

**Primer Simposio Nacional “Metrología UCR 2002”, 24 10 2002
Universidad de Costa Rica**

***“Caracterización de un espectrofotómetro Ultravioleta
Visible para ser utilizado en la certificación de
materiales de referencia”***

**Lic. Jorge Chacón Solano (*)
B.Q. Sandra Marcela Rodríguez Zúñiga (*)**

(*) Escuela de Química, Universidad de Costa Rica

Resumen

Se realizó la calibración y caracterización del espectrofotómetro ultravioleta Cary 4 del Laboratorio de Metrología de la Escuela de Química (Universidad de Costa Rica). Con el presente estudio, se demostró que dicho instrumento puede ser utilizado como patrón en la certificación de materiales de referencia para la calibración de espectrofotómetros ultravioleta visible de menor jerarquía metrológica. Para dar trazabilidad a las mediciones realizadas con este instrumento y demostrar su correcto desempeño se le evaluó en aspectos como calibración de la longitud de onda utilizando un material de referencia certificado de óxido de holmio, calibración de la escala fotométrica con un patrón de dicromato de potasio, así como pruebas para determinar la luz extraviada, ruido fotométrico, linealidad fotométrica y estabilidad en el tiempo. En la calibración del espectrofotómetro se utilizaron patrones cuyo valor es trazables al valor de patrones custodiados en laboratorios como el National Institute of Standard and Technology (NIST) y el Centro Nacional de Metrología de México.

Introducción

La técnica de espectroscopía ultravioleta visible ha sido una de las más utilizadas por el químico analítico desde sus inicios. En la actualidad es aplicada en campos como el control de calidad en la industria, en los centros de investigación y en el área de la salud humana. Estos instrumentos al igual que otros requieren ser calibrados y caracterizados para dar trazabilidad hasta la definición de las unidad de las mediciones con ellos realizadas^[6, 8, 9, 10] y a la vez demostrar y documentar su correcto desempeño.

Para la calibración de los espectrofotómetros ultravioleta visible es necesario el uso de un tipo de patrón especial, en este caso, de un material de referencia certificado. Durante muchas décadas, dichos patrones únicamente se podían adquirir en países como Estados Unidos y México. A lo largo de los últimos años, la creciente demanda de servicios metrológicos ha evidenciado la necesidad de dar trazabilidad a los espectrofotómetros en Costa Rica. Esto motivó a la Escuela de Química de la Universidad de Costa Rica a realizar estudios para determinar si era posible la elaboración de un material de referencia para la calibración de los espectrofotómetros. Paso previo a la elaboración y certificación de un material de referencia es seleccionar un método y un patrón que permitan la certificación del material.

La cadena de trazabilidad^[4] a nivel nacional debe iniciarse con el patrón de la mayor jerarquía posible. La Escuela de Química cuenta con un espectrofotómetro ultra violeta visible que puede utilizarse como equipo patrón para establecer el valor de un material de referencia y este valor transmitirlo con características metrológicas superiores a todos los espectrofotómetros del país. En laboratorios nacionales de metrología como el National Institute of Standards and Technology (USA), el Centro Nacional de Metrología de México (CENAM)^[1] y el Instituto de

Metrología de Brasil (INMETRO)^[7] se utilizan patrones espectrofotómetros con características similares al de la Escuela de Química.

El objetivo del presente estudio fue desarrollar los procedimientos para la calibración y caracterización de espectrofotómetros ultravioleta visible, particularmente para ser utilizado como un espectrofotómetro patrón.

Calibración y caracterización de espectrofotómetros ultravioleta visible.

La calibración de espectrofotómetros consiste en realizar un conjunto de operaciones que tienen como finalidad determinar la magnitud de los errores que comete el instrumento al realizar las mediciones, dichos errores son obtenidos al comparar los resultados de cada medición con los valores certificados de un material de referencia, tomando en cuenta que las mediciones son realizadas bajo las mismas o similares condiciones y empleando la misma metodología. De la calibración se obtiene la incertidumbre, de esta y de la tolerancia se derivan los factores de corrección que el instrumento requiere, lo que resulta ser un indicativo de si el instrumento demanda o no un ajuste^[1].

A continuación se describen las pruebas más importantes que se le deben realizar a un espectrofotómetro ultravioleta visible.

