

PROTOCOLO PRELIMINAR

Ensayo de Aptitud para la cuantificación de Cadmio y Plomo en
Cacao
20-INM-EA-14
20-PP-14

Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Subdirección de Metrología Química y Biomedicina

Bogotá D.C.
2020-12-07

Implementado por:

CONTENIDO

	Página.
1. INTRODUCCIÓN	3
2. OBJETIVO DEL ENSAYO DE APTITUD (EA)	4
3. ALCANCE DEL ENSAYO DE APTITUD (EA)	4
3.1. Descripción del Ítem de Ensayo de Aptitud (IEA)	4
4. REQUISITOS DE PARTICIPACIÓN	6
5. ORGANIZACIÓN	7
5.1. Inscripción y confirmación de la inscripción	7
5.2. Cronograma de inscripción del Ensayo de Aptitud	7
5.3. Condiciones de prestación del servicio	7
5.4. Organizador del Ensayo de Aptitud	8
5.5. Descripción general del ensayo de aptitud	8
6. COMPROMISOS DE CONFIDENCIALIDAD	9
7. REFERENCIAS	10

1. INTRODUCCIÓN

El proyecto ColombiaMide “Calidad para la competitividad- Reduciendo las brechas de calidad en Micro, Pequeñas y Medianas Empresas MIPYME” es parte del apoyo complementario implementado entre la Unión Europea y el Ministerio de Comercio Industria y Turismo en Colombia. ColombiaMide está orientado a mejorar las capacidades metrológicas y de calidad de MIPYME de dos cadenas de valor. El proyecto se encuentra en ejecución desde mayo 2019 por el Instituto Alemán de Metrología (Physikalisch-Technische Bundesanstalt – PTB por su nombre en alemán), con el apoyo del Instituto Nacional de Metrología (INM) e ICONTEC como beneficiarios del proyecto.

Las líneas de acción previstas para ejecutar en ColombiaMide son:

1. *Línea de acción 1:* identificación de las necesidades de calidad focalizadas en metrología en dos cadenas de valor en dos regiones priorizadas.
2. *Línea de acción 2:* transferencia de buenas prácticas para los usos de estándares y medición para MIPYME en las regiones priorizadas.
3. *Línea de acción 3:* desarrollo y mejora de las capacidades técnicas de entidades públicas y privadas para la calibración y ensayo que ofrece capacidad instalada en las regiones priorizadas.
4. *Línea de acción 4:* apoyar el desarrollo y fortalecimiento de la capacidad metrológica del INM basados en la priorización de necesidades de las regiones y las cadenas de valor.
5. *Línea de acción 5:* promover el diálogo para lograr la integración de la calidad en las políticas regionales de desarrollo.

Por otro lado, el grano de cacao de exportación enfrenta el desafío de la superación de las barreras técnicas comerciales (1). Es así como los mercados de destino del cacao colombiano han desarrollado distintos marcos regulatorios, lo cual e presenta especialmente en mercados como la Unión Europea, Norteamérica y Asia.

La Unión Europea, por ejemplo, creó el Reglamento (CE) No 1881/2006 del 19 de diciembre de 2006 (2), en el que fijó los niveles máximos de diversos contaminantes en productos alimenticios, entre ellos el Cadmio (Cd) y Plomo (Pb) en carne de bovinos, cerdos, ovinos, aves de corral, carne de pescado, crustáceos, moluscos, cefalópodos, cereales, habas, salvados de trigo y arroz, hortalizas y frutas. Posteriormente, creó el Reglamento (CE) No 488/2014 del 12 de mayo del 2014 (3), que modificó el Reglamento No 1881/2006 para incluir los niveles de Cd en cacao y chocolate con distintos contenidos de materia seca de cacao, cuya entrada en vigencia inició el pasado 1 de enero del 2019.

En este sentido, para que Colombia mantenga y proyecte su competitividad en el mercado internacional del cacao, debe generar herramientas de medición que le permitan controlar los niveles de elementos tóxicos en sus cacaos de exportación. Por lo cual, a través del proyecto ColombiaMide, el Instituto Nacional de Metrología (INM) desarrolló este ensayo de aptitud, el cual hace parte del proceso de fortalecimiento de capacidades técnicas y metrológicas de laboratorios de calibración y ensayo que ofrecen servicios a las cadenas priorizadas en el marco de la línea de acción 3 del proyecto.

