

MINISTERIO DE COMERCIO, INDUSTRIA Y TURISMO INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA – INM

RESOLUCIÓN NÚMERO 467

(22 DE NOVIEMBRE DE 2021)

"Por medio de la cual se oficializa el patrón nacional de medida de espectrofotometría ultravioleta visible (UV-Vis)"

EL DIRECTOR GENERAL DEL INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGÍA - INM

En ejercicio de sus facultades legales, en especial las conferidas en el Decreto 4175 de 2011 y en el numeral 20 del artículo 2 y numeral 6 del artículo 4 del Decreto 062 de 2021, y

CONSIDERANDO

Que mediante Resolución No. 3846 del 4 de febrero de 2015, el Superintendente Delegado para el Control y Verificación de reglamentos técnicos y metrología legal de la superintendencia de Industria y Comercio oficializó el patrón nacional de medición de espectrofotometría ultravioleta visible.

Que mediante Decreto 4175 de 2011, se crea al Instituto Nacional de Metrología – INM, como una Unidad Administrativa Especial de carácter técnico, científico y de investigación, con personería jurídica, patrimonio propio y autonomía administrativa y presupuestal, adscrita al Ministerio de Comercio, Industria y Turismo.

Que según el Decreto 4175 de 2011 modificado por el Decreto 062 de 2021, por medio del cual se modifica la estructura del Instituto Nacional de Metrología – INM, tiene por objetivo la coordinación de la metrología científica e industrial como máxima autoridad nacional en la materia, y la ejecución de actividades que fomenten la innovación, mejoren la calidad de vida y soporten el desarrollo económico, científico y tecnológico del país, mediante el establecimiento, conservación y adopción de patrones nacionales de medida, la difusión del Sistema Internacional de Unidades (SI), la investigación científica, la prestación de servicios metrológicos, el apoyo a las actividades de control metrológico y la representación internacional como máxima autoridad en metrología científica e industrial.

Que para la oficialización de los patrones nacionales de medida, el Instituto Nacional de Metrología - INM, conforme a su objetivo, funciones, competencia y estructura, elabora los respectivos estudios técnicos los cuales se constituyen en la herramienta esencial para la oficialización, de acuerdo con los criterios de calibración y trazabilidad, y que por tanto debe ser la entidad que realiza la correspondiente oficialización de los patrones nacionales de medida, simplificando así dicho trámite.

Que el numeral 20 del artículo 2 del Decreto 062 de 2021 establece que el Instituto Nacional de Metrología – INM es el encargado de oficializar los patrones nacionales de medida, con base en los estudios técnicos requeridos y acorde con las necesidades del país. De igual forma, el numeral 6 del artículo 4 ibídem señala que la Dirección General tiene como función Oficializar los patrones nacionales de medida correspondientes a cada magnitud del Sistema Internacional de Unidades (SI), incluyendo los conservados y custodiados por los institutos designados.

Que de conformidad con el Documento JCGM 200:2012, el cual establece el Vocabulario Internacional de Metrología (VIM), se define "patrón de medida" como la realización de la definición de una magnitud dada, con un valor determinado y una incertidumbre de medida asociada, tomada como referencia. Asimismo, se precisa que un "patrón nacional de medida" es aquel patrón reconocido por una autoridad nacional para servir, en un estado o economía, como base para la asignación de valores a otros patrones de magnitudes de la misma naturaleza ⁽¹⁾.

"Por medio de la cual se oficializa el patrón nacional de medida de espectrofotometría ultravioleta visible UV-Vis"

Que de conformidad con el Documento JCGM 200:2012, Vocabulario Internacional de Metrología, VIM "La realización de la definición de una magnitud dada" puede establecerse mediante un sistema de medida, una medida materializada o un material de referencia.

Que de acuerdo con el acta No. 010-21 de fecha 06 de julio de 2021 de la reunión de la Mesa de Trabajo Técnico Científica de la Subdirección de Metrología Química y Biología, se presentó el Informe de Actualización del Patrón Nacional de Medida de Espectrofotometría ultravioleta visible UV-VIS y se aprobó el envío del mismo al Comité Institucional de Gestión y Desempeño -CIGD.

