

Validación de método para cadmio en suelos por absorción atómica

Validation of soil cadmium method by atomic absorption

Carlos Guillermo Ayala Moreno

Columbus University, Panamá.

carlosayalamoreno29@gmail.com, <https://orcid.org/0009-0009-0223-4592>**Recibido: 28/02/2026 - Aceptado: 12/08/2026****DOI: <https://doi.org/10.48204/j.guacamaya.v11n1.a11546>****Resumen**

La contaminación por cadmio en suelos representa un riesgo para la salud humana y el ambiente por su toxicidad, persistencia y capacidad de bioacumulación. En este estudio se validó una metodología analítica para la determinación de cadmio en suelos mediante espectroscopía de absorción atómica de llama con fuente continua de xenón, alineada a los lineamientos del método EPA 3050A y a los criterios de desempeño establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017. Se evaluaron selectividad, linealidad, sensibilidad, límites de detección y cuantificación, precisión, exactitud y robustez. El método mostró linealidad excelente ($R^2 = 0.9999$) en el intervalo de trabajo definido, un LOD de 0.00095 mg/L y recuperaciones entre 94 % y 102 %, con variabilidad inferior a la esperada por el criterio de Horwitz. En conjunto, los resultados evidencian que el procedimiento es apto para el análisis rutinario de cadmio.

Palabras clave: Cadmio, suelo contaminado, espectrometría de absorción atómica, validación de datos, límite de detección.

Abstract

Cadmium contamination in soils poses risks to human health and the environment due to its toxicity, persistence and bioaccumulation. This study validated an analytical methodology for cadmium determination in soils using continuous-source flame atomic absorption spectroscopy, aligned with EPA 3050A guidelines and ISO/IEC 17025:2017 performance requirements. Selectivity, linearity, sensitivity, detection and quantification limits, precision, accuracy and robustness were assessed. The method showed excellent linearity ($R^2 = 0.9999$), a LOD of 0.00095 mg/L and recoveries between 94% and 102%, with variability below the Horwitz expected limits. Overall, the results support the method's

suitability for routine cadmium analysis in soils within the IDIAP Soil Laboratory quality assurance framework.

Keywords: Cadmium, contaminated soils, atomic absorption spectrometry, data validation, limit of detection.

Introducción

Los metales potencialmente tóxicos presentes en los suelos constituyen una preocupación ambiental debido a su persistencia, movilidad y posibilidad de incorporarse a los sistemas biológicos y a la cadena alimentaria. El cadmio (Cd) se encuentra entre los elementos de mayor interés debido a su toxicidad y a su capacidad de movilización y acumulación en sistemas suelo-planta. La contaminación de los suelos puede estar asociada con actividades industriales, minería, manejo inadecuado de residuos y determinadas prácticas agrícolas, por lo que su vigilancia constituye un componente relevante de la evaluación de la calidad del suelo (FAO & UNEP, 2021; Li et al., 2021).

La presencia y disponibilidad del Cd en los suelos depende de características como el pH, la materia orgánica, la capacidad de intercambio catiónico y otras propiedades fisicoquímicas de la matriz. Estas condiciones pueden modificar su movilidad y disponibilidad para las plantas, por lo que la determinación analítica constituye una herramienta necesaria para el seguimiento de su presencia en sistemas agrícolas y ambientales (Li et al., 2021; Zhao et al., 2023).

Diversos estudios recientes han señalado la importancia de disponer de procedimientos analíticos confiables para la determinación de Cd en suelos y matrices relacionadas. La determinación instrumental puede realizarse mediante diferentes técnicas espectroscópicas, entre ellas la espectroscopía de absorción atómica, cuya aplicación continúa siendo relevante para la determinación de elementos traza debido a su capacidad analítica y disponibilidad en laboratorios de control ambiental (Büyükpınar et al., 2021; Chen et al., 2023).

La validación de un método analítico tiene como propósito demostrar, mediante evidencia experimental, que el procedimiento es adecuado para el uso previsto. Entre las características de desempeño que pueden evaluarse se encuentran la selectividad, el intervalo de trabajo, la respuesta o linealidad, la precisión, la exactitud y los límites de detección y cuantificación. La guía ICH Q2(R2), actualmente vigente, establece un marco actualizado para la evaluación de procedimientos analíticos y contempla, entre otras características, especificidad/selectividad, respuesta, intervalo, exactitud, precisión y límites inferiores del intervalo de trabajo (ICH, 2023).

Para el contexto específico de la validación de métodos de ensayo, la tercera edición de la guía Eurachem, publicada en 2025, proporciona orientación actualizada sobre la planificación y evaluación de estudios de validación, características de desempeño y demostración de la aptitud para el propósito. Esta actualización incorpora cambios producidos en terminología, prácticas de laboratorio y documentos de referencia, por lo que constituye una referencia metodológica reciente para estudios de validación (Cantwell, 2025).

