

Estimación de Incertidumbre en la Medición de Impurezas

Arvizu R., Valle E., Reyes A

Centro Nacional de Metrología
km 4,5 Carretera a Los Cués, 76246, Querétaro, México.
marvizu@cenam.mx

RESUMEN

La medición de impurezas en metales y sales de alta pureza se realiza a niveles bajos de fracción de masa, empleando técnicas analíticas complejas, como la espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente. Esta medición contribuye a la certificación de pureza de dichas sustancias, por lo que es indispensable estimar su incertidumbre asociada. Las sustancias de pureza certificada permiten como calibradores asignar valores a otros materiales de referencia certificados, empleando diversas técnicas analíticas. En este trabajo se describe la estimación de incertidumbre del valor medido de cadmio como impureza en plomo puro, puntualizando las fuentes significativas de incertidumbre.

1. INTRODUCCIÓN

Una de las formas para determinar la pureza en metales puros, es a través de un método indirecto. Este método consiste en medir cada uno de los elementos químicos que se encuentran como impurezas en el metal puro. Para la determinación de la pureza del metal, w_{PM} , se realiza el cálculo de la diferencia entre la unidad y el contenido total de impurezas, de acuerdo a la Ec. (1) [1].

$$w_{PM} = 1 - \sum w_{IE} - \left(\frac{\sum w_{ILD}}{2} \right). \quad (1)$$

La Ec. (1), tiene dos componentes relacionados con las impurezas:

- La sumatoria de los valores de fracción de masa de las impurezas medidas, $\sum w_{IE}$.
- La sumatoria de los valores de fracción de masa de las impurezas detectadas como límite de detección [1, 2] $\sum w_{ILD}$.

Las impurezas en un metal puro se pueden encontrar como óxidos, fases metálicas, segregados, gases como nitrógeno, oxígeno e hidrógeno. Dependiendo del tipo de impureza, existen diferentes técnicas analíticas para su medición. En este documento se describe la estimación de la incertidumbre asociada al valor medido de una impureza de cadmio (Cd) detectada como factible a medirse en el metal puro de plomo (Pb), empleando espectrometría de masas de sector magnético con plasma acoplado inductivamente (ICP-SFMS), como parte del programa de certificación de la pureza del plomo.

2. DESARROLLO

2.1. Medición de Cd en Plomo Puro

Las etapas involucradas en su medición son descritas a continuación (ver Fig. 1):

- Preparación de tres muestras de plomo, tres muestras blanco: digestión con ácido nítrico, seguida de la dilución de las muestras.
- Selección y preparación de un material de referencia certificado para ser empleado como control ($MRC_{control}$), con contenido cercano al esperado de Cd en el plomo puro, ($w_{MRC control}$).
- Selección del material de referencia certificado (MRC), para su uso como calibrador [3], preparación de su muestra blanco de reactivo.
- Medición del Cd en la muestra diluida, en conjunto con el material de referencia certificado de control y de los blancos de muestra empleando la técnica ICP-SFMS en media resolución (4 000) [4].
- Evaluación de la impureza de Cd en el instrumento para identificar si es impureza factible a ser medida, si esta en el límite de detección, ó como impureza no detectada.
- Determinación del valor de Cd detectado por el instrumento como impureza factible de medirse.
- Estimación de la incertidumbre del valor de la fracción de masa de Cd en el metal de plomo puro.

2.2. Descripción del Mensurando

Para determinar el valor de la fracción de masa de Cd, en una muestra (w_{IEi}) de plomo puro, se utilizó la Ec. (2).

$$w_{IEj} = [w_{(I-B)}] * \left[\frac{m_{d1}}{m_{m1}} \right] * \left[\frac{m_d}{m_m} \right]. \quad (2)$$

