

SUBDIRECCIÓN DE METROLOGÍA QUÍMICA Y BIOMEDICINA

CERTIFICADO DE MATERIAL DE REFERENCIA

CERTIFICADO No.: 002-2020
VERSIÓN DEL CERTIFICADO: 01

FECHA DE CERTIFICACIÓN: 2020/08/03

Página 1 de 4

MATERIAL DE REFERENCIA CERTIFICADO DE CADMIO (Cd) EN POLVO DE CACAO (CONCENTRACIÓN BAJA)

CÓDIGO: INM-016-1

LOTE No.: 191003-1

VALOR CERTIFICADO E INCERTIDUMBRE

PROPIEDAD CERTIFICADA	VALOR	INCERTIDUMBRE EXPANDIDA (U) / k= (1.97)
Fracción másica de Cd en base seca	0.202 mg/kg	0.019 mg/kg

El valor certificado para la fracción másica de Cadmio en base seca (Cd) en polvo de cacao es el promedio de los valores medidos a través de dos métodos analíticos independientes (1). La estimación de la incertidumbre del material INM-016-1 se realizó acorde con la guía de estimación de incertidumbre-GUM (2) y la guía ISO 35 (3). Los principales componentes de incertidumbre vienen asociados a la caracterización del material, estabilidad a largo plazo, estabilidad a corto plazo y la homogeneidad del lote. La combinación de valores se realizó acorde con Levenson (1). La incertidumbre expandida se estimó multiplicando la incertidumbre estándar combinada de medición por el factor de cobertura k, con el cual se logra un nivel de confianza del 95 %, asumiendo una distribución normal.

DESCRIPCIÓN DEL MATERIAL: el material consiste en dos botellas de vidrio ámbar, cada una de las cuales contiene aproximadamente 15 g de polvo de cacao. Estas botellas fueron selladas al vacío en bolsas de polietileno y ambas botellas tienen una protección externa que consiste en un empaque aluminizado Mylar sellado al vacío en atmósfera de argón, que en su interior cuenta con un adsorbente de oxígeno y otro de agua.

USO PREVISTO: este material de referencia certificado puede usarse para la validación de métodos o el aseguramiento de la calidad en la medición de Cadmio (Cd) en cacao o matrices similares empleando las siguientes técnicas analíticas: espectrometría de absorción atómica, espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente, espectrometría de emisión atómica o técnicas similares que requieran de este tipo de muestras como control de calidad.

TRAZABILIDAD METROLÓGICA: el valor certificado de INM-016-1 es trazable a las unidades del Sistema Internacional (SI) a través de SRM 3108 del National Institute of Standards & Technology (NIST) y para el caso de las mediciones gravimétricas realizadas

para su certificación, estas son trazables a través del prototipo de Pt-Ir propiedad del PTB de Alemania cuyo valor nominal es de 1 kg.

PERIODO DE VALIDEZ: el valor certificado del material INM-016-1 Lote 191003-1 es válido dentro de la incertidumbre de medición estimada hasta la fecha **2021-06-20**, siempre y cuando se asegure que el material ha sido manipulado y almacenado de acuerdo con las instrucciones dadas en este certificado (ver instrucciones de transporte, almacenamiento y uso). La certificación se anula si el MRC se daña, contamina o modifica de alguna manera.

Nota: el material es monitoreado periódicamente para asegurar que el o los valores no han sufrido ninguna modificación y en caso de que se detecte algún cambio significativo, el cliente será notificado.

MÉTODO ANALÍTICO: la caracterización del material se realiza mediante los siguientes métodos:

- (a) Espectrometría de absorción atómica con horno de grafito (GFAA).
- (b) Plasma acoplado inductivamente con detector de espectrometría de masas (ICP-MS)

Los extractos fueron obtenidos mediante el uso de digestión húmeda asistida por microondas, la cuantificación se realizó mediante adición patrón gravimétrico, con el uso de materiales de referencia certificados del National Institute of Standards & Technology.

Para todos los métodos analíticos se consideraron todas las fuentes de error sistemático conocidas y el sesgo del método fue controlado a través del uso de ERM-BD 512 dark chocolate de Joint Research Centre (JRC).

MÍNIMA CANTIDAD DE MUESTRA: no pesar cantidades inferiores a 0.3 g del material de referencia. Si se toma una cantidad menor a la señalada, el valor certificado y su incertidumbre dejarán de ser válidos.