Por su parte, el Instituto Nacional de Metrología (INM) tiene como objetivo la coordinación de la metrología científica e industrial y la ejecución de actividades que permitan la innovación y soporten el desarrollo económico, científico y tecnológico del país. Dentro de este marco de actividades y con el fin de atender las necesidades de los laboratorios que prestan el servicio de calibración, organizó con apoyo del proyecto un ensayo de aptitud para la determinación de Cadmio y Plomo en cacao.

Este documento atiende los requisitos establecidos en la norma NTC ISO/IEC 17043:2010 y la NTC ISO 13528:2017.

2. OBJETIVO DEL ENSAYO DE APTITUD (EA)

Evaluar el desempeño de los laboratorios de ensayo participantes en la medición de Cadmio y Plomo en polvo de cacao. Adicionalmente, los participantes podrán identificar posibilidades de mejora en sus actividades de medición.

3. ALCANCE DEL ENSAYO DE APTITUD (EA)

Este ensayo de aptitud fue diseñado para laboratorios que realicen mediciones de contaminantes en muestras de cacao y sus derivados, para los analitos e intervalos de concentración mostrados en la Tabla 1, que se encuentren en el alcance del laboratorio participante.

Tabla 1. Analitos e intervalos de concentración del ensayo de aptitud

Analito	Intervalo de concentración
Plomo (Pb)	1.0 mg/kg – 5.0 mg/kg
Cadmio (Cd)	0.1 mg/kg – 4.0 mg/kg

En este ensayo de aptitud, el grupo de metrología en análisis inorgánico del INM establecerá el valor de referencia. La realización de este ensayo de aptitud está proyectada para máximo 30 participantes.

Para garantizar la comparabilidad entre los resultados reportados por el INM y los resultados reportados por los participantes, se considera de obligatorio cumplimiento el reporte de resultados de los valores de los mensurandos en base seca.

3.1. Descripción del Ítem de Ensayo de Aptitud (IEA)

El IEA a recibir por cada participante consiste en una botella de vidrio ámbar, la cual contiene 10g de polvo de cacao. Esta botella fue sellada al vacío en bolsas de polietileno y almacenada en una bolsa aluminizada. Finalmente, la bolsa aluminizada fue sellada al vacío en atmósfera de Argón, tal y como se observa en la Figura 1.



Figura 1. Apariencia del IEA

Preparación del material: el proceso de producción del ítem de ensayo se describe a continuación:

1. **Descascarado:** se retiró cuidadosamente la cáscara de manera manual, preservando la integridad del grano.
2. **Congelamiento:** los granos crudos fueron almacenados $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 48 horas.
3. **Primera molienda:** el lote almacenado fue molido en diferentes porciones.
4. **Desengrasado:** los granos molidos fueron agrupados en porciones de 100 g. A cada porción, se adicionó 200 g de bencina de petróleo. La mezcla fue agitada durante 30 segundos y, posteriormente, centrifugada durante 15 minutos a 3000 rpm a temperatura ambiente.
5. **Secado:** el residuo sólido obtenido de la etapa anterior fue secado a $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas
6. **Segunda molienda:** el material seco fue molido en porciones de 10 g durante 60 segundos.
7. **Tamizado:** se tomaron porciones de 25 g del material molido, las cuales fueron tamizadas usando un kit de tamices de $1000\text{ }\mu\text{m}$, $750\text{ }\mu\text{m}$, $510\text{ }\mu\text{m}$, $315\text{ }\mu\text{m}$ y $100\text{ }\mu\text{m}$. Se recogieron las porciones entre $100\text{ }\mu\text{m}$ y $315\text{ }\mu\text{m}$
8. **Homogenización:** el polvo de cacao tamizado en la etapa anterior fue recibido en un recipiente de homogenización que fue agitado a 300 rpm durante 1 hora.
9. **Envasado:** porciones de 10 g de polvo de cacao fueron envasadas en botellas ámbar de 60 g de capacidad. Cada botella fue sellada con bolsa al vacío y empacada en bolsa aluminizada.