Que conforme al acta No. 21-09 del Comité Institucional de Gestión y Desempeño - CIGD, se aprueba la oficialización del sistema de medición compuesto por el equipo Espectrofotómetro ultravioleta visible (UV-Vis) Cary 4000 Agilent Technologies serial AU 13230022 y los métodos de medición de doble apertura, para la escala fotométrica y de medición de las líneas espectrales del Hg y Ar, para la escala de longitud de onda como Patrón Nacional de Medida de Espectrofotometría UV-Vis.

Que, en mérito de lo anteriormente expuesto,

RESUELVE

ARTÍCULO PRIMERO: OFICIALIZAR el siguiente patrón nacional de medida de espectrofotometría ultravioleta visible (UV-Vis):

Descripción:

El patrón nacional de medida de espectrofotometría ultravioleta visible (UV-Vis) consiste en el espectrofotómetro UV-Vis Cary 4000 marca Agilent Technologies, serial AU 13230022 (ver Figura 1), con el cual se materializa la magnitud transmitancia/absorbancia a través del método de doble apertura ⁽²⁾ y la magnitud de longitud de onda, expresada en nanómetros (nm) por medio de la medición de constantes físicas absolutas, como las líneas de emisión espectrales de Hg-Ar, producidas por una lámpara tipo Lápiz ^(3; 4), asegurando que las mediciones realizadas con el instrumento proveen trazabilidad metrológica al Sistema Internacional de Unidades.

Fuentes

Compartimento de muestras

Fuentes

Botón de encendido

Figura 1. Espectrofotómetro UV-Vis Cary 4000, Agilent Technologies

Descripción de los métodos de medición:

Método de doble apertura

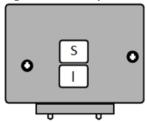
El método de doble apertura consiste en determinar la linealidad de la respuesta del sistema, mediante la medición del haz de luz que pasa a través de un dispositivo con dos aberturas S e I, que se pueden abrir o cerrar independientemente con el propósito de hacer que el haz se divida en dos flujos de luz independientes (Ver Figura 2). El valor obtenido al realizar la medición, cuando las dos aberturas están abiertas (S+I), debe ser igual a la suma de los valores cuando se mide cada abertura por separado S + I (2; 5). La determinación del error se realiza de acuerdo a la siguiente ecuación:

$$Error_{T/A} = \overline{S + I} - (\overline{S} + \overline{I}) - \overline{D}$$
 Ecuación 1

Donde D, hace referencia al valor medido cuando ambas aberturas están cerradas.

"Por medio de la cual se oficializa el patrón nacional de medida de espectrofotometría ultravioleta visible UV-Vis"

Figura 2. Esquema general del dispositivo de doble apertura



- Método de medición de las líneas espectrales de elementos

El método de medición de las líneas de emisión espectrales de elementos consiste en comparar el valor de longitud de onda que indica el espectrofotómetro UV-Vis, con el valor establecido para una línea de emisión espectral de un elemento. Las líneas de emisión de elementos como el mercurio y el argón, entre otros, son consideradas patrones absolutos para el mensurando de longitud de onda, debido a que cada elemento posee su propio espectro de emisión, produce radiaciones únicas y discretas a longitudes de onda específicas, con buena intensidad a lo largo del espectro ultravioleta visible ^(6; 7). La longitud de onda de un elemento se considera una propiedad fundamental e inherente a cada elemento ^(6; 7). El error de las mediciones de la longitud de onda se determina como la diferencia entre el valor de longitud de onda reportado por el instrumento y el valor de referencia de la longitud de onda de la fuente de emisión, de acuerdo a la siguiente ecuación:

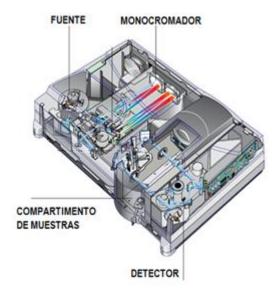
$$Error_{\lambda} = \lambda_{Medida} - \lambda_{Referencia}$$

Ecuación 2

Descripción del espectrofotómetro:

El espectrofotómetro está compuesto de partes principales: una fuente, un monocromador, un compartimento de muestra y un detector (ver Figura 3); las cuales se describen posteriormente. Además de esto, cuenta con elementos ópticos como lentes o espejos que permiten el adecuado funcionamiento del instrumento ⁽⁸⁾:

Figura 3. Esquema del espectrofotómetro UV-Vis Cary 4000, Agilent Technologies (9)



- Fuente: Es la encargada de generar la radiación ultravioleta visible que, idealmente, presenta una intensidad luminosa constante, con bajo ruido y alta estabilidad. El espectrofotómetro Cary 4000 cuenta con tres ^(8; 10) fuentes de radiación:
 - Lámpara de deuterio: emite radiación la región ultravioleta (175 nm a 350 nm aproximadamente).
 - Lámpara de tungsteno: emite radiación en la región visible (desde 350 nm hasta 900 nm, de acuerdo con las especificaciones del instrumento).

Resolución No. 467 Fecha: 22 de noviembre de 2021 Página No. 4

"Por medio de la cual se oficializa el patrón nacional de medida de espectrofotometría ultravioleta visible UV-Vis"

- Lámpara de mercurio: se utiliza para calibrar la escala de longitud de onda por método a través de la medición de las líneas de emisión del mercurio (8).
- Monocromador: Este dispositivo es el encargado de seleccionar la longitud de onda específica a la que se va a realizar la medición. El espectrofotómetro Cary 4000 cuenta con doble monocromador Littrow fuera del plano que minimiza el ruido fotométrico y la luz difusa (10)

El sistema está compuesto de las siguientes partes (8; 10):

- Una rendija de entrada, que delimita la cantidad de luz que se va a medir.
- Dos dispositivos de dispersión que como su nombre lo indica realizan la dispersión de la luz para obtener la longitud de onda deseada.
- Una rendija tipo NMPS (high speed non-measurement phase stepping) la cual sólo se mueve cuando no se está realizando la medida de la muestra, asegurando que las mediciones tanto de la muestra como de la referencia se realicen a la misma longitud de onda.
- Porta muestras: Las muestras que van a ser analizadas se ubican en esta parte del espectrofotómetro. Para el caso del Cary 4000, el porta muestras cuenta con dos compartimentos uno para la muestra a analizar y otro para el blanco, ambos con el mismo tamaño y con la misma área, para que la luz incida en cada uno de ellos sea la misma.
- Compartimento del detector: El principio de un detector consiste en convertir una señal de luz en una señal eléctrica. Idealmente, debe suministrar una señal lineal, con bajo ruido y alta sensibilidad y a su vez, amplificarla en varias etapas a lo largo de todo el dispositivo. Por medio de unos espejos, cada haz que sale del compartimento de muestra se dirige a la zona del detector, el cual genera un voltaje proporcional a la cantidad de energía incidente proveniente de cada muestra. El Cary 4000 cuenta con un detector R 928 PMT el cual es un tubo fotomultiplicador que trabaja hasta unos 950 nm (10).

Especificaciones y características técnicas del espectrofotómetro UV-Vis Cary 4000:

Tabla 1. Especificaciones Técnicas del Espectrofotómetro UV-Vis Cary 4000, Agilent Technologies

ESPECIFICACIONES INSTRUMENTALES	
Monocromador	Monocromador doble fuera del plano Littrow
Detector	R928 PMT
Resolución Límite	< 0.048 nm
Luz Extraviada	A 220 nm (10 g/L Nal método ASTM)
	<0.0007 %
	A 370 nm (50 mg/L NaNO ₂) <0.00007 %
Rango de Longitud de Onda	175-900 nm
Exactitud de Longitud de Onda (líneas de la lámpara de Deuterio)	UV/Vis 190-900 nm ± 0.08 nm
	Método de adición de filtros
Linealidad Fotométrica	A 1 UA <0.0007 UA
(465 nm, SAT de 10 s, SBW 2 nm)	A 2 UA <0.0014 UA
	A 3 UA <0.005 UA
Rango fotométrico con RBA	8 UA
Estabilidad fotométrica (UA / hora)	
(2 horas de calentamiento, 500 nm, SAT	<0.00018
1s, SBW 2 nm)	
Ruido fotométrico (UA / RMS)	A 0 UA <0.00009
(190 nm, SAT 1s, SBW 2 nm)	A 1 UA <0.0002
Ruido fotométrico (UA / RMS) (500 nm, SAT 1s, SBW 2 nm)	A 0 UA <0.00003
	A 1 UA <0.00005
	A 2 UA <0.0001
Línea base plana (UA) (SAT 0.1s, SBW 4 nm)	± 0.0012 (200 nm a 850 nm)
Línea base plana (UA)	0.0007 (000 050)
(SAT 0.2s, SBW 2 nm)	± 0.0007 (200 nm a 850 nm)
ESPECIFICACIONES OPERACIONALES	
Ancho de banda espectral (SBW)	0.01 nm a 5.00 nm en intervalos de 0.01 nm
Máxima velocidad de barrido	2000 nm / min
Intervalo de datos	0.005 nm – 1.111 nm