Asimismo, la norma ISO/IEC 17025:2017 constituye un marco internacional para demostrar la competencia de los laboratorios de ensayo y la generación de resultados técnicamente válidos. La norma continúa siendo la versión vigente y fue confirmada por ISO en 2023 (ISO, 2017).

Por ello, este trabajo tuvo como objetivo validar una metodología para la determinación de cadmio en suelos por AAS de llama con fuente continua de xenón, aportando evidencia metrológica para su uso rutinario en el Laboratorio de Suelos del IDIAP.

Metodología

La validación se desarrolló bajo un enfoque cuantitativo mediante la evaluación experimental de diferentes características de desempeño analítico. Se consideraron criterios de validación descritos en la literatura especializada y en documentos técnicos de referencia, particularmente Eurachem (Cantwell, 2025), ICH Q2(R2) (ICH, 2023) e ISO/IEC 17025:2017 (ISO, 2017).

La selección de las características evaluadas respondió al propósito de demostrar el desempeño del procedimiento bajo las condiciones de trabajo establecidas. Se analizaron selectividad, linealidad, sensibilidad, límites de detección y cuantificación, precisión, exactitud y robustez.

Las muestras de suelo fueron secadas, homogeneizadas y tamizadas antes del tratamiento analítico. La extracción del cadmio se realizó mediante digestión ácida con calentamiento asistido por microondas, de acuerdo con el procedimiento empleado en el laboratorio para la preparación de matrices sólidas.

La preparación de muestras constituye una etapa crítica en la determinación de metales en suelos, debido a que la eficiencia de la digestión y la composición de la matriz pueden afectar la recuperación del analito. Los métodos EPA de digestión de matrices sólidas constituyen referencias técnicas ampliamente utilizadas para la preparación de muestras destinadas al análisis de metales (U.S. EPA, 1996).

La determinación se efectuó mediante espectroscopía de absorción atómica de llama con fuente continua de xenón, empleando una longitud de onda de 228.8 nm para la determinación de Cd.

La cuantificación se realizó mediante calibración externa en un intervalo de trabajo de 0.005 a 1.0 mg/L.

La elección de la absorción atómica se encuentra respaldada por su aplicación en la determinación de Cd y otros elementos traza. Estudios recientes han demostrado la utilización de sistemas de absorción atómica para la determinación de Cd y la evaluación de parámetros como límite de detección, límite de cuantificación y recuperación (Büyükpınar et al., 2021; Chen et al., 2023).

Las características evaluadas fueron:

- Selectividad: se evaluó mediante la comparación de la respuesta de Cd en presencia de elementos potencialmente interferentes de la matriz, específicamente Fe, Zn, Cu y Pb.

- Linealidad: se determinó mediante la respuesta instrumental en el intervalo de 0.005 a 1.0 mg/L y el coeficiente de determinación (R^2), considerando además la ausencia de tendencias relevantes en los residuales.
- Sensibilidad: se evaluó mediante los límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ), calculados a partir de la respuesta del blanco.
- Precisión: se evaluó mediante el coeficiente de variación (%CV) en los niveles de concentración establecidos. Los resultados se compararon con los valores estimados mediante el criterio de Horwitz.
- Exactitud: se evaluó mediante ensayos de recuperación a diferentes niveles de concentración.
- Robustez: se examinó mediante pequeñas variaciones en las condiciones operativas, observando la estabilidad del desempeño analítico.

La selección de estas características se fundamenta principalmente en Eurachem (Cantwell, 2025) e ICH Q2(R2) (ICH, 2023). La utilización del criterio de Horwitz se mantiene como referencia específica para la evaluación comparativa de la precisión, debido a su carácter histórico y metodológico en estudios de desempeño analítico (Horwitz et al., 1980).

Resultados

Los resultados obtenidos mediante el proceso de validación se analizaron en función de las características de desempeño establecidas para determinar la aptitud del método para la cuantificación del cadmio (Cd) en muestras de suelo. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 1.

Tabla 1.

Prueba de selectividad (Cd 0.25 mg/L en presencia de interferentes)

Muestra	Absorbancia	Concentración (mg/L)
Blanco	0.003	0.000
Cd 0.25 mg/L	0.254	0.250
Cd + Fe	0.250	0.240
Cd + Zn	0.257	0.250
Cd + Cu	0.252	0.250
Cd + Pb	0.259	0.260

La señal correspondiente al Cd se mantuvo relativamente estable ante la presencia de Fe, Zn, Cu y Pb en el nivel evaluado. Las concentraciones calculadas oscilaron entre 0.240 y 0.260 mg/L respecto al valor nominal de 0.250 mg/L.