Calibración de la longitud de onda: Es la determinación de la exactitud en la escala de longitud de onda. Mediante el barrido espectral para una banda de absorción conocida, se comprueba la diferencia entre la longitud de onda medida por el equipo y la longitud de onda certificada para un material de referencia. Esta prueba determina la habilidad del instrumento de volver repetida y verazmente a la longitud de onda seleccionada.

Un patrón de referencia ideal para realizar esta prueba es aquel que tenga bandas muy angostas y bien definidas a una serie de longitudes de onda en el ámbito del espectro UV-Visible. Este material ideal no existe, aunque algunos se acercan al ideal. Los cambios en el ancho de la abertura del instrumento, afectarán ligeramente la posición de la banda medida, porque los patrones de exactitud de longitud de onda reales no son idealmente simétricos.

Para la calibración de la escala de longitud de onda se emplean patrones de referencia que presentan bandas de absorción estrechas en diferentes intervalos del su espectro. Como patrones pueden utilizarse filtros de óxido de holmio, óxido de didimio o lámparas de descarga de gases nobles. El óxido de holmio posee en su espectro catorce bandas de absorción definidas en la región espectral de 240 nm a 640 nm. Estos puntos de referencia son utilizados para determinar los errores de la escala de longitud de onda a diferentes velocidades de barrido. Las mediciones de longitud de onda son realizadas en función de los parámetros de mayor influencia que afectan el resultado de las mediciones; el ancho de banda espectral y la velocidad de barrido.

La veracidad de la longitud de onda es el parámetro más crítico y juega un papel importante en el análisis cuantitativo cuando se usan coeficientes de la extinción o factores en lugar de curvas de calibración. Esto se debe al hecho de que los coeficientes de absorptividad son dependientes de la longitud de onda y por tanto las medidas deben realizarse exactamente a la misma longitud de onda a la que los factores fueron originalmente determinados. Sin embargo al comparar espectros o valores de absorbancia medidos en el mismo instrumento, la precisión de la longitud de onda se convierte en el parámetro crítico.

Una pobre veracidad en la longitud de onda produce resultados cuantitativos de baja sensibilidad ya que en estos análisis se trabaja en el máximo de absorbancia; si la veracidad del equipo es pobre se podría estar trabajando a un lado de los picos de máxima absorción, produciendo por tanto menores absorbancias. Así mismo, una pobre reproducibilidad de la longitud de onda introduce un error en los resultados analíticos debido a los cambios imprevistos en la longitud de onda.

Calibración de la escala fotométrica: Similarmente a la calibración de la escala de longitud de onda, es posible utilizar un patrón para la calibración de la escala fotométrica, es decir la escala de transmitancia o de absorbancia del instrumento. Como patrones se pueden utilizar filtros de vidrio de densidad neutra a los cuales se les ha certificado diferentes porcentajes de transmitancia a varias longitudes de onda^[5]. La combinación de varios filtros permite determinar el error en más puntos de la escala fotométrica. En la calibración de la escala fotométrica es también posible utilizar un material de referencia de dicromato de potasio. Estos materiales pueden ser adquiridos en disolución en un celda al que se le certifica la absorbancia a varias longitudes de onda o bien se puede certificar la absorbancia aparente del dicromato sólido (por ejemplo en el caso del *MRC-UV-001-2001 Patrón de dicromato para la calibración de la escala fotométrica de espectrofotómetros ultravioleta visible*^[2]).

Linealidad de la escala fotométrica: Esta prueba determina la exactitud de los instrumentos para medir absorbancias con el incremento de la concentración, evidentemente, los problemas de linealidad en los espectrofotómetros producen resultados incorrectos. Para determinar la linealidad en la escala fotométrica se preparan disoluciones a diferentes concentraciones a partir de dicromato de potasio certificado y se leen las respuestas en absorbancia o transmitancia producidas por el instrumento sujeto a ensayo. La linealidad puede ser expresada como un

coeficiente de correlación generado a partir de los datos experimentales. Otra técnica utilizada para la determinación de la linealidad es el uso de filtros con valores de absorbancia certificados, los cuales son combinados en diferentes ordenes para evaluar la respuesta del espectrofotómetro, estos son de mayor exactitud (de mayor precio), se utilizan en equipos de alto nivel metrológico.