En la Ec. (2), $w_{(I-B)}$ es la fracción de masa del Cd en plomo puro en disolución con la corrección de blanco de muestra (mg/kg), m_{d1} es la masa total de aforo de la segunda disolución del plomo puro (g), m_{m1} es la masa de la alícuota de la disolución de plomo empleada en la dilución (g), m_d es la masa total de aforo de la primera disolución de plomo puro (g) y m_m es la masa del plomo puro (g); donde $w_{(I-B)}$ es determinada por la Ec. (3), y \bar{w}_i es la fracción de masa promedio de n repeticiones del Cd en la muestra de plomo puro (mg/kg), \bar{w}_B es la fracción de masa promedio de n repeticiones del Cd en la muestra blanco (mg/kg):

$$w_{(I-B)} = \bar{w}_I - \bar{w}_B. \quad (3)$$

Para una repetición i , la fracción de masa w_{Ii} se determina con la Ec. (4), donde w_z es la fracción de masa de Cd en la disolución z del material de referencia empleado como calibrador (mg/kg), I_{IE} es la Intensidad medida del Cd en la disolución de plomo (cps) e \bar{I}_z es la Intensidad promedio de Cd en la disolución z del material de referencia empleado como calibrador (cps):

$$w_{Ii} = \frac{w_z \cdot I_{IE}}{\bar{I}_z}. \quad (4)$$

La fracción de masa de Cd, w_z en el calibrador (identificada de aquí en adelante como *disolución calibrante*) se calcula a partir de la disolución preparada gravimétricamente de un MRC. Dos diluciones consecutivas de dicho MRC son necesarias para obtener la disolución con el valor de la fracción de masa de Cd en el intervalo de trabajo del ICP-SFMS. Empleando la Ec. (5) se calcula el valor de w_z :

$$w_z = w_{MR} * \frac{m_{MR}}{m_{d1CAL}} * \frac{m_{CAL1}}{m_{d2CAL}} \quad (5)$$

En la Ec. (5), w_{MR} es la fracción de masa de Cd en el MRC (mg/kg), m_{MR} es la masa de la alícuota del MRC, en la primera dilución (g), m_{d1CAL} es la masa total de aforo de la primera dilución del MRC (g), m_{CAL1} es la masa de la alícuota de la primera dilución

del MRC (g), m_{d2CAL} es la masa total de aforo de la segunda dilución del MRC calibrador, z (g).

2.3. Evaluación del Límite de Detección, w_{ILDB}

El límite de detección es definido como la menor concentración del analito en una muestra que puede detectarse, pero no necesariamente cuantificarse bajo las condiciones establecidas de la prueba [2]. En esta metodología el $w_{ILD Bi}$ para el instrumento, se determina de acuerdo a la Ec. (6) [5]:

$$w_{ILD Bi} = \bar{w}_B \pm 3s_{w_B}. \quad (6)$$

\bar{w}_B es el promedio de la fracción de masa del elemento E medida en la disolución del blanco de muestra (mg/kg), s_{w_B} es la desviación estándar de la fracción de masa del elemento E medida en la disolución del blanco de muestra (mg/kg).

2.3.1. Evaluación de la Presencia de Cd en el Plomo Puro a Partir del Límite de Detección

El resultado de la medición de una impureza presenta tres valores posibles, que se clasifican en base al valor del límite de de detección de ese elemento (w_{ILD-B}); a su vez, éste es estimado por la medición de esa misma impureza en una muestra blanco.

a) Si el valor encontrado de la impureza del elemento E medido en la muestra X, tiene un valor mayor al límite de detección ($w_{ILD B}$), entonces se considera que es una impureza medida, w_{IE}

$$w_{(E,X)} > w_{ILDB} \therefore w_{(E,X)} = w_{IE}. \quad (7)$$

b) Si el valor de la impureza encontrada $w_{(E,X)}$, esta dentro del intervalo de confianza del 95 % del valor de w_{ILDB} , entonces se considera elemento detectado como límite de detección w_{ILD} .

c) Si el valor de la impureza encontrada $w_{(E,X)}$, es menor que el intervalo de confianza del límite de detección $w_{ILD B}$, entonces se considera como impureza no detectada (w_{IND}):

$$w_{(E,X)} < w_{ILDB} \therefore w_{(E,X)} = w_{IND}. \quad (8)$$

2.4. Identificación de Fuentes de Incertidumbre

Las fuentes de incertidumbre relevantes en la medición de la fracción de masa de Cd en plomo puro (w_{IE}) empleando ICP-SFMS, se identifican a través del diagrama Causa-Efecto que se muestra en la Fig. 2, donde se observa, en sus principales

$$u_{mMR} = \sqrt{(u_{m_{linealidad}})^2 + (u_{m_{repetibilidad}})^2} \quad (12)$$