Estos resultados sugieren que, bajo las condiciones instrumentales evaluadas, la presencia de los interferentes estudiados no produjo una alteración relevante de la respuesta del Cd en el nivel de concentración analizado.

La evaluación de la selectividad constituye una característica importante de la validación porque permite determinar si la respuesta instrumental puede atribuirse al analito de interés

en presencia de otros componentes de la muestra. ICH Q2(R2) incorpora específicamente la evaluación de especificidad/selectividad dentro de las características de validación de procedimientos analíticos (ICH, 2023).

En estudios de Cd en matrices ambientales, la composición de la matriz puede influir en la respuesta instrumental, por lo que la comprobación experimental de posibles interferencias constituye un elemento relevante para demostrar la aptitud del procedimiento.

Como se observa en la Tabla 2, la curva de calibración presentó un coeficiente de determinación de 0.9999 en el intervalo de 0.005 a 1.0 mg/L. Este resultado evidencia una relación altamente consistente entre la concentración del analito y la respuesta instrumental dentro del intervalo evaluado.

Tabla 2.

Parámetros de la curva de calibración

Parámetro	Valor
Rango de trabajo (mg/L)	0.005 – 1.0
Coeficiente de determinación (R^2)	0.9999

No obstante, el coeficiente de determinación por sí solo no constituye evidencia suficiente para caracterizar completamente la respuesta analítica. La evaluación de la función de calibración debe considerar el comportamiento de la respuesta en el intervalo de trabajo y, cuando corresponda, el análisis de residuales y de los límites inferiores del intervalo (Cantwell, 2025; ICH, 2023). La guía Eurachem 2025 incorpora precisamente orientaciones actualizadas para la evaluación de la función de calibración.

Por tanto, el valor obtenido de $R^2 = 0.9999$ debe interpretarse como evidencia favorable de la respuesta observada en el intervalo estudiado, sin considerarlo de manera aislada como único criterio de validación.

En la Tabla 3 se aprecia que el límite de detección obtenido fue de 0.00095 mg/L, mientras que el límite de cuantificación fue de 0.00316 mg/L.

Tabla 3.

Sensibilidad del método

Parámetro	Valor (mg/L)
Límite de detección (LOD)	0.00095
Límite de cuantificación (LOQ)	0.00316

Estos valores indican que, bajo las condiciones experimentales empleadas, el procedimiento presenta capacidad para detectar y cuantificar Cd a concentraciones inferiores al límite de trabajo de 0.005 mg/L. La evaluación de los límites inferiores del intervalo constituye un componente reconocido dentro de los procedimientos de validación analítica (ICH, 2023; Cantwell, 2025).

Büyükpınar et al. (2021) reportaron la evaluación de LOD y LOQ para un procedimiento basado en absorción atómica de llama con técnicas de generación y preconcentración de Cd para optimizar la sensibilidad instrumental para la determinación de Cd a niveles traza

La precisión del método se evaluó en tres niveles de concentración de cadmio dentro del intervalo de trabajo establecido: 0.005, 0.05 y 1.0 mg/L. Para cada nivel se determinó el coeficiente de variación porcentual (%CV) como medida de la dispersión de los resultados obtenidos. Los valores experimentales fueron comparados con los coeficientes de variación estimados mediante el criterio de Horwitz, utilizado como referencia para valorar si la variabilidad observada resulta aceptable en función de la concentración del analito. Los resultados de esta comparación se presentan en la Tabla 4.

Tabla 4.

Precisión del método (comparación con el criterio de Horwitz)

Nivel (mg/L)	%CV	%CV Horwitz
0.005	2.00	4.44
0.05	2.13	3.17
1.0	0.21	2.00

Los %CV obtenidos fueron inferiores a los esperados por el criterio de Horwitz, lo que indica precisión satisfactoria del método en los niveles evaluados (Cantwell, 2025; Horwitz et al., 1980). De acuerdo con ISO/IEC 17025, la demostración de precisión es esencial para respaldar la validez técnica del ensayo en rutina (ISO, 2017).

La exactitud del método se evaluó mediante ensayos de recuperación de cadmio en tres niveles de concentración: 0.005, 0.05 y 1.0 mg/L. La recuperación porcentual permitió estimar la concordancia entre la cantidad de analito incorporada y la cantidad determinada mediante el procedimiento analítico, proporcionando una medida del posible sesgo asociado al método bajo las condiciones experimentales estudiadas. En la Tabla 5 se presentan los porcentajes de recuperación obtenidos para cada nivel de concentración.

Tabla 5.

Exactitud del método (ensayos de recuperación)

Nivel (mg/L)	Recuperación (%)
0.005	94.1 – 102.0
0.05	99.0 – 100.6
1.0	99.5 – 100.3

Las recuperaciones obtenidas estuvieron comprendidas entre 94.1 % y 102.0 %. En el nivel de 0.005 mg/L se obtuvo el intervalo más amplio de recuperación, mientras que los niveles de 0.05 y 1.0 mg/L mostraron intervalos más estrechos.