Ruido fotométrico: El ruido fotométrico es una medición de la relación Señal/Ruido de un instrumento. Esta prueba es monitoreada como una función del tiempo, determina la variación entre la absorbancia a través de un periodo corto tiempo en una longitud de onda establecida, el ruido es cuantificado con el empleo de filtros de densidad neutra determinando la diferencia entre el pico mínimo y el pico máximo a lo largo de toda la distribución espectral, a diferentes niveles de absorbancia. El ruido fotométrico introduce errores tanto cualitativos como cuantitativos.

Estabilidad fotométrica: Este parámetro provee una indicación de cuán estable es el espectrofotómetro en un amplio tiempo de medición. Es la diferencia entre el pico mínimo y el pico máximo en un periodo no menor de 1 hora, puede realizarse en un tiempo normal de uso del equipo o en una jornada de ocho horas diarias.

Línea base plana: Esta prueba determina las variaciones del valor fotométrico a lo largo de toda la distribución espectral o en el intervalo deseado con el compartimiento de muestras vacío. Se cuantifica la diferencia entre el valor mínimo y máximo en el intervalo de trabajo.

Ancho de banda espectral: Se compara el ancho de banda espectral seleccionado por el instrumento y el ancho de banda determinado por cálculo, cuyo valor corresponde a la diferencia de longitudes de onda del punto medio de la banda, para ello se localizan los valores

de transmitancia máximo y mínimo de la banda de absorción, se obtiene la transmitancia promedio, con este valor se localiza el punto de intersección de los límites de banda y por diferencia de longitudes de onda se calcula el parámetro.

Luz extraviada: La luz extraviada es cualquier radiación que llega al detector y que no posee una longitud de onda similar a la seleccionada. El detector no puede diferenciar entre la luz extraviada y la luz proveniente de la muestra y por tanto une ambas señales, dando indicaciones incorrectas. La luz extraviada causa además importantes desviaciones de la Ley de Beer-Lambert. Tal como se aprecia en la figura N° 1, conforme aumenta la cantidad de luz extraviada que llega al detector, disminuye la linealidad del método.

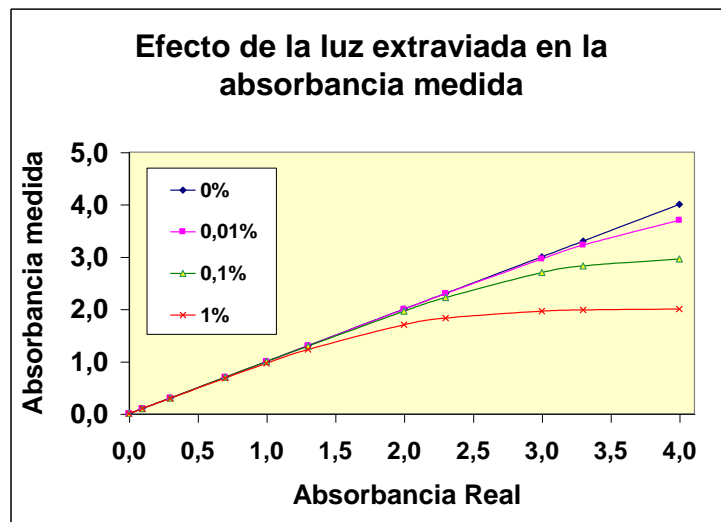


Figura N° 1. Efecto de la luz extraviada en la linealidad fotométrica

Para determinar la luz extraviada, se realiza la medición de una disolución de prueba a una longitud de onda específica, donde la luz que es detectada es la luz extraviada. Se puede utilizar una disolución de NaI, de KCl, de $\text{NaNO}_2/\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ filtros de Cobalto o filtros de Selenio.

Parte experimental.

Espectrofotómetro patrón.

La información del espectrofotómetro de la Escuela de Química es la siguiente:

Nombre del Patrón:	Espectrofotómetro ultravioleta visible
Fabricante:	Varian
Modelo:	Cary 4
Serie:	94091573
Resolución en longitud de onda:	0,001 nm
Resolución en escala fotométrica:	0,000 01 (en absorbancia) 0,001 % Transmitancia
Veracidad en longitud de onda	0,10 nm
Veracidad en escala fotométrica:	0,0011 (en absorbancia)
Reproducibilidad en longitud de onda	0,01 nm
Reproducibilidad en escala fotométrica:	0,0011 (en absorbancia)
Linealidad fotométrica	0,0012 (en absorbancia)

Para utilizar este espectrofotómetro como patrón en la certificación de materiales de referencia fue necesario en primer lugar garantizar su trazabilidad y realizar la caracterización de sus propiedades metrológicas, además de documentar que el patrón de mayor nivel metrológico a nivel nacional se encuentra en óptimas condiciones de funcionamiento.