INSTRUCCIONES DE TRANSPORTE, ALMACENAMIENTO Y USO:

Almacenamiento: INM-016-1 debe ser almacenado a una temperatura entre 10°C y 35°C, no debe exponerse a la luz del sol y/o fuentes de calor y debe evitarse su almacenamiento en nevera. Una vez abierta la bolsa aluminizada se sugiere mantener el material en un lugar oscuro a temperatura ambiente entre 10°C y 35°C, preferiblemente a 25 °C.

Transporte: INM-016-1 debe ser transportado en su empaque original, evitando la exposición directa a fuentes de luz y calor. Este material se debe mantener a temperaturas inferiores a 40 °C y humedades relativas entre 20 % y 80%.

Uso: el MRC debe ser agitado suavemente durante 60 s, con el propósito de homogenizar el material. Para evitar la contaminación del MRC, NO deben tomarse porciones directamente de la botella, para lo cual se sugiere disponer porciones en recipientes de plástico limpios y secos. Estas porciones nunca deben devolverse a la botella.

Determinación de la humedad: se deben tomar porciones de no menos de 1g del material que deben secarse a 100 °C +/- 2°C durante 2 horas, para realizar la correspondiente

corrección por humedad. Se sugiere que sea una determinación independiente a la medición de cadmio.

Se aclara que el usuario es quien establece el tiempo de vida máximo para los extractos y sus disoluciones intermedias preparadas a partir del mismo.

Nota: el valor de la propiedad y su incertidumbre, solo se garantizan si se usa mínimo la cantidad de MR indicada en el documento.

INFORMACIÓN DE SEGURIDAD Y SALUD: este MRC es polvo obtenido a partir de granos de cacao por lo cual se debe considerar toda la información de seguridad y salud que se encuentra en la hoja de seguridad adjunta a este certificado.

PREPARACIÓN: el material de referencia fue preparado en las Instalaciones del Instituto Nacional de Metrología, a partir de un lote de aproximadamente 10 kg de granos de cacao que se obtuvieron del mercado local en Bogotá D.C y fue descascarado, congelado, molido, desengrasado, secado, tamizado, homogenizado, envasado, irradiado y sometido a un análisis microbiológico.

HOMOGENEIDAD: la evaluación de la homogeneidad de este material se realizó para aproximadamente el 15 % de las unidades del lote 191003-1. Las mediciones se realizaron a través de plasma acoplado inductivamente con detector de espectrometría de masas y los resultados mostraron un grado adecuado de homogeneidad.

SUBCONTRATACIÓN: la irradiación del material fue subcontratada con el Servicio Geológico Colombiano y el análisis microbiológico fue realizado por el laboratorio Angel Bioindustrial.

NOTA LEGAL: este material de referencia fue producido bajo un sistema de gestión de calidad acorde con los requisitos de la Norma ISO 17034:2016.

PARTICIPANTES: la producción del material de referencia fue realizada por Carlos Andrés España, Luis Leonardo Soto, Kevin Villalobos, Yeraldín Aguilar y María Fernanda Beltrán, las mediciones por absorción atómica fueron realizadas por Johanna Abella y Fabián Niño, las mediciones por ICP-MS fueron realizadas por Carlos Andrés España, la digestión de las muestras fue realizada por Miguel Ramos y el análisis de datos fue realizado por Carlos Andrés España, Johana Abella, Diego Ahumada y Henry Torres.

REFERENCIAS:

- (1) LEVENSON, Mark S., et al. An approach to combining results from multiple methods motivated by the ISO GUM. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 2000, vol. 105, no 4, p. 571.
- (2) BIPM, IEC; IFCC, ISO; IUPAC, IUPAP. OIML, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM). International Organization for Standardization, Genève, 1995, p. 11.
- (3) GUIDE, I. S. O. 35 (2017) Reference materials—Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. ISO, Geneva, Switzerland, 2017.

Elaborado

Carlos Andrés España Sánchez
Coordinador del Grupo de
Metrología en Análisis Inorgánico
Químico, MSc.

Aprobado

Diego Alejandro Ahumada Forigua
Subdirector de Metrología Química y
Biomedicina
Químico, MSc.

Histórico de revisión del documento

Versión 01: 2020-08-03 fecha original de certificación.

FIN DEL CERTIFICADO