



Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Estandarización de metodologías para determinación de cadmio

Lic. Mariela Martínez Arroyo

Lic. Ricardo Noguera Peñaranda

Laboratorio de suelos, foliares y aguas- INTA-CR





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Componente 2. Calidad e Inocuidad.





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Agenda componente

1. Estandarización de metodologías para determinación de cadmio

Mariela Martínez –Ricardo Noguera

2. Determinación de mapas y estrategias de reducción de cadmio

Kevin Carrillo-Francisco Arguedas



Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Agenda de la conferencia

- Objetivo
- Metodología
- Análisis Instrumental
- Resultados
- Conclusiones





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Objetivo

Determinar la concentración de cadmio en muestras tomadas como parte del proyecto a través de la técnica de Espectroscopía de Absorción Atómica con Horno de Grafito.





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Metodología

Suelos





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Metodología

Almendra y hoja





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Análisis Instrumental

Patrón certificado 1000 mg/L de Cd (Marca PerkinElmer Pure)



- Disolución intermedia 100 ppb



- Disolución de trabajo 10 ppb



- Curva de 2 ppb, 4 ppb, 6 ppb, 8 ppb y 10 ppb.

Modificadores de matriz de $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$
y $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$
0,015 mg y 0,01 mg respectivamente

Marca Merck





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Análisis Instrumental



Espectrómetro de Absorción Atómica
AAAnalyst 700 con horno de grafito HGA y
automuestreador **AS900**

Marca PerkinElmer





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Análisis de resultados



Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Recuperación

Cuadro 1. Porcentaje de error obtenido para los controles de concentración conocida con respecto al valor nominal

Control	Concentración nominal o teórica (µg/L)	Concentración experimental (µg/L)	Porcentaje de error	Día de análisis
1	7,5	7,4	1,3 %	12-8-2022
2	5,0	5,3	6,0 %	12-8-2022
3	5,0	5,3	6,0 %	9-9-2022

La calibración debe hacerse en cada lectura de muestras debido al proceso de **alineado** de la punta





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Veracidad

Cuadro 2. Resultados del porcentaje de recuperación en matriz empleado un estándar certificado de suelo (Loam soil trace elements ERM®, certified reference material).

Muestra	Concentración obtenida (mg/kg)	Concentración nominal (mg/kg)	Porcentaje de recuperación (%)
ERM-CC141 Rep 1	0,0137	0,35	3,9
ERM-CC141 Rep 2	0,0187	0,35	5,3
ERM-CC141 Rep 3	0,0267	0,35	7,6





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Veracidad

Cuadro 2. Resultados del porcentaje de recuperación en matriz empleado las muestras de la ronda interlaboratorial.

Muestra	Concentración de Cd obtenida (mg/kg)	Concentración de Cd esperada (mg/kg)	Porcentaje de recuperación (%)
B4	0,5075	1,1500	44,1
B5	0,3213	0,8500	37,8
B6	0,1950	0,4100	47,5
B8	0,1361	0,3000	45,4
B11	0,0556	0,1500	37,1





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Posibles Factores Interferentes



Wong Rivera, A. F. (2017). *Determinación de cadmio (Cd) en suelo de cultivo para cacao CCN-51 mediante análisis de espectroscopía de absorción atómica* (Bachelor's thesis, Facultad de Ciencias Naturales. Universidad de Guayaquil).