Establecimiento de la trazabilidad del espectrofotómetro patrón de la Escuela de Química:

La cadena de trazabilidad del espectrofotómetro a patrones internacionales queda establecida tal y como aparece en la figura N° 2. El espectrofotómetro patrón fue inicialmente calibrado tanto en la escala de longitud de onda como en la escala fotométrica utilizando patrones

certificados (materiales de referencia) en otros países, sus características se muestran en el cuadro I.

Cuadro I. Características de los patrones certificados usados en la calibración del espectrofotómetro

Óxido de holmio para calibración de las escala de longitud de onda: Standard Reference Material 2034. Holmium Oxide Solution Wavelength Standard from 240 nm to 650 nm. Serie N° 96. Trazabilidad: NIST.	Disolución de dicromato de potasio para la calibración de la escala fotométrica: Chromium (VI)., marca del material de referencia Varian, código del material: 4UVRVT N° 4 Chromium (VI).	Filtros de densidad neutra: Filtros de vidrio de densidad neutra, marca Varian, con certificado de calibración trazable al Centro Nacional de Metrología de México, N° CNM-CMR-520-005/2002.
---	--	---

Para la calibración del espectrofotómetro patrón se siguió el procedimiento establecido para este efecto por el Centro Nacional de Metrología de México (CENAM)^[1].

Desarrollo de los procedimientos de calibración de espectrofotómetros, con su respectiva estimación de la incertidumbre:

Se procedió a la elaboración de procedimientos de calibración y pruebas necesarias para demostrar el correcto desempeño de los espectrofotómetros Ultra Violeta Visible; se siguió la metodología recomendada por el CENAM^[1, 3].

Los procedimientos generados incluyen la estimación de la incertidumbre y son documentos controlados del Laboratorio de Metrología de la Escuela de Química, se incluyen las siguientes pruebas:

- Calibración de la escala de longitud de onda utilizando como patrón óxido de holmio certificado.
- Calibración de la escala fotométrica utilizando el Material de Referencia Certificado *MRC-UV-001-2001 Dicromato de Potasio*.

- Linealidad fotométrica
- Prueba para la determinación de la luz extraviada.
- Prueba para la determinación del ruido fotométrico.
- Prueba para la determinación de la línea base.

