://www.cenam.mx/publicaciones/gratuitas/descarga/pdf/pdf_calibracion/CALIBRACION_Espectrofotometros_UV.pdf

CENMA. (2006). Materiales de referencia y comparaciones interlaboratorios. In *Fundación Centro Nacional del Medio Ambiente*. http://repositorio.uchile.cl/bitstream/handle/2250/119930/CENMA_Libro.pdf?sequence=

Entidad Mexicana de Acreditación, A. (2011). *Política de ensayos de Aptitud*. 2018, 1–15.

Metrólogos, M. &, & Asociados. (2007). Metrología óptica: Espectrofotómetros de ultravioleta-visible. *La Guía MetAs*, 07(04).

SÍNTESIS DE ÓXIDO DE HOLMIO EN DISOLUCIÓN DE ÁCIDO PERCLORICO PARA LA EVALUACIÓN DE LA ESCALA DE LONGITUD DE ONDA PARA LA CALIBRACIÓN DE ESPETOFOTOMETROS UV-VIS

NMX-EC-17025-IMNC-2018 parte 1.PDF. (n.d.).

Pérez-castorena, A., & Mitani-nakanishi, Y. (2001). Trazabilidad en las mediciones químicas. *Bioquímica*, 26(4), 73–78.

Procedimientos, M. D. E., Mediciones, T. D. E. L. A. S., li, A., Referencia, D. D. E., Mrp, O., Por, A., Entidades, O., Iv, A., & Referencia, M. D. E. (2019). *MANUAL DE PROCEDIMIENTOS.*

Referencia, C. D. E. M. D. E., & Incertidumbre, V. C. E. (2020). *MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO : DISOLUCIÓN DE ÓXIDO DE HOLMIO PARA LONGITUD DE ONDA (240 nm A 650 nm) CÓDIGO : INM-004-1. 3(26).*

Walpole, R., Myers, R., & Myres, S. (2015). Probabilidad y estadística para ingenieros. Regresión lineal simple y correlación. *Pearson Educación*, 351–365.