UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS

MODALIDAD SISTEMATIZACION

TEMA:

VALIDACION DEL PROCESO DE ANALISIS DE ALIMENTOS EN LOMOS DE ATUN PRECOCIDO PARA OPTIMIZAR LOS REQUISITOSFISICO ï QUIMICOSY MEJORAR LA ENTREGA DE RESULTADOS.

TRABAJO DE TITULACIÓN PRESENTADO COMO REQUISITO PREVIO PARA OPTAR AL GRADO DE QUÍMICO Y FARMACÉUTICO

AUTOR:

MEDINA MATA PEDRO DAVID

TUTOR:

Q.F. LANDIVAR MOREIRA JOSE ARTURO

GUAYAQUIL ï ECUADOR

2014

CERTIFICADO DEL TRIBUNAL

Acta de registro de la Sustentación Final

El tribunal de sustentación previo a la obtención del Título del Sr. PEDRO DAVID MEDINA MATA después de ser examinado en su presentación, memoria científica y de defensa oral, da por aprobado el Trabajo de Titulación.

CERTIFICADO DEL TUTOR

En calidad de tutor /a del trabajo de titulación, Certifico: que he asesorado, guiado y revisado el trabajo de titulación en la modalidad de **SISTEMATIZACIÓN**, cuyo título esñ**VALIDACION DEL PROCESO DE ANALISIS DE ALIMENTOS EN LOMOS DE ATUN PRECOCIDO PARA OPTIMIZAR LOS REQUISITOS FÍSICO - QUIMICOS Y MEJORAR LA ENTREGA DE RESULTADOS.ò**, presentado por el (sr)**PEDRO DAVID MEDINA MATA** con cédula de ciudadanía # **0930041306**, previo a la obtención del título de Químico y Farmacéutico.

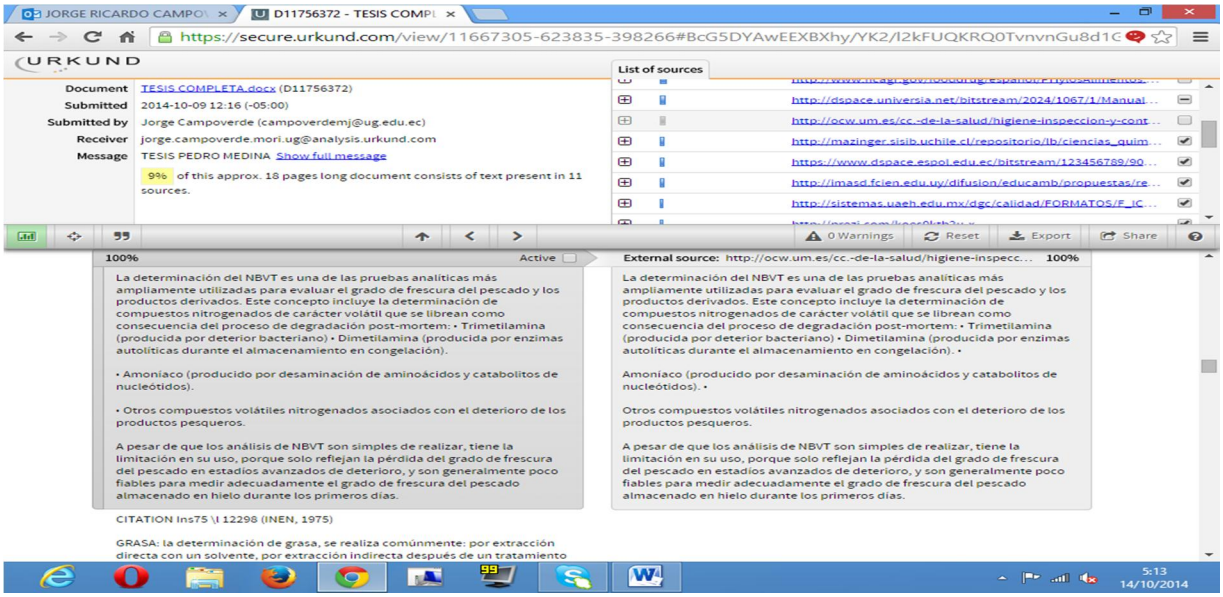
Este trabajo ha sido aprobado en su totalidad y se adjunta el informe de Anti-plagio del programa URKUND. Lo certifico.