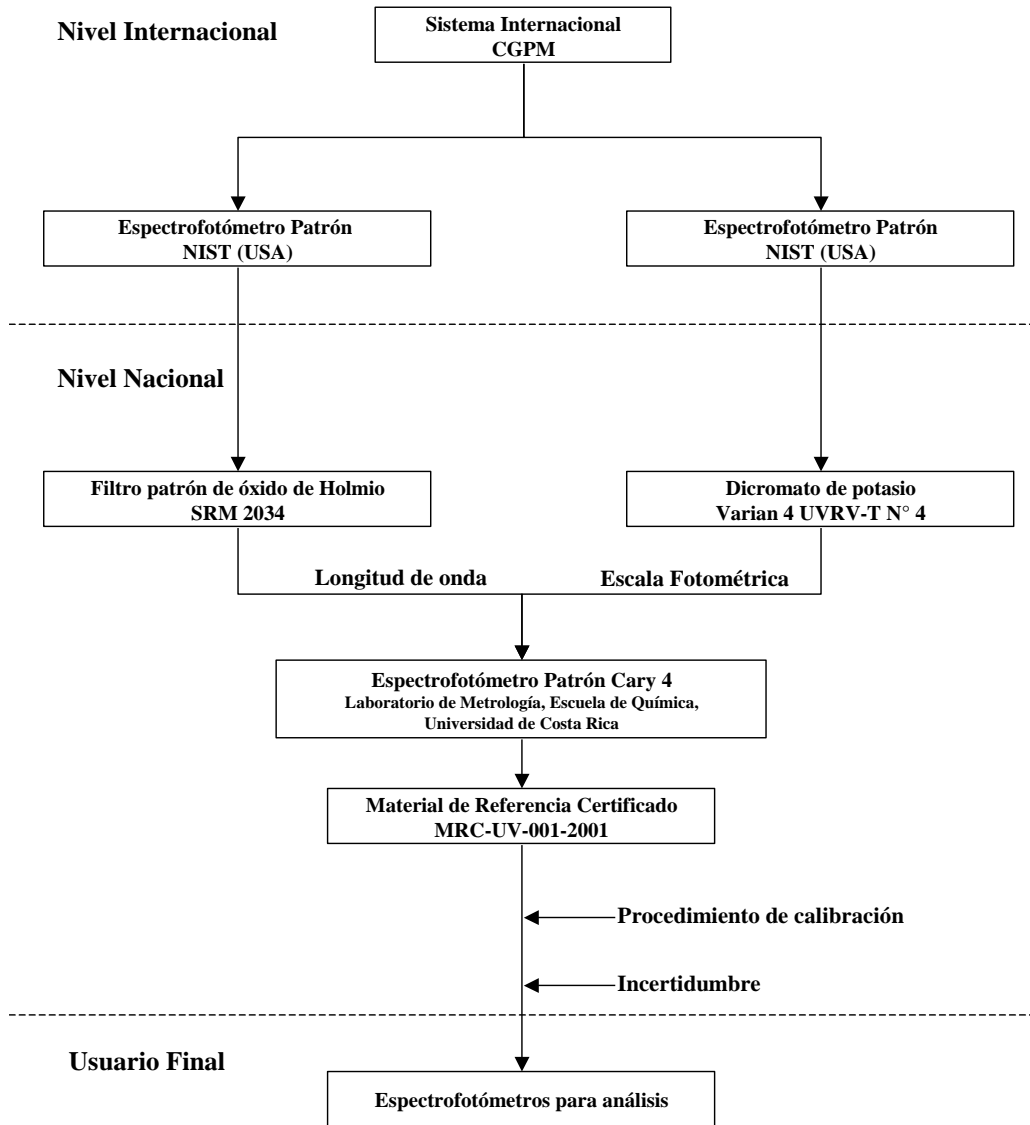


Figura N° 2. Cadena de trazabilidad establecida con el espectrofotómetro patrón y con el material de referencia MRC-UV-001-2001

Adicionalmente a los procedimientos escritos y validados, se diseñó un formato de Certificado de Calibración que cumple con los requisitos internacionales establecidos en la Norma ISO 17025 Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Calibración y Ensayo. Ese mismo formato fue utilizado para declarar los resultados obtenidos durante la calibración y caracterización del Espectrofotómetro Patrón Cary 4 de la Escuela de Química.

Resultados.

Los resultados de la calibración y caracterización del espectrofotómetro patrón de la Escuela de Química fueron declarados en un certificado de calibración, el cual es mostrado en el **Anexo A**.

Durante la calibración del espectrofotómetro se realizaron cinco pruebas: Calibración de la escala de longitud de onda, calibración de la escala fotométrica, determinación de la luz extraviada, determinación de la linealidad fotométrica y ruido fotométrico. Para cada prueba existe una tolerancia establecida por el fabricante del equipo y por tanto es posible comparar esos resultados con las especificaciones del instrumento:

- **Calibración de la escala de longitud de onda:** De acuerdo con el fabricante, el instrumento presenta una exactitud en la escala de longitud de onda de $\pm 0,10$ nm. Durante la calibración del instrumento a tres anchos de banda espectral (0,1 nm, 0,5 nm y 1 nm) se determinó que los errores están dentro de lo establecido por el fabricante del equipo.
- **Calibración de la escala fotométrica:** La calibración de la escala fotométrica se realizó a cuatro longitudes de onda (235 nm, 257 nm, 313 nm y 350 nm), determinándose que el error máximo se presentó 313 nm y con una magnitud de 0,0025 unidades de absorbancia. Ese error representa un 0,8 % que es mucho menor que el error presente en espectrofotómetros utilizados en análisis de rutina. El fabricante no define una tolerancia para el error en escala fotométrica, por lo que no existe parámetro de comparación.