2.5.2. Estimación de Incertidumbre de \bar{w}_I de Cd en Plomo Puro en Disolución en una Muestra j

Una vez que el metal puro se tiene en disolución en una muestra j , se realizan n repeticiones de la impureza en una secuencia aleatoria y se determina w_{ji} con la Ec. (4). Para estimar la incertidumbre de \bar{w}_I , es necesario contar con la estimación de las siguientes fuentes de incertidumbre: $u_{w_{ji}}$ para una repetición i y $u_{\beta_{Ri}}$ para un número n de repeticiones.

Estimación de la incertidumbre de w_{ji} de Cd

Para una repetición w_{ji} , (Ec. (4)), se estima la incertidumbre, $u_{w_{ji}}$ correspondiente a una repetición i , empleando la Ec. (11):

$$u_{w_{ji}} = w_{ji} \sqrt{\left(\frac{u_{w_z}}{w_z}\right)^2 + \left(\frac{u_{I_{IE}}}{I_{IE}}\right)^2 + \left(\frac{u_{I_z}}{I_z}\right)^2} \quad (13)$$

La u_{w_z} se estimó como fue descrito anteriormente usando la Ec. (10) y la estimación de incertidumbre de I_{IE} y I_z , se describen a continuación.

a) Estimación de la incertidumbre de I_{IE} y I_z
 Para estimar la incertidumbre de la intensidad de la impureza en una repetición de una muestra en disolución y en la disolución calibrante, se emplea la desviación estándar de la media de las n repeticiones realizadas para cada disolución, ver Ecs. (14) y (15):

$$u_{I_{IE}} = \frac{s_{I_{IE}}}{\sqrt{n}} \quad (14)$$

$$u_{I_z} = \frac{s_{I_z}}{\sqrt{n}} \quad (15)$$

b) Estimación de la incertidumbre estándar combinada $u_{\bar{w}_I}$

La incertidumbre $u_{\bar{w}_I}$, se determinó combinando las incertidumbres de $u_{w_{ji}}$ y $u_{\beta_{Ri}}$ con la Ec. (16).

$$u_{\bar{w}_I} = \sqrt{(u_{w_{ji}})^2 + (u_{\beta_{Ri}})^2} \quad (16)$$

Determinación de la incertidumbre de β_{Ri}

La incertidumbre debida a la magnitud de influencia proveniente de mediciones repetidas de Cd en una de las muestras j (ver Fig. 2), se estimó a través de la desviación estándar de la media de acuerdo a la Ec. (17), donde s_{w_I} es la desviación estándar.

$$u_{\beta_{Ri}} = s_{n_{w_I}} = \frac{s_{w_I}}{\sqrt{n}} \quad (17)$$

2.5.3. Estimación de Incertidumbre de $w_{(I-B)}$

En la estimación de la incertidumbre de la fracción de masa de Cd en una muestra j de plomo puro en disolución con corrección de la muestra blanco de digestión $u_{w_{(I-B)}}$, se consideraron las fuentes que contribuyen a esta incertidumbre, la incertidumbre $u_{\bar{w}_I}$ (Ec. (16)) y la incertidumbre de la fracción de masa de Cd en la muestra blanco de digestión $u_{\bar{w}_B}$, ambas fuentes se estimaron como a continuación se describe.

Estimación de incertidumbre de la muestra blanco de digestión \bar{w}_B

Para estimar la incertidumbre de \bar{w}_B para Cd en la muestra blanco de digestión, se prepararon tres muestras blanco de digestión y se estimó la fracción de masa de Cd para cada una de ellas, w_B , empleando la Ec. (4). La desviación estándar de la media de estos resultados se considero para estimar $u_{\bar{w}_B}$:

$$u_{\bar{w}_B} = \frac{s_{w_B}}{\sqrt{n}} \quad (18)$$

En la Ec. (18) s_{w_B} es la desviación estándar de las n repeticiones de w_B .