10. Análisis microbiológico: se tomó una porción de 100 g del lote durante el proceso de envasado y sobre esta se realizó el recuento de los siguientes microorganismos: i) total de aerobios mesófilos, ii) coliformes totales, iii) *Escherichia Coli*, iv) mohos, v) levaduras y vi) detección de *Salmonella* sp.

La homogeneidad y la estabilidad del IEA son evaluadas acorde con las recomendaciones de la norma NTC-ISO/IEC 17043 (numerales 4.4.3.1 y 4.4.3.4) y la guía ISO 35, con lo cual se estiman los aportes a la incertidumbre por estos componentes.

4. REQUISITOS DE PARTICIPACIÓN

Los laboratorios participantes deben:

- a) Contar con un sistema de medición para la determinación cadmio o plomo en cacao.
- b) Contar con procedimientos de medición para la determinación de cadmio o plomo en cacao y, con personal capacitado en la aplicación de los mismos.
- c) Cumplir con las disposiciones establecidas en este documento.

Para la participación en este ensayo de aptitud, el responsable o encargado de laboratorio interesado, debe leer cuidadosamente este protocolo y, si está de acuerdo con todas las condiciones establecidas, debe realizar la inscripción a través de servicios en línea <http://servicios.inm.gov.co/portal/>. Si no está registrado como usuario deberá hacer el correspondiente registro. Una vez esté registrado debe ingresar como usuario y radicar su solicitud.

Para que su solicitud sea estudiada, debe enviar la siguiente documentación:

- a) Compromiso de confidencialidad (Enlace página web: <http://www.inm.gov.co/compromiso-de-confidencialidad-9/>)
- b) Carta de aceptación de condiciones (Enlace página web: <http://www.inm.gov.co/carta-de-aceptacion-de-condiciones-5/>)
- c) Formulario de inscripción (Enlace página web: <http://www.inm.gov.co/formulario-de-inscripcion-6/>)
- d) Copia del Registro Único Tributario (RUT)
- e) Indicar cuáles de los analitos listados en la Tabla 1 están en capacidad de medir
- f) Descripción del sistema de medición (determinación de humedad, procedimiento de digestión, instrumentos y procedimientos de medición y materiales de referencia que se empleen).
- g) Enviar copia del procedimiento usado por el laboratorio para la medición y estimación de incertidumbre (requisito no obligatorio)
- h) Enviar la hoja de cálculo elaborada en Excel en la que se determina las estimaciones del valor central del mensurando con su respectiva incertidumbre de medición.

El participante debe tener en cuenta que la documentación solicitada servirá como soporte para la revisión, las observaciones y las conclusiones finales por parte de los expertos técnicos y no condiciona la participación de los laboratorios en el ensayo de aptitud. Cabe resaltar que todo documento que sea entregado al INM será tratado con absoluta confidencialidad (ver numeral 6).

Nota: con el objetivo de que el INM pueda realizar recomendaciones en el presupuesto de incertidumbre aplicado por su laboratorio, se establece de forma **opcional** la entrega de la información solicitada.

5. ORGANIZACIÓN

5.1. Inscripción y confirmación de la inscripción

Para la participación en este Ensayo de Aptitud, los interesados deben leer cuidadosamente este protocolo. Si están en capacidad de participar, deben realizar el proceso de solicitud de inscripción en el portal <http://servicios.inm.gov.co/portal/>. Una vez sea evaluada la documentación, se enviará una comunicación confirmando su inscripción.

Este Ensayo de Aptitud cuenta con apoyo financiero del proyecto ColombiaMide. El proyecto es una apuesta generada entre la Delegación de la Unión Europea en Colombia y el Ministerio de Comercio, Industria y Turismo, ejecutado por el Instituto Alemán de Metrología (PTB, por sus siglas en alemán).

En este sentido, la participación de los laboratorios de ensayo interesados en el presente ensayo, no tendrá costo alguno. Igualmente, el proyecto apoyará los servicios de envío del ítem de ensayo a los laboratorios participantes.