- **Luz extraviada:** De acuerdo con el fabricante, el instrumento debe presentar un porcentaje de transmitancia inferior a 1,000 000 cuando se mide un MRC de KCl a 200 nm e inferior a 0,000 800 para el MRC de NaI a 220 nm. Durante la calibración y caracterización del espectrofotómetro Cary 4 se determinó que los valores medidos corresponden a 0,380 772 (%T) y 0,000 001 (%T) respectivamente. Por tanto, el equipo no presenta problemas de luz extraviada.
- **Linealidad fotométrica:** Esta linealidad debe ser comprobada a diferentes valores de absorbancia y a varias longitudes de onda. Para el Cary 4 se ha especificado una tolerancia de 0,0010 unidades de absorbancia a 1,0 de absorbancia, 0,0018 unidades de absorbancia a 2,0 de absorbancia y 0,0081 a 3,0 unidades de absorbancia. Tal como puede apreciarse en el Certificado de Calibración emitido para el Cary 4 (ANEXO A) el equipo presenta errores muchísimo más pequeños que los valores tolerados y por tanto cumple también con esta especificación.
- **Ruido fotométrico:** Los niveles de ruido máximos permitidos para el instrumento a los niveles de absorbancia de 0, 1 y 2 son respectivamente: 0,000 050; 0,000 150 y 0,000 300. Los valores determinados fueron tan como se establece en el certificado de calibración 0,000 016, 0,000 025 y 0,000 137. A los tres niveles absorbancia a los que se evaluó el ruido el equipo cumple con la especificación del fabricante.

Dado que el Espectrofotómetro Cary 4 de la Escuela de Química cumple con cada una de las especificaciones establecidas por el fabricante, es evidente que el equipo es adecuado para ser usado como patrón en el establecimiento de la trazabilidad de equipos con características metrológicas inferiores.

Conclusiones.

De acuerdo con las características de su diseño y construcción (técnicas y metrológicas), ***el espectrofotómetro patrón Cary 4 de la Escuela de Química posee las facultades necesarias para ser utilizado como patrón nacional en la certificación de materiales de referencia para dar trazabilidad a otros espectrofotómetros.***

Los resultados de la calibración, caracterización y comprobación de las especificaciones del CARY 4 son declarados en un certificado de calibración que reúne los requisitos establecidos internacionalmente (ISO 17025, apartado 10) para ese tipo de documento. El certificado de calibración es mostrado en el Anexo A (**Certificado de calibración LMEQ 001-2001**).

Con la calibración del Espectrofotómetro Cary 4, no solo se ha demostrado y documentado sus cualidades metrológicas, sino que además se le ha dado trazabilidad a patrones internacionales, de modo que en la actualidad las mediciones realizadas con él pueden ser relacionadas en forma ininterrumpida con las definiciones de las unidades dadas por la Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM). A través de la trazabilidad es posible además, comparar las mediciones realizadas con espectrofotómetros en Costa Rica, con las que realizan otros investigadores alrededor del mundo (ver figura N° 2).

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) Centro Nacional de Metrología de México (CENAM). *Publicación Técnica CNM-MFO-PT-001: Métodos y pruebas para la caracterización del Espectrofotómetro del Cenam.* 1996.
- (2) J. Chacón; S. Rodríguez. ***Certificación de un Material de Referencia de Dicromato de Potasio para la Calibración de Espectrofotómetros Ultravioleta Visible.*** Universidad de Costa Rica. 2002.
- (3) Centro Nacional de Metrología de México (CENAM). *Publicación Técnica CNM-MFO-PT-002 Estimación de la incertidumbre en espectrofotómetros UV-Vis.* 1998.
- (4) Organización Internacional de Metrología Legal. *Vocabulario Internacional de Metrología Legal.* 2001.

- (5)** National Institute of Standards and Technology (NIST). Glass filters as Standards Reference Materials for Spectroscopy. Publicación 260-116. 1994.
- (6)** Instituto Físico Técnico de Alemania. SI Base Units. Definitions, Development, Realizations. 1994
- (7)** Instituto Nacional de Metrología de Brasil (INMETRO). *Padrones e Unidades de Medida*. 1997.
- (8)** Centro Nacional de Metrología de México (CENAM). Publicación Técnica CNM-MMM-PT-003: El Sistema Internacional de Unidades. 2001.
- (9)** Organización Internacional de Normalización (ISO). SI Guide. 1998.
- (10)** Buró Internacional de Pesas y Medidas (BIPM). El Sistema Internacional de Unidades. 1998.

Anexo A

Certificado de calibración elaborado para la calibración de los espectrofotómetros Ultravioleta visible.