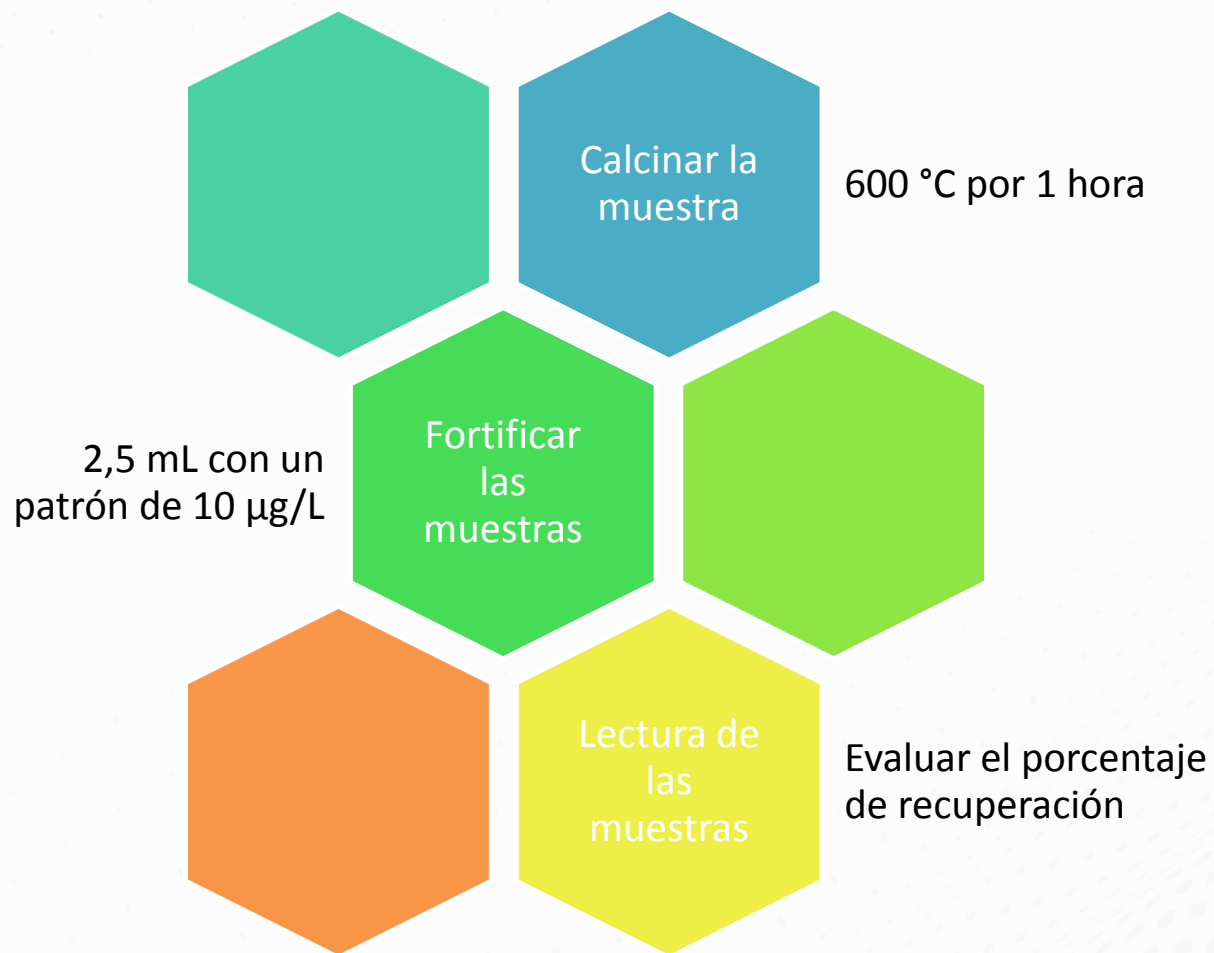




Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Plan de Acción





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Fortificación

Cuadro 3. Porcentaje de recuperación de cadmio obtenido de las muestras fortificadas.

Muestra	Concentración de Cd obtenida (mg/kg)	Concentración de Cd esperada (mg/kg)	Volumen de patrón añadido (mL)	Porcentaje de recuperación (%)
B4	0,5075	0,5553	2,5	91,4
B5	0,3213	0,3899	2,5	82,4
B6	0,1950	0,2198	2,5	95,9
B8	0,1361	0,2033	2,5	66,9
B11	0,0556	0,1540	2,5	36,1





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Análisis estadístico de las diferencias en los métodos de digestión

Cuadro 4. Evaluación estadística de la hipótesis de igualdad de medias de las muestras en estudio sometidas a tratamientos de digestión distintos (Prueba *t* para muestras pareadas).

Muestra	Valor de p obtenido	Nivel de significancia α	Hipótesis nula (igualdad de medias)
B4	0,035	0,05	Se rechaza
B5	0,006	0,05	Se rechaza
B6	0,011	0,05	Se rechaza
B8	0,005	0,05	Se rechaza
B11	0,035	0,05	Se rechaza

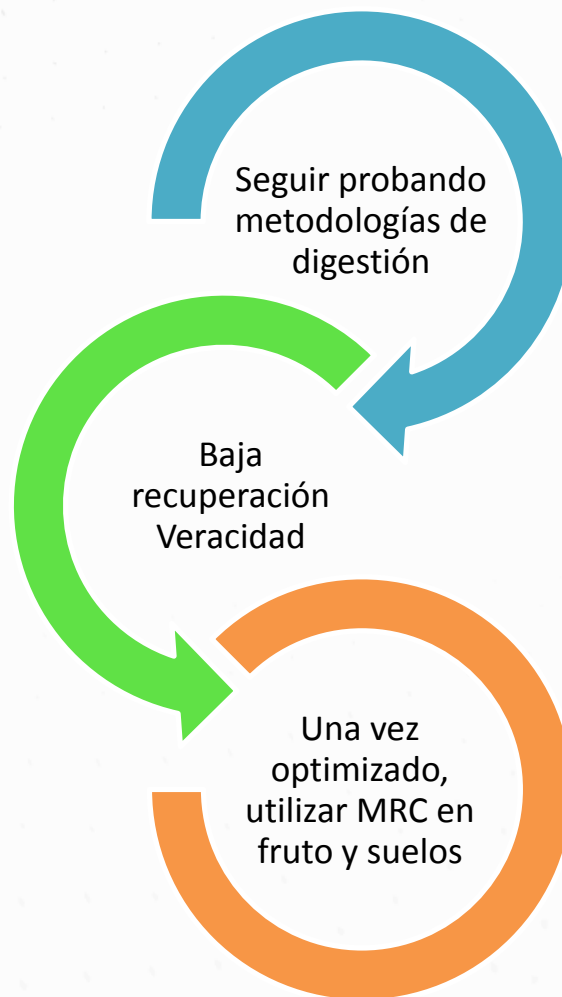




Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Resultados

Conclusiones





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Información de Contacto

mmartinez@inta.go.cr

(506) 8555-6283

Departamento de Laboratorios

Complejo Laboratorial de Ochomogo, Cartago, Costa Rica





Plataforma Multiagencia
Cacao 2030-2050
18 y 19 octubre, 2022

Preguntas y Respuestas