Los resultados proporcionan evidencia favorable de recuperación del analito bajo las condiciones evaluadas. La exactitud debe interpretarse juntamente con la precisión y con el intervalo de concentración para el cual se pretende utilizar el procedimiento (Cantwell, 2025; ICH, 2023).

Trabajos recientes han documentado la determinación de Cd mediante absorción atómica y la utilización de materiales y muestras de referencia para evaluar la exactitud de los procedimientos (Büyükpınar et al., 2021; Chen et al., 2023).

Conclusiones

La metodología desarrollada para la determinación de Cd en suelos mediante espectroscopía de absorción atómica de llama con fuente continua de xenón presentó un desempeño analítico favorable bajo las condiciones experimentales evaluadas.

La metodología mostró selectividad frente a los interferentes evaluados, una respuesta lineal en el intervalo de 0.005 a 1.0 mg/L y un coeficiente de determinación de 0.9999.

El límite de detección fue de 0.00095 mg/L y el límite de cuantificación de 0.00316 mg/L, lo que evidencia capacidad para detectar y cuantificar Cd a concentraciones inferiores al límite inferior del intervalo de trabajo establecido.

Los coeficientes de variación obtenidos fueron inferiores a los valores calculados mediante el criterio de Horwitz en los tres niveles evaluados, proporcionando evidencia favorable de precisión.

Las recuperaciones estuvieron comprendidas entre 94.1 % y 102.0 %, lo que proporciona evidencia de una adecuada recuperación del analito en las condiciones experimentales utilizadas.

La evaluación de robustez mostró estabilidad del procedimiento ante las variaciones operativas consideradas. En conjunto, los resultados proporcionan evidencia de que el procedimiento presenta características de desempeño compatibles con su utilización para la determinación rutinaria de Cd en suelos dentro de las condiciones estudiadas.

Referencias

- Büyükpınar, Ç., Bodur, S., Yazıcı, E., Tekin, Z., San, N., Komesli, O. T., & Bakırdere, S. (2021). An accurate analytical method for the determination of cadmium: Ultraviolet based photochemical vapor generation-slotted quartz tube-based atom trap-flame atomic absorption spectrophotometry. *Measurement*, 176, 109192. <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2021.109192>
- Cantwell, H. (Ed.). (2025). *The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics* (3rd ed.). Eurachem.

- Chen, K., Mou, P., Zhu, A., Chen, P., Gao, G., Wang, X., Feng, X. & Yu, C.M. (2023). A comparative study of different methods for the determination of cadmium in various tissues of ramie (*Boehmeria nivea* L.). *Environmental Monitoring and Assessment*, 195, 1009. <https://doi.org/10.1007/s10661-023-11601-2>
- Environmental Protection Agency. (1996). Method 3050B: Acid digestion of sediments, sludges, and soils. U.S. EPA.
- FAO & UNEP. (2021). Global assessment of soil pollution: Report. Food and Agriculture Organization of the United Nations and United Nations Environment Programme.
- Horwitz, W., Kamps, L. R., & Boyer, K. W. (1980). Quality assurance in the analysis of foods and trace constituents. *Journal of the Association of Official Analytical Chemists*, 63(6), <https://doi.org/10.1093/jaoac/63.6.1344>
- International Council for Harmonisation of Technical Requirements for Pharmaceuticals for Human Use. (2023). ICH harmonised guideline: Validation of analytical procedures Q2(R2). [https://database.ich.org/sites/default/files/ICH_Q2\(R2\)_Guideline_2023_1130.pdf](https://database.ich.org/sites/default/files/ICH_Q2(R2)_Guideline_2023_1130.pdf)
- International Organization for Standardization. (2017). ISO/IEC 17025:2017: General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. ISO. <https://www.iso.org/standard/66912.html>
- Li, Z., Liang, Y., Hu, H., Shaheen, S. M., Zhong, H., Tack, F. M. G., Wu, M., Li, Y.-F., Gao, Y., Rinklebe, J., & Zhao, J. (2021). Speciation, transportation, and pathways of cadmium in soil-rice systems: A review on the environmental implications and remediation approaches for food safety. *Journal of Hazardous Materials*, 405, 124166.
- Zhao, H.-L., Cai, L.-L., & Wu, G. (2023). On polarization resolved laser induced breakdown spectroscopy combined with support-vector regression to improve the accuracy of soil heavy-metal (Cd) detection. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 51(2), 100176. <https://doi.org/10.1016/j.cjac.2022.100176>
- Zheng, S. et al. (2023). Derivation and validation of soil cadmium thresholds for the safe farmland production of vegetables in high geological background area. *Science of the Total Environment*, 873, 162171. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2023.162171>