Espectrofotómetro Ultravioleta Visible Cary 4 de la Escuela de Química, Universidad de Costa Rica



Certificado de Calibración

LMEQ

001-2001

Número de Certificado

Fecha de Calibración:	2001 06 26
Objeto de calibración:	Espectrofotómetro Ultra Violeta Visible, de doble haz.
Fabricante:	Varian
Serie:	94091573
Modelo:	Cary 4
Alcance:	De 190 nm a 1100 nm (en la escala de longitud de onda De -3 a +3 en la escala fotométrica.
Resolución:	0,001 nm (escala longitud de onda). 0,000 01 (escala de absorbancia).
Solicitante:	Laboratorio Metrología (Escuela de Química. Universidad de Costa Rica.
Solicitud:	2002-1
Dirección solicitante:	San Pedro de Montes de Oca, San José, Costa Rica
Número de páginas:	5
Lugar de la calibración:	Laboratorio Metrología.

El usuario está en la obligación de recalibrar el instrumento a intervalos adecuados, los cuales deben ser elegidos con base en las características del trabajo realizado y el tiempo de uso del instrumento.

Los resultados del certificado se refieren al momento y condiciones en que se realizaron las mediciones.

Laboratorio de Metrología de la Escuela de Química no se responsabiliza de los perjuicios que pueda ocasionar el uso inadecuado de este instrumento, ni de una incorrecta interpretación de los resultados de la calibración aquí declarados.

Este certificado de calibración es trazable a patrones nacionales o internacionales, los cuales realizan las unidades de acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades (SI)

Este certificado de calibración no podrá ser reproducido parcialmente, excepto con autorización previa por escrito de Laboratorio de Metrología, Escuela de Química.

El certificado de calibración no es válido sin firmas o sin el sello de Laboratorio de Metrología, Escuela de Química.

Firmas de los responsables de la calibración

B.Q. Sandra Rodríguez Zúñiga
Metróloga

Sello

Lic. Jorge Chacón Solano
Director Escuela de Química



LMEQ-001-2002

Método utilizado: Se utilizó como base para la calibración los siguientes documentos:

- Publicación Técnica CNM-MFO-PT-001: Métodos y pruebas para la caracterización del espectrofotómetro del CENAM. Centro Nacional de Metrología de México.
- Publicación Técnica CNM-MFO-PT-002: Estimación de la incertidumbre en espectrofotómetros UV-VIS. Centro Nacional de Metrología de México.

Declaración de los Patrones y de la trazabilidad:

- Material de referencia certificado para la calibración de la escala de longitud de onda: óxido de holmio, Standard Reference Material 2034, serie N° 96, trazable al National Institute of Standards and Technology (NIST).
- Material de referencia certificado para la calibración de la escala fotométrica: Dicromato de potasio, 4UVRV-T N° 4, identificación de la celda 441081, trazable a: Varian Photometric Standard.
- Material de referencia certificado para la prueba de luz extraviada: Cloruro de Potasio, 4UVRV-T N° 2, identificación de la celda 421081, trazable a: Varian Photometric Standard. Yoduro de Sodio, 4UVRV-T N° 2, identificación de la celda 421081, trazable a: Varian Photometric Standard.

Material de referencia certificado para la prueba de linealidad: filtros de densidad neutra,

Resultados de la calibración

1. Calibración de la escala de longitud de onda*

Valores para un ancho de banda espectral de 0,1 nm			Valores para un ancho de banda espectral de 0,5 nm		
Valor certificado para el patrón (nm)	Error del instrumento (nm)	Incertidumbre expandida (k=2; 95%) (nm)	Valor certificado para el patrón (nm)	Error del instrumento (nm)	Incertidumbre expandida (k=2; 95%) (nm)
240,99	0,027	0,12	241,01	0,090	0,12
249,83	-0,035	0,12	249,79	0,043	0,12
278,15	0,107	0,12	278,13	0,070	0,12
287,01	0,025	0,12	287,01	0,090	0,12
333,47	-0,018	0,12	333,43	0,070	0,12
345,55	0,005	0,12	345,52	0,013	0,12
361,36	0,022	0,12	361,33	-0,030	0,12
385,45	-0,084	0,12	385,50	0,033	0,12
416,07	-0,025	0,12	416,09	0,010	0,12
467,82	-0,038	0,12	467,80	0,067	0,12
485,28	-0,075	0,12	485,27	0,030	0,12
536,54	-0,041	0,12	536,54	0,040	0,12
640,51	-0,005	0,12	640,49	0,010	0,12