5.2. Cronograma de inscripción del Ensayo de Aptitud

En la Tabla 2, se publica el cronograma para la inscripción en el Ensayo de Aptitud:

Tabla 2. Cronograma para la inscripción del Ensayo de Aptitud

No.	Actividad	Fecha
1	Fecha de publicación del protocolo	2020-12-07
2	Cierre inscripción interesados	2020-12-31
3	Fecha límite para confirmación participantes	2021-01-14
4	Fechas de ejecución de mediciones de los participantes	2021-02-12 a 2021-03-03
5	Fecha envío de informe final	2021-04-26

Nota: las fechas de la tabla 2 serán confirmadas en el protocolo final.

5.3. Condiciones de prestación del servicio

Los laboratorios interesados en participar en el Ensayo de Aptitud deben enviar la documentación solicitada, antes de la fecha establecida como “Cierre de inscripción interesados”. Una vez sea evaluada la documentación, los cupos del EA se asignarán, teniendo en cuenta la Capacidad de Medición, el laboratorio, la influencia regional y la estabilidad de medios de medición. Hay un cupo máximo de participación para 30 laboratorios y un mínimo de 10. La asignación del cupo se informará mediante comunicación escrita.

En caso de tener inquietudes relacionadas con la prestación del servicio, pueden comunicarse vía correo electrónico contacto@inm.gov.co o al celular (+57) 318 813 4901.

5.4. Organizador del Ensayo de Aptitud

Instituto Nacional de Metrología – Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos
Avenida Carrera 50 No. 26-55, Int 2, CAN, Bogotá D.C.
Correo electrónico: contacto@inm.gov.co, Celular: (+57) 318 813 4901.

Grupo técnico responsable:

Nombre	Cargo	Responsabilidad
Erika Bibiana Pedraza	Subdirectora de Innovación y Servicios Tecnológicos	Coordinadora gestión administrativa del Ensayo de Aptitud
Diego Alejandro Ahumada Forigua	Subdirector de Metrología Química y Biomedicina	Apoyo en la coordinación en el área técnica del Ensayo de Aptitud
Carlos Andrés España Sánchez	Profesional especializado	Experto técnico
Antonio García Tarquino	Profesional especializado	Apoyo en gestión
Katherin Holguín Agudelo	Coordinadora del Grupo de Gestión de Ensayos de Aptitud y Red Colombiana de Metrología	Coordinadora gestión técnica del Ensayo de Aptitud
Gustavo Gómez Escobar	Contratista SIST	Experto estadístico
Luis Felipe Santos Becerra	Contratista SIST	Experto estadístico
Rosa Isela Posada Viloría	Contratista SIST	Apoyo administrativo

5.5. Descripción general del ensayo de aptitud

Cada participante llevará a cabo la determinación de los elementos descritos en el numeral 3, en el intervalo seleccionado. Las mediciones se realizarán según el cronograma establecido en el protocolo final que será publicado posteriormente y el laboratorio deberá enviar los resultados al correo contacto@inm.gov.co en la fecha establecida.

El laboratorio participante tendrá un periodo de veinte (20) días calendario para realizar la medición. El esquema de circulación para realizar este Ensayo de aptitud será de forma simultánea. El INM se encargará de enviar el ítem del ensayo de aptitud (IEA), el cual deberá almacenarse bajo condiciones de temperatura entre 10 °C y 38 °C hasta su uso.

5.5.1. Evaluación de los resultados

Para este ensayo de aptitud se establece que el criterio de evaluación será el puntaje z descrito en el numeral 9.4 de la norma NTC ISO 13528:2017. La estimación de la desviación estándar del ensayo de aptitud (σ_{pt}) se realizará de acuerdo a las recomendaciones de la norma NTC ISO 13528:2017 en los numerales 8 y el anexo C.

$$z_i = \frac{X_i - X_{pt}}{\sigma_{pt}} \quad (5-1)$$

Donde:

- x_i Valor de medición reportado por el participante i .
- x_{pt} Es el valor asignado obtenido por el laboratorio de referencia
- σ_{pt} Desviación estándar del ensayo de aptitud

Con base en el indicador de desempeño del puntaje z dado en la Ecuación (5-1), y de acuerdo con la norma NTC ISO 13528:2017 se tiene que el criterio de evaluación será el siguiente:

- Si $|z_i| \leq 2.0$ el resultado se considera “**aceptable**” / **Desempeño Satisfactorio**
- Si $2.0 < |z_i| < 3.0$ el resultado se considera “**cuestionable**”.
- Si $|z_i| \geq 3.0$ el resultado se considera “**inaceptable**” / **Desempeño No satisfactorio**

La fecha de entrega del informe preliminar y del informe final del Ensayo de aptitud, se fijará una vez se tenga el cronograma definitivo, parte del cual será suministrado en el Protocolo Final después de establecidos los participantes en el ensayo de aptitud. Se les recuerda a los participantes que la medición del IEA, debe desarrollarse de la misma manera como se realiza la medición de las muestras en rutina.

En relación con el transporte de los ítems, el INM será responsable del envío de los IEA. El proceso será comunicado a los participantes, en el protocolo final. Los gastos del transporte serán financiados por el proyecto ColombiaMide.

Se les recuerda a los participantes que deben realizar la medición del ítem de ensayo de la misma manera como realizan las mediciones de las muestras en rutina.

6. COMPROMISOS DE CONFIDENCIALIDAD

Los resultados entregados por los participantes serán recibidos en la Subdirección de Innovación y Servicios Tecnológicos (SIST) del INM. Con el fin de mantener la confidencialidad, se asignará un código numérico a cada participante, en el momento de oficializar la inscripción al ensayo de aptitud, no asociado a dicho participante e, inicialmente, sólo conocido por éste y por el organizador del presente ensayo de aptitud. La comunicación entre laboratorios participantes en el ensayo de aptitud sobre temas concernientes a dicho ensayo estará prohibida hasta después de transcurrido el plazo de envío de resultados al organizador del ensayo de aptitud.

Adicionalmente, en cumplimiento con el numeral 8.5 de la Circular Externa CEA-3.0-04 “Política para la participación en Ensayos de Aptitud (EA) en laboratorios”, emitida por el Organismo

Nacional de Acreditación – ONAC en febrero de 2019, el Instituto Nacional de Metrología informará a dicho organismo la participación de los laboratorios y el código asignado a cada laboratorio en este ensayo de aptitud.

7. REFERENCIAS

- (1) **Codex Alimentarius Commission.** Request for Comments at Step 3 on Proposed Draft Maximum Levels for Cadmium in Chocolate and Cocoa-Derived Products. 2017
- (2) **REGLAMENTO (CE) No 1881/2006 DE LA COMISIÓN** de 19 de Diciembre de 2006 Por El Que Se Fija El Contenido Máximo de Determinados Contaminantes En Los Productos Alimenticios. Diario oficial de la Unión Europea. 2006
- (3) **Reglamento (UE) No 488/2014**, Que Modifica El Reglamento (CE) No 1881/2006 Por Lo Que Respecta Al Contenido Máximo de Cadmio En Los Productos Alimenticios. Diario oficial de la Unión Europea. 2014
- (4) **ISO/IEC 2451 Cocoa beans-Specification**, second edition, 2014
- (5) **ISO GUIDE 35:2017. Reference materials** — Guidance for characterization and assessment of homogeneity and stability. International Organization for Standardization (ISO)
- (6) **ISO 17034:2016. General requirements for the competence of reference material producers.** International Organization for Standardization (ISO)
- (7) **NTC-ISO/IEC 17043:2010**, Evaluación de la conformidad. Requisitos generales para los Ensayos de Aptitud, Bogotá, D.C.: Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)
- (8) **NTC-ISO 13528:2017**, Métodos estadísticos para utilizar en ensayos de aptitud mediante comparaciones interlaboratorios, Bogotá: Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC)



ERIKA BIBIANA PEDRAZA GUEVARA
Subdirector de Innovación y Servicios Tecnológicos (E)



DIEGO ALEJANDRO AHUMADA FORIGUA
Subdirector de Metrología Química y Biomedicina

Elaboró: Carlos Andrés España
Gustavo Gómez Escobar
Revisó en el INM: Katherin Holguín Agudelo
Revisión Proyecto PTB: Manuela Behrendt,
Coordinadora líder
Laura López Fonseca,
Coordinadora nacional