Q.F. JOSE ARTURO LANDIVAR MOREIRA
TUTOR DE TESIS

Guayaquil, Diciembre del 2014

INFORME DE ANTIPLAGIO DEL PROGRAMA URKUND

Yo, QF. José Landívar, certifico que el presente proyecto de Sistematización del Sr **PERDO DAVID MEDINA MATA** con C.I. **0930041306**, fue pasado por el programa de anti plagio URKUND dando como resultado de 9%.



TESIS PEDRO MEDINA → COINCIDENCIAS 9 %

Q.F. JOSE ARTURO LANDÍVAR MOREIRA

TUTOR DE TESIS

Guayaquil, Diciembre del 2014

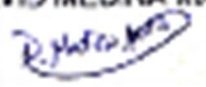
CARTA DE AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN.

Yo, **PEDRO DAVID MEDINA MATA**, autor de este trabajo declaro ante las autoridades de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad de Guayaquil, que la responsabilidad del contenido de este **TRABAJO DE TITULACIÓN**, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad de Guayaquil.

Declaro también que todo el material escrito me pertenece, salvo el que está debidamente referenciado en el texto. Además ratifico que este trabajo no ha sido parcial ni totalmente presentado para la obtención de un título, ni en la universidad nacional, ni en una extranjera.

Guayaquil, Diciembre del 2014.

Nombre: PEDRO DAVID MEDINA MATA

Firma del egresado: 

CC: 0930041306

DEDICATORIA

Dedico este esfuerzo a mi familia y sobre todo a mis padres ya que por el apoyo incondicional de ellos siempre pude seguir adelante con mis estudios y lograr mi objetivo.

Agradezco una vez más a mi familia, a mis padres, compañeros de estudio, que me ayudaron bastante en esto proceso y a ciertos docentes que en realidad influyeron en mí y fomentaron las ganas de estudiar, aprender y sobre todo de investigar para poder conseguir mi meta que fue ser un Químico Farmacéutico.

AGRADECIMIENTO

Tengo que agradecer una vez más a mi familia, amigos, compañeros y algunos docentes y sobre todo a mis padres que siempre estuvieron pendiente de mí y me apoyaron en todo este proceso y gracias a todo eso pude seguir adelante y cumplir mi meta.

ÍNDICE GENERAL

CONTENIDO Pág.

CERTIFICADO DEL TRIBUNAL é ii
CERTIFICADO DEL TUTORé ...iii
INFORME DE ANTI-PLAGIO DEL PROGRAMA URKUNDé é é é é é é é é é é é é é é é ..iv
CARTA DE AUTORÍA DEL TRABAJO DE TITULACIÓN.....v
DEDICATORIA.....vi
AGRADECIMIENTO.....vii
ÍNDICE GENERAL.....viii
RESUMEN.....ix
ABSTRACT.....x
INTRODUCCIÓN.....1
CAPÍTULO I
PLANTEAMIENTO DE LA EXPERIENCIA.....2
JUSTIFICACION.....2
OBJETIVOS (GENERAL Y ESPECIFICOS).....3
HIPOTESIS.....3
VARIABLES.....4
CAPÍTULO II
MARCO TEÓRICOé .5 - 15
CAPÍTULO III
METODOLOGÍAé 16 - 21
CAPÍTULO IV
LA EXPERIENCIAé .22 - 27
CAPITULO V
PRINCIPALES LOGROS DE APRENDIZAJEé .....28 - 29
CAPITULO VI
CONCLUSIONESé 30
RECOMENDACIONESé ..30
BIBLIOGRAFÍAé ...31
ANEXOSé 32 - 46