Una vez estimada la $u_{\bar{w}_B}$, se estima la $u_{w_{(I-B)}}$ usando la Ec. (19), considerando las magnitudes de entrada de la Ec. (3):

$$u_{(I-B)} = \sqrt{(u_{\bar{w}_I})^2 + (u_{\bar{w}_B})^2} \quad (19)$$

2.5.4. Fracción de Masa de la Impureza a Medir en una Muestra w_{IEj}

La estimación de incertidumbre de la fracción de masa de Cd en una muestra de plomo puro w_{IEj} , se determina a partir de la combinación de las incertidumbres estándar de las magnitudes de entrada de la Ec. (2), como se muestra en la Ec. (20):

$$u_{w_{IEj}} = w_{IEj} * \sqrt{\left(\frac{u_{w_{(I-B)}}}{w_{(I-B)}}\right)^2 + \left(\frac{u_{m_{d1}}}{m_{d1}}\right)^2 + \left(\frac{u_{m_1}}{m_1}\right)^2 + \left(\frac{u_{m_d}}{m_d}\right)^2 + \left(\frac{u_{m_m}}{m_m}\right)^2} \quad (20)$$

La estimación de la incertidumbre de la medición de masas involucradas en la dilución de la muestra, m_m, m_d, m_{m1}, m_{d1} , se realiza como se describe para las masas involucradas en la preparación de la disolución calibrante w_z en la sección 2.5.1. (Ec. (12)).

2.5.5. Estimación de la Incertidumbre Estándar Combinada de w_{IE} de Cd en Plomo Puro

Finalmente se realizó la estimación de incertidumbre de w_{IE} , empleando mediciones de al menos tres muestras preparadas independientemente y considerando las incertidumbres de las magnitudes de la Ec. (9), empleando la Ec. (21):

$$u_{w_{IE}} = \sqrt{u_{w_{IEj}}^2 + u_{\beta_{Rj}}^2 + u_{\gamma_{\text{método}}}^2} \quad (21)$$

donde $u_{\gamma_{\text{método}}}$ es la incertidumbre de la magnitud de influencia del método (mg/kg), y $u_{\beta_{Rj}}$ es la incertidumbre de la magnitud de influencia de la reproducibilidad, debida a la preparación de muestras (mg/kg). A continuación se describe la estimación de incertidumbre de las magnitudes $\gamma_{\text{método}}$ y β_{Rj} .

Estimación de incertidumbre $\gamma_{\text{método}}$

Esta fuente de incertidumbre se estimó a partir de evaluar el sesgo relativo con base al valor medido del MRC de control w_{MRC} . Posteriormente, se estima el sesgo absoluto con respecto al valor de w_{IE} para Cd en la muestra medida y se asume una distribución rectangular, como se muestra en la Ec. (22):

$$u_{\gamma_{\text{método}}} = \frac{\left(\frac{w_{MRC_{\text{experimental}}} - w_{MRC_{\text{certificado}}}}{w_{MRC_{\text{certificado}}}}\right) * w_{IE}}{\sqrt{3}} \quad (22)$$

donde $w_{MRC_{\text{experimental}}}$ es la fracción de masa del elemento medido E en la disolución del material de referencia empleado como control (mg/kg), $w_{MRC_{\text{certificado}}}$ es la fracción de masa del elemento certificado E en la disolución del material de referencia empleado como control (mg/kg), w_{IE} es la fracción de masa de la impureza de Cd medida en la muestra de Pb de alta pureza (mg/kg). La determinación del valor experimental $w_{MRC_{\text{experimental}}}$ esta dado por la Ec. (21), donde w_{B_r} es la fracción de masa de Cd medida en la muestra blanco de calibrante B_r y $w_{MRC_{\text{experimental}}}$ es el valor experimental medido de Cd en el MRC de control:

$$w_{MRC_{\text{experimental}}} = w_{MRC_{\text{control}}} - w_{B_r} \quad (23)$$

Estimación de incertidumbre de la reproducibilidad β_{Rj}

La incertidumbre asociada a la reproducibilidad $u_{w_{\beta R}}$ se estima como la desviación estándar de la media s_k de la fracción de masa de Cd medida en k procesos completos e independientes de preparación y medición de muestras, ver Ec. (24).

$$u_{w_{\beta R}} = s_k = \frac{S_{w_{IEj}}}{\sqrt{k}} \quad (24)$$

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Estimación de Incertidumbre de Cd en Disolución Calibrante u_{w_z}

En la Tabla 1 se muestran los resultados de la estimación de incertidumbre de w_z de acuerdo a la Ec. (8) [8]. Para este ejemplo la fracción de masa de Cd en la disolución calibrante (w_z) es 0,022 363 ± 0,000 056 mg/kg, y la fuente de incertidumbre que tiene la mayor contribución es la fracción de masa w_{MR} del material de referencia.

3.2. Estimación de Incertidumbre de Cd en una Réplica de la Muestra j, u_{w_j}

En la Tabla 2 se muestran los resultados de la estimación de incertidumbre en la fracción de masa de Cd en una réplica n medida en la muestra j, w_j , empleando la Ec. (13).

Tabla 1. Estimación de la incertidumbre de w_z en la disolución del material de referencia empleada en la calibración.

Magnitud x_i	Valor estimado, x_i	u original	unidad	Fuente de información	Tipo/ distribución	$u(x_i)/x_i$	$u(x_i)_{rel}$
m_{MR}	1,272 510	0,000 027	g	certificado balanza	B, normal	2,1E-05	0,007 1%
m_{d1CAL}	33,696 680	0,000 040	g	certificado balanza	B, normal	1,2E-06	0,000 022%
m_{CAL1}	1,757 730	0,000 027	g	certificado balanza	B, normal	1,5E-05	0,003 7%
m_{d2CAL}	31,805 480	0,000 040	g	certificado balanza	B, normal	1,3E-06	0,000 025%
w_{MR}	10,716	0,027	mg/kg	certificado	B, normal	0,002 5	99,99%
w_z	0,022 363	0,000 056	mg/kg		B, normal	0,002 5	

Tabla 2. Estimación de incertidumbre de w_I de Cd medido en el metal puro en disolución.

Magnitud x_i	Valor estimado, x_i	u original	unidad	Fuente de información	Tipo/ Distribución	$u(x_i)/x_i$	$u(x_i)_{rel}$
w_z	0,022 363	0,000 056	mg/kg	--	B, normal	0,002 5	0.8%
I_{Cd}	825	21	cps	Experimental	A, normal	0,025	80.6%
I_z	730 31	894	cps	Experimental	A, normal	0,012	18.6%
w_I	0,000 252 6	0,000 007 1	mg/kg		A, normal	0,028	

Los resultados son fracción de masa de Cd en la muestra de plomo en disolución (w_I) de $0,000\ 252\ 6 \pm 0,000\ 007\ 1$ mg/kg, donde la fuente de incertidumbre que tiene la mayor contribución es la medición instrumental del Cd en la muestra en disolución de plomo I_{Cd} .

En la Tabla 3, se muestra el resultado de la estimación de incertidumbre de \bar{w}_I , que incluye el efecto de la medición de n réplicas en la muestra j como fuente de incertidumbre (Ec. (16)). El resultado es fracción de masa de Cd en la muestra de plomo en disolución (\bar{w}_I) de $0,000\ 256\ 8 \pm 0,000\ 007\ 7$ mg/kg, donde la mayor contribución a la incertidumbre es la fracción de masa de Cd de w_I .

3.3. Resultados de la Estimación de Incertidumbre de $w_{(I-B)}$ de Cd

En la Tabla 4 se muestran los resultados de la estimación de incertidumbre en la fracción de masa de Cd en una muestra j de plomo puro, w_I corregida por la fracción de masa de Cd en la muestra blanco $w_{(I-B)}$ de acuerdo a la Ec. (17); el resultado es fracción de masa de Cd en la muestra de plomo en disolución ($w_{(I-B)}$) de $0,000\ 248\ 1 \pm 0,000\ 007\ 8$ mg/kg, donde la mayor contribución a la incertidumbre es la fracción de masa de Cd de \bar{w}_I .

3.4. Resultados de la Estimación de Incertidumbre de w_{IEj} de Cd en el Metal de Plomo Puro

En la Tabla 5 se muestra el resultado de la estimación de incertidumbre en w_{IEj} Cd en una muestra j metal de plomo puro, de acuerdo a la Ec. (20), donde la mayor contribución a la incertidumbre es la fracción de masa de Cd corregida por el valor de Cd en la muestra blanco $w_{(I-B)}$ y el resultado es w_{IEj} de Cd en la muestra de plomo de $22,52 \pm 0,71$ mg/kg.

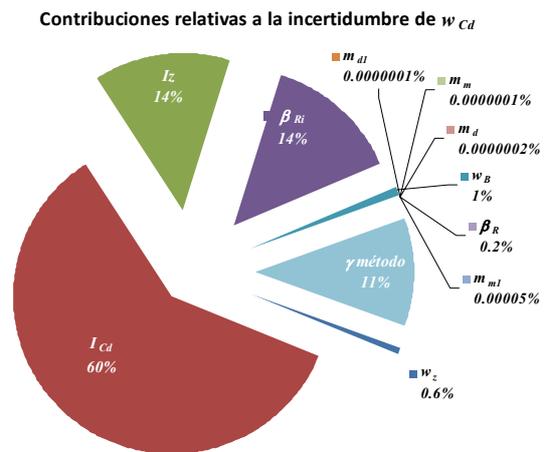


Fig. 3. Contribución de las diferentes fuentes de incertidumbre en w_{Cd} en plomo puro.

3.5. Combinación de Incertidumbre de w_{Cd} en Plomo Puro, $u_{w_{Cd}}$

La estimación de incertidumbre para la fracción de masa de Cd medida en plomo de alta pureza $u_{w_{Cd}}$ se obtiene de la combinación de incertidumbre estándar de las magnitudes $u_{w_{Cd}}$, u_{β_R} y $u_{\gamma_{método}}$ empleando la Ec. (9).

En la Tabla 6 se presentan los valores de las magnitudes y su incertidumbre que contribuyen a

la incertidumbre de la fracción de masa de Cd en el metal de plomo puro $u_{w_{Cd}}$.

En la Fig. 3, se muestra la contribución de las diferentes fuentes de incertidumbres de acuerdo al diagrama causa efecto (Fig. 2), que contribuyen a la incertidumbre asociada a w_{Cd} .

Empleando ICP-SFMS, el resultado de la medición de la impureza de Cd en plomo de alta pureza, con su incertidumbre expandida, es $w_{Cd} = 22,5 \pm 1,5$ mg/kg; mientras que la incertidumbre relativa expandida corresponde a un 7 %.

Tabla 3. Estimación de incertidumbre de \bar{w}_I de Cd medido en el metal puro en disolución.

Magnitud x_i	Valor estimado, x_i	u	unidad	Fuente de información	Tipo/ Distribución	$u(x_i)_{rel}$
w_I	0,000 252 6	0,000 007 1	mg/kg	--	A, normal	84%
B_{Ri}	0,000 256 8	0,000 003 1	mg/kg	Experimental	A, normal	16%
\bar{w}_I	0,000 256 8	0,000 007 7	mg/kg		A, normal	

Tabla 4. Estimación de incertidumbre de $w_{(I-B)}$ de Cd en disolución con corrección de w_B

Magnitud x_i	Valor estimado x_i	u original	unidades	Fuente de información	Tipo/ Distribución	$u(x_i)_{rel}$
\bar{w}_I	0,000 256 8	0,000 007 7	mg/kg	--	A, normal	99.2%
w_B	0,000 008 78	0,000 000 71	mg/kg	experimental	A, normal	0.8%
$w_{(I-B)}$	0,000 248 1	0,000 007 8	mg/kg		A, normal	

Tabla 5. Estimación de incertidumbre de Cd en una muestra de plomo puro w_{IEj}

Magnitud x_i	Valor estimado x_i	u original	unidades	Fuente de información	Tipo/ Distribución	$u(x_i)/x_i$	$u(x_i)_{rel}$
$w_{(I-B)}$	0,000 248 1	0,000 007 8	mg/kg	--	A, normal	0,031	99.8%
m_{dl}	100,381 44	0,000 11	g	certificado de balanza	B, normal	0,000 001 1	0.000 000 1%
m_{ml}	1,115 280	0,000 027	g	certificado de balanza	B, normal	0,000 001 1	0.000 06%
m_d	40 393,769	0,056	g	experimental	B, normal	0,000 002 4	0.20%
m_m	40,054 359	0,000 044	g	experimental	B, normal	0,000 001 1	0.000 000 1%
w_{IEj}	22,52	0,71	mg/kg		A, normal	0,031	

Tabla 6. Estimación de incertidumbre de w_{Cd} en el metal de alta pureza.

Magnitud x_i	Valor estimado x_i	u original	unidades	Fuente de incertidumbre	Tipo/ Distribución	$u(x_i)_{rel}$
w_{IEj}	22,52	0,71	mg/kg	--	A, normal	88.8%
β_R	22,462	0,030	mg/kg	experimental	A, normal	0.2%
$\gamma_{método}$		0,25	mg/kg	experimental	B, normal	11%
w_{Cd}	22,46	0,75	mg/kg		A, normal	

4. CONCLUSIONES

Las mayores contribuciones a la incertidumbre de la medición de Cd en plomo puro son estimadas a partir de mediciones experimentales:

- a) I_{Cd} , e I : Respuesta del instrumento ICP-SFMS a la muestra y al material de referencia, cuyas incertidumbres son estimadas como la desviación estándar de dicha respuesta en cuentas por segundo.
- b) β_{Ri} , es una fuente de incertidumbre asociada a mediciones repetidas en una misma muestra j
- c) $\gamma_{\text{método}}$ es asociada al sesgo del método que depende del MRC utilizado como control durante el proceso de medición. Por ello es importante seleccionar un material que garantice su calidad al mostrar trazabilidad al sistema internacional de unidades. En este caso, una incertidumbre expandida relativa del 7 % es aceptable para el contenido de Cd en el metal de plomo puro.

Es importante considerar el límite de detección del instrumento en la medición de impurezas en un metal puro, ya que a partir de este valor se estima la posibilidad de detectar, y por lo tanto, medir una impureza.

Empleando el método de medición indirecta, la estimación de incertidumbre de cada una de las impurezas en un metal, puede contribuir de manera significativa a la incertidumbre de la pureza medida, cuando el nivel de impurezas es alto.

REFERENCIAS

- [1] D. L. Duewer, R. M. Parris, E. White V, W. E. May, H. Elbaum. An approach to the metrologically sound traceable assessment of the chemical purity of organic reference materials. NIST Special Publication 1012 (2004): 12, 21 24
- [2] Métodos analíticos adecuados a su propósito. Guía de laboratorio para validación de métodos y tópicos relacionados. CNM-MRD-PT-030, CENAM, 1998.
- [3] NMX-CH-152-IMNC-2005, Metrología en Química – Vocabulario. Instituto Mexicano de Normalización y Certificación.
- [4] Thomas R., A Beginner's Guide to ICP-MS, Part VII: Mass Separation Devices — Double-Focusing Magnetic-Sector Technology, Spectroscopy tutorial, vol. 16 (11), 2001, pp. 22 - 27.
- [5] Certificación de metodologías analíticas empleadas en la red de laboratorios de la procuraduría. 600-IL-1200, CENAM, 200
- [6] EURACHEM-CITAC, Guide: Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2nd. Edition, ISBN 0 948926 15 5, 2000.,.
- [7] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAP, IUPAC, OIML (1995).
- [8] W. Schmid y R. Lazos, Guía para Estimar la Incertidumbre de la Medición, Centro Nacional de Metrología, 2000. Disponible en el portal de Internet: <<http://www.cenam.mx>>