Universidad de Costa Rica

Escuela de Química

Laboratorio de Metrología

LMEQ-001-2002

Valores para un ancho de banda espectral de 1 nm		
Valor certificado para el patrón (nm)	Error del instrumento (nm)	Incertidumbre expandida (k=2; 95%) (nm)
241,13	0,053	0,12
249,87	0,106	0,12
278,10	0,119	0,12
287,18	0,120	0,12
333,44	0,088	0,12
345,47	0,015	0,12
361,31	0,017	0,12
385,66	0,047	0,12
416,28	0,024	0,12
467,83	0,075	0,12
485,29	0,023	0,12
536,64	-0,015	0,12
640,52	0,063	0,12

2. Calibración de la Escala Fotométrica a cuatro longitudes de onda

Parámetro	Longitud de onda en nm			
	235	257	313	350
Valor certificado para el patrón	0,7339	0,8548	0,2846	0,6366
Indicación (promedio) del instrumento:	0,7357	0,8566	0,2871	0,6361
Error de indicación	0,0018	0,0018	0,0025	-0,0005
Incertidumbre expandida (k=2;95%)	0,0010	0,0010	0,0010	0,0010

Todas las mediciones corresponden a valores en la escala de absorbancia (también conocidas como unidades de absorbancia).



LMEQ-001-2002

3. Prueba para la determinación de la luz extraviada

Patrón	Longitud de onda de la prueba	% de Transmitancia promedio para cinco mediciones	Tolerancia % de Transmitancia
KCl	200 nm	0,380 772	< 1,000 000
Nal	220 nm	0,000 001	< 0,000 800

4. Resultados de la prueba de linealidad con filtros de densidad neutra.

1 de Absorbancia

Longitud de onda	465,0 nm	480,0 nm	500,0 nm	540,0 nm	580,0 nm
Filtro A	0,5343	0,5452	0,5599	0,5502	0,5675
Ambos	1,0715	1,0934	1,1229	1,1037	1,1384
Filtro B	0,5376	0,5485	0,5634	0,5537	0,5711
Tolerancia	0,0010	0,0010	0,0010	0,0010	0,0010
Error	-0,0003	-0,0003	-0,0003	-0,0002	-0,0002

2 de Absorbancia

Longitud de onda	465,0 nm	480,0 nm	500,0 nm	540,0 nm	580,0 nm
Filtro A	1,1870	1,1976	1,2170	1,2001	1,2138
Ambos	2,4005	2,4219	2,4609	2,4265	2,4542
Filtro B	1,2142	1,2249	1,2447	1,2273	1,2412
Tolerancia	0,0018	0,0018	0,0018	0,0018	0,0018
Error	-0,0007	-0,0006	-0,0007	-0,0008	-0,0007

LMEQ-001-2002

3 de Absorbancia

Longitud de onda	465,0 nm	480,0 nm	500,0 nm	540,0 nm	580,0 nm
Filtro A	1,4174	1,4306	1,4569	1,4424	1,4641
Ambos	2,8305	2,8568	2,9096	2,8804	2,9238
Filtro B	1,4129	1,4261	1,4524	1,4381	1,4597
Tolerancia	0,0081	0,0081	0,0081	0,0081	0,0081
Error	0,0003	0,0000	0,0003	-0,0002	-0,0001

5. Ruido fotométrico

Nivel	Valor promedio medido	Diferencia máxima	tolerancia
0,0	0,000 010	0,000 016	< 0,000 050
1,0	1,090 145	0,000 025	< 0,000 150
2,0	2,073 058	0,000 137	< 0,000 300

Notas y aclaraciones:

- [1] La incertidumbre expandida de la medición se ha obtenido multiplicando la incertidumbre estándar de la medición por el factor de cobertura $k=2$ que, para una distribución normal, corresponde a una probabilidad de cobertura de aproximadamente el 95%. La incertidumbre estándar de medida se ha determinado conforme a la Guía ISO para la Expresión de las Incertidumbres, e incluye la incertidumbre de los patrones, del método de calibración, de las condiciones ambientales y la contribución propia de quien realiza la calibración.
- [2] El período de validez de este certificado de calibración dependerá del uso y cuidado que se dé a este instrumento.
- [3] Los resultados declarados son únicamente válidos para el objeto calibrado.
- [4] Las condiciones ambientales al momento de la calibración fueron: Temperatura ambiente: $(24 \pm 2) ^\circ\text{C}$, Humedad: $(70 \pm 10)\%$.

B.Q. Sandra Rodríguez Zúñiga
Realizó la calibración