RESUMEN

Debido a la gran demanda de muestras en este caso lomos de atún pre cocidos que llegaban a la empresa para sus respectivos análisis, la experiencia se basó específicamente en modificar ciertos procesos de análisis para poder entregar resultados antes del tiempo estimado. Esta experiencia se realizo es un empresa de análisis de alimentos en la que yo trabajo, y duro alrededor de 3 meses, las personas involucradas fueron la jefa a cargo del área de bromatología y el analista ayudante. El propósito de la experiencia fue entregar resultados más rápidos con metodología más sistematizada. Se utilizaron criterios propios de los analistas ya que se hicieron varias pruebas para evaluar los métodos modificados y se obtuvo resultados muy satisfactorios que fueron puestos en consideración a la jefa de laboratorios y a la gerente general y posteriormente se dio el visto bueno para seguir utilizando esa metodología. La experiencia posee un enfoque hermenéutico porque mediante los procesos que se han desarrollado o mejorado vamos a poder interpretar de mejor manera los resultados y un enfoque reflexivo ï constructivo ya que por medio de los procesos realizados y de lo que se ha observado en los análisis hechos se podrá notar una gran diferencia entre lo que se conoce teóricamente y lo que se realiza ya en la práctica. Los resultados que se obtuvieron fueron bastante excelentes ya que se compararon resultados entre el procedimiento normal y el modificado y no hubo mayor diferencia y se pudo concluir que al modificar estos procesos se obtuvieron resultados normales y en un menor tiempo del estimado por el cliente.

PALABRAS CLAVES:

Análisis, resultados, tiempo, bromatología, metodología, modificación, enfoque hermenéutico, enfoque reflexivo - constructivo

ABSTRACT

Due to the high demand for samples in this case tuna loins that came precooked the company to their analysis, the experience was based specifically on modifying certain analytical processes to deliver results before the estimated time.This experience took place is a food testing company in which I work, and lasted about three months, the people involved were the chief in charge of the area of food science and assistant analyst.The purpose of the experience was to deliver faster results with more systematic methodology.Analyst own criteria were used because several tests were conducted to evaluate the modified methods and satisfactory results were obtainedthat were put into consideration laboratory chief and general manager and later cleared for continued use of the methodology is given.The experience has a hermeneutic approach because using processes that have been developed or improved will be able to better interpret the resultsand a thoughtful approach - constructive and that through the processes performed and what has been observed in the analyzesyou will notice a big difference between what is theoretically known and what is already done in practice.The results obtained were quite excellent results compared as between the standard and the modified procedure and no major differenceand it was concluded that modifying these processes and normal results were obtained in a shorter time than expected by the customer.

KEYWORDS:

Analysis, results, time, food science, methodology, modification, hermeneutic approach, reflective approach ï constructive.

INTRODUCCION

Esta experiencia se realizó debido a que llegaban bastantes cantidades de muestras (lomos de atún pre cocidos) para analizar y algunos parámetros que se pedían demandaban bastante tiempo para analizarlos esto comprometía la entrega de resultados de otros productos e incluso de los mismos que se analizaban; por ello se empezó a modificar ciertos procesos de análisis para reducir el tiempo de tardanza y poder sacar resultados en el tiempo estimado, incluso antes de lo pedido para que no hubiese ningún tipo de atrasado en ningún análisis a la hora de reportar los resultados.

Básicamente los grupos beneficiados serán las empresas que confíen sus productos a nosotros, ya que tendrán la plena seguridad de que obtendrán resultados rápidos y confiables, y nuestra empresa obtendrá más clientes y más beneficios para sus trabajadores.

CAPITULO I

PLANTEAMIENTO DE LA EXPERIENCIA:

Esta experiencia se basa específicamente en la necesidad del cliente, ya que mandaba una cantidad de muestras de lomo considerable para analizar y requería resultados en un determinado plazo de tiempo, debido a que se tienen varios clientes y son distintas muestras y varios parámetros a realizar, se fueron haciendo pruebas y sistematizando algunos métodos para el análisis de estos lomos, y debido a esto logramos constatar que se podían sacar el mismo volumen de muestras en un menor tiempo del que pedía el cliente y con resultados efectivos que no se alteraban en lo absoluto; y sobre todo sin que se vieran afectados los demás parámetros que se realizan en el laboratorio con las muestras de otros clientes.