Resolución No. 467 Fecha: 22 de noviembre de 2021 Página No. 5

"Por medio de la cual se oficializa el patrón nacional de medida de espectrofotometría ultravioleta visible UV-Vis"

La conservación y responsabilidad del Patrón Nacional de Medida de Espectrofotometría Ultravioleta Visible, la tiene el Laboratorio de Análisis Espectrofotométrico de la Subdirección de Metrología Química y Biología del Instituto Nacional de Metrología de Colombia – INM".

ARTÍCULO SEGUNDO: VIGENCIA. La presente resolución rige a partir de la fecha de su expedición y deroga las disposiciones que sean contrarias.

Dada en Bogotá, D. C., a los 22 días del mes de noviembre de 2021.

PUBLÍQUESE, COMUNÍQUESE Y CÚMPLASE

CARLOS ANDRÉS QUEVEDO FERNÁNDEZ DIRECTOR GENERAL

Proyectó: Paola Andrea Mariño Rodríguez y Juliana Serna Saiz. Revisó: Luz Myriam Gómez Solano y Paula Andrea Gutiérrez Gutiérrez

REFERENCIAS:

- 1. Centro Español de Metrología. Vocabulario Internacional de Metrología Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados. [074-13-004-1] s.l.: Traducción de la 3ª edición del VIM 2008, JCGM 200:2012, 2012. 3ª Edición.
- 2. High Accuracy Spectrophotometry at the National Physical Laboratory. Clarke, F.J.J. 5, Teddington, UK: Journal of Research of the National Bureau of Standards, 1972, Vol. 76A.
- 3. Wavelengths, Energy Level Classifications, and Energy Levels for the Spectrum of Neutral Mercury. Saloman, E.B. National Institute of Standars and Technology. 4, Gaithersburg: Journal of Physical and Chemical Reference Data, 2006, Vol. 35.
- 4. Argon I Lines Produced in a Hollow Cathode Source, 332 nm to 5865 nm. W. Whaling, W. H. C. Anderson, M. T. Carle, J. W. Brault and H. A. Zarem. 2, s.l.: Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 2002, Vol. 107.
- 5. Agilent Technologies Inc. Automated Double Aperture Accessory. Australia: s.n., 2012. 3.
- 6. **National Bureau of Standards.** Holmium Oxide Solution Wavelength Standard From 240 to 640 nm SRM 2034. Gaithersburg, MD: NBS Special Publication, 1986. 260-102.
- 7. **National Bureau of Standars.** Circular Letter. *Standars for cheking the calibration of spectrophotometers (200 to 1000 nm).* Washington: National Bureau of Standars, 1955-1967. Vol. LC, 1017.
- 8. Tony Owen , Agilent Technologies. Fundamentos de la espectroscopía UV-VIS Moderna, Conceptos Básicos. s.l. : Agilent Technologies, 2000.
- 9. Agilent Technologies, Inc. Agilent Cary 4000/5000/6000i Series. Estados Unidos : s.n., Mayo 2011. 5990-7786EN.
- 10. Agilent Technologies. Agilent Cary 4000/5000/6000i Series UV-VIS-NIR Guaranteed specifications. Estados Unidos: s.n., 2011. 5990-8077EN.