JUSTIFIACION:

Este proyecto de sistematización es importante tanto a nivel nacional e incluso internacional ya que los análisis se los realizan a productos tanto de importación como de exportación y en la actualidad hay empresas que necesitan conocer los más rápido posible, si su alimento está en buenas condiciones para sacarlo al mercado y que mejor que sistematizando métodos para entregar resultados más rápidos y efectivos.

En si el proyecto se centraliza en entregar resultados exactos y rápidos en el menor tiempo posible implementando métodos más sistematizados.

Básicamente los grupos beneficiados serán las empresas que confíen sus productos a nosotros, ya que tendrán la plena seguridad de que obtendrán resultados rápidos y confiables, y nuestra empresa obtendrá más clientes y más beneficios para sus trabajadores.

OBJETIVO GENERAL:

- Validar la efectividad de los métodos de análisis bromatológicos para optimizar los requisitos físico - químicos en la entrega de resultados.

OBJETIVOS ESPECIFICOS:

- Definir los métodos de análisis idóneos para la optimización de los tiempos de espera.
- Analizar las muestras de lomos de atún precocidos aplicando métodos de validación.
- Garantizar resultados efectivos con metodología más sistematizada.

HIPOTESIS

Modificando los procesos de análisis se disminuirá el tiempo de entrega de resultados.

VARIABLES

INDEPENDIENTE: Requisitos Físico ï Químicos.

DEPENDIENTE: La metodología utilizada la cual se modificó.

CAPITULO II

MARCO TEORICO

En épocas pasadas al realizar estos análisis muchas veces se tomaba más del tiempo requerido ya que simplemente se seguía un procedimiento específico y tardaba bastante ya que no solo se determinaban los análisis de los proximales sino muchos otros tipos de análisis en diferentes productos alimenticios; ahora con la sistematización de los proximales pudimos con ayuda de mi jefa de área, mejorar el tiempo de entrega de estos análisis sin necesidad de comprometer el tiempo de entrega de los otros resultados.

Especificare el concepto y de que se trata cada uno de los análisis.

El análisis químico de alimentos es una disciplina que se relaciona con la ciencia de los alimentos que es la bromatología.(Aviles, 2002)

Bromatología: proviene del griego bromatos = alimentos y Logos = Tratado. Esta es la disciplina científica química biológica que se ocupa de los alimentos.(Aviles, 2002)

El **análisis químico de alimentos** es considerada una rama de la bromatología y se la define como la ciencia que tiene por objeto estudiar la composición,

identificación y adulteración de varios alimentos y sus materias primas.(Aviles, 2002)

El alimento es un producto natural o artificial, elaborado o no que ingerido aporta al organismo del hombre o animales la energía necesaria para el desarrollo de los procesos biológicos. Existen diferentes tipos de alimentos que se pueden encontrar en el mundo como: el alimento natural, procesado, falsificado, alterado y adulterado.(Aviles, 2002)

Los análisis comprendidos dentro de este grupo, también conocido como análisis proximales Weende, se aplican en primer lugar a los materiales que se usarán para formular una dieta como fuente de proteína o de energía y a los alimentos terminados, como un control para verificar que cumplan con las especificaciones o requerimientos establecidos durante la formulación. Estos análisis nos indicarán el contenido de humedad, proteína (nitrógeno total), nitrógeno volátil total (TVN), grasa, pH, ceniza y organoléptico en la muestra. Una descripción más amplia de estos análisis se puede encontrar en Osborne y Voogt (1978), MAFF (1982) y AOAC (1984). (Harris, 2005)

Antes de empezar a realizar los análisis se deberá realizar un muestreo es decir de la forma como se toma la muestra y del tratamiento posterior de la muestra extraída dependerá esencialmente que los resultados de los análisis reflejen realmente la composición y las propiedades del alimento original. Las condiciones principales son:

1. Tomar la cantidad de muestra suficiente para los análisis que deben realizarse, y

2. Que sus envases y transporte aseguren que la composición no haya variado desde su extracción hasta la iniciación del análisis.(Aviles, 2002)

Este muestreo debe ser realizado por un profesional químico farmacéutico, con adiestramiento especializado y que haya recibido capacitación suficiente para saber tratar a las diferentes muestras durante dicho muestreo.(Aviles, 2002)

La cantidad de muestrea deberá ser suficiente y representativa para la realización del análisis y el número que se escoja será por duplicado o triplicado para los análisis físico ï químicos. (Aviles, 2002)

HUMEDAD: El agua es el más simple de todos los constituyentes de los alimentos y su determinación analítica, es de importancia para el consumidor pues sirve de medida de calidad y cantidad del alimento. (Aviles, 2002)

Todos los alimentos, cualquiera que sea el método de industrialización a que hayan sido sometidos, contienen aguan en mayor o menor proporción y su cantidad, estado físico o dispersión afecta su aspecto, olor, sabor y textura.(Aviles, 2002)

Es el más barato de todos los adulterantes no solo para productos líquidos sino también para aquellos que tienen cierto grado de humedad ejemplo: la leche en la que es agregada el agua para aumentar su volumen disminuyendo el valor nutritivo y por otro lado las cantidades pequeñas de agua también perjudican la calidad de ciertos alimentos. En los tejidos vegetales y animales, existen dos formas generales de agua, agua libre y ligada. El agua libre o absorbida es la

forma predominante, se libera con facilidad y es valorada por la mayor parte de los métodos usados para el cálculo del contenido de agua. El agua ligada, se haya combinada o adsorbida. Se encuentra en los alimentos como agua de cristalización (en los hidratos), o ligadas a las proteínas y a las moléculas de sacáridos (almidones), pectinas, celulosa y adsorbida sobre la superficie de las partículas coloidales. Estas formas requieren de la aplicación de altas temperaturas, para lograr la remoción total del agua. Parte de la misma permanece ligada al alimento, incluso a temperaturas que lo carbonizan; de ahí la importancia en la elección del método para determinar la humedad.(Aviles, 2002)

Hay diferentes métodos para la determinación de humedad en varios alimentos como:

- ✓ Método de eliminación térmica del agua y su determinación por pérdida de peso.
- ✓ Por deshidratación con sustancias desecadoras.
- ✓ Determinación de humedad por pérdida de peso en balanza infrarroja.

Durante el balanceo de la ración, es fundamental conocer el contenido de agua en cada uno de los elementos que la compondrán; así mismo, es necesario vigilar la humedad en el alimento preparado, ya que niveles superiores al 8% favorecen la presencia de insectos y arriba del 14%, existe el riesgo de contaminación por hongos y bacterias. El método se basa en el secado de una muestra en un horno y su determinación por diferencia de peso entre el material seco y húmedo.(Harris, 2005)

PROTEINA: Las proteínas son fundamentales para la alimentación humana. Resulta pues necesario disponer de procedimientos y técnicas adecuadas en cuanto a su aplicabilidad y exactitud para verificar si el alimento que llega al consumidor, mantiene su valor proteico de acuerdo a su composición típica, ya que sobre estos, pueden haber actuado agentes diversos, capaces de modificarlo o de disminuir su valor biológico. (Aviles, 2002)

En la valoración química de las sustancias proteicas, los datos son expresados en N%, sea N proteico total, N proteico soluble o N básico volátil, lo que facilita su contrastación entre proteínas de diferentes orígenes.(Aviles, 2002)

El contenido de N en las proteínas, varía según su composición. Así, es distinto para las proteínas animales y las vegetales, presentando diferencias dentro de cada tipo, estableciéndose, de acuerdo al contenido de N de cada proteína, los factores de conversión del dato de N en la proteína correspondiente.(Aviles, 2002)

A diferentes métodos de determinación:

1. Destilación macro-kjeldahl
2. Destilación semimicro-kjeldhal
3. Técnica de micro difusión de Conway
4. Valoración al formol
5. Métodos colorimétricos al teñido

La selección del método para determinar nitrógeno y su transformación a proteínas, multiplicando por el factor de correspondiente, puede realizarse de acuerdo con varias circunstancias a saber: disponibilidad de equipo, número de

muestras examinadas regularmente, urgencia en la obtención de resultados, grado de precisión deseada y homogeneidad de la muestra.(Aviles, 2002)

Por su costo es este el nutriente más importante en la dieta en una operación comercial; su adecuada evaluación permite controlar la calidad de los insumos proteicos que están siendo adquiridos o del alimento que se está suministrando. Su análisis se efectúa mediante el método de Kjeldahl, mismo que evalúa el contenido de nitrógeno total en la muestra, después de ser digerida con ácido sulfúrico en presencia de un catalizador de mercurio o selenio.(Harris, 2005)

NITRÓGENO VOLÁTIL TOTAL (TVN): La determinación del NBVT es una de las pruebas analíticas más ampliamente utilizadas para evaluar el grado de frescura del pescado y los productos derivados. Este concepto incluye la determinación de compuestos nitrogenados de carácter volátil que se librean como consecuencia del proceso de degradación post-mortem:

- Trimetilamina (producida por deterior bacteriano)
- Dimetilamina (producida por enzimas autolíticas durante el almacenamiento en congelación).
- Amoníaco (producido por desaminación de aminoácidos y catabolitos de nucleótidos).
- Otros compuestos volátiles nitrogenados asociados con el deterioro de los productos pesqueros.

A pesar de que los análisis de NBVT son simples de realizar, tiene la limitación en su uso, porque solo reflejan la pérdida del grado de frescura del pescado en estadíos avanzados de deterioro, y son generalmente poco fiables para medir adecuadamente el grado de frescura del pescado almacenado en hielo durante los

primeros días.(INEN, Norma Tecnica Ecuatoriana. CONSERVAS ENVASADAS DE PESCADO DETERMINACION DE NITROGENO BASICO VOLATIL., 1975)

GRASA: la determinación de grasa, se realiza comúnmente: por extracción directa con un solvente, por extracción indirecta después de un tratamiento con álcali o acido o por medida en un tubo graduado del volumen de grasa separada, mezclando la muestra con ácido sulfúrico y centrifugando la mezcla.(Aviles, 2002)

Los solventes más comúnmente utilizados son: el éter de petróleo, el éter dietilico, es eficiente, pero también extrae sustancias no grasas y el n-hexano.(Aviles, 2002)

El residuo obtenido no está constituido únicamente por lípidos, sino que incluye además: fosfolípidos. Gliceroles, lecitinas, esteroles, ceras, ácidos grasos libres, carotenoides, clorofila y otros pigmentos, vitaminas A y D, aceites esenciales, etc., pero en cantidades relativamente pequeñas, que no llegan a constituir una diferencia significativa en los resultados. Es por esta razón que a la determinación se la denomina ***extracto etéreo total***.(Aviles, 2002)

Existen diferentes métodos de determinación como:

Métodos Gravimétricos: Método de soxhlet, método de Werner ï Smichdt, método de Rose Gottlieb.(Aviles, 2002)

Métodos Volumétricos: Método de Babcock, método de Gerber.(Aviles, 2002)

PH: Desde una aproximación simplificada, el pH puede definirse como una medida que expresa el grado de acidez o basicidad de una solución en una escala que varía entre 0 y 14. La acidez aumenta cuando el pH disminuye. Una solución con un pH menor a 7 se dice que es ácida, mientras que si es mayor a 7 se clasifica como básica. Una solución con pH 7 será neutra.(Aviles, 2002)

Los alimentos se clasifican como ácidos o alcalinos de acuerdo al efecto que tienen en el organismo humano después de la digestión y no de acuerdo al pH que tienen en sí mismos. Es por esta razón que el sabor que tienen no es un indicador del pH que generaran en nuestro organismo una vez consumidos.(Aviles, 2002)

La determinación de valor de pH, es considerada de gran valor en la conservación y almacenamiento de los alimentos, por su efecto inhibidor en el desarrollo de microorganismos y enzimas. En general, las bacterias son más sensibles a los iones hidrógenos que los fermentos y mohos. La mayor parte de los organismos tienen límite de pH máximo y mínimo para su desarrollo y un rango optimo, para un crecimiento más rápido.(Aviles, 2002)

La acidez medida por el valor de pH, es un importante factor para el control de muchos procesos, tanto naturales, como de fabricación. Los iones hidrogeno, influyen en la cantidad de calor que se debe aplicar a conservas para alcanzar su esterilización comercial.(Aviles, 2002)

El valor de pH, afecta además a diferentes propiedades físicas de algunos alimentos, por ejemplo, la textura y la estabilidad o resistencia de los geles de la gelatina.(Aviles, 2002)

Es uno de los parámetros básicos en el control de calidad en productos de mar ya sean frescos o procesados: camarones, pescados, conservas, etc., así como también en productos cárnicos.(Aviles, 2002)

Muchas veces un alimento de sabor acido tienen un efecto alcalino, por ejemplo las frutas cítricas; el limón es alcalino porque los minerales que deja en el cuerpo después de la digestión ayudan a eliminar iones de hidrogeno y disminuir la acidez del cuerpo.

El metabolismo personal también juega un rol determinante en este sentido. Por ejemplo, ciertas frutas que contienen ácidos orgánicos, como el tomate y los cítricos a pesar que normalmente crean un efecto alcalino, en algunas personas pueden dejar residuos ácidos. Esto sucede sobre todo cuando las personas tienen poca acidez en el estómago o cuando tienen mal funcionamiento de la tiroides.

CENIZA: Los alimentos están constituidos de sustancias orgánicas e inorgánicas o minerales. El conocimiento del conjunto de los minerales de un alimento, se obtiene por el método convencional de la determinación cuantitativa de las cenizas totales, que deja el alimento, tras la destrucción de toda su materia orgánica, ya sea por calcinación seca o por vía húmeda con ácido nítrico o sulfúrico, con o sin adición de agua oxigenada o acido perclórico.(Aviles, 2002)

La composición y características de las cenizas dependen lógicamente de la naturaleza del alimento, cuya calcinación las ha producido.(Aviles, 2002)

En consecuencia, las cenizas de un alimento, son un término analítico equivalente al residuo inorgánico que queda después de quemar la materia orgánica. Las cenizas normalmente, no son las mismas sustancias presentes en el alimento original, debido a las perdidas por volatilización o a las interacciones químicas entre los constituyentes.(Aviles, 2002)

El valor principal de la determinación de cenizas, es que, supone un método sencillo para determinar la calidad de ciertos alimentos.(Aviles, 2002)

El método aquí presentado se emplea para determinar el contenido de ceniza en los alimentos o sus ingredientes mediante la calcinación. Se considera como el contenido de minerales totales o material inorgánico en la muestra.(Harris, 2005)

ORGANOLEPTICO: Son todas aquellas descripciones de las características físicas que tiene la materia en general, según las pueden percibir los sentidos, por ejemplo su sabor, textura, olor, color.(Fundación Wikimedia, 2014)

En el análisis de un alimento es precisamente el de estas propiedades, antes de estudiar en el laboratorio otras características físicas y químicas como el contenido de distintos nutrientes, de energía, etc.(Fundación Wikimedia, 2014)

Esas propiedades son utilizadas cotidianamente para distinguir por ejemplo un alimento fresco de uno descompuesto o en mal estado.(Fundación Wikimedia, 2014)

En el organoléptico se realiza específicamente determinación de olor, color, sabor y textura.(INEN, Norma Tecnica Ecuatoriana. CONSERVAS ENVASADAS DE PESCADO. ENSAYOS FÍSICOS Y ORGANOLÉPTICOS, 1975)

Como lo cite al principio de la metodología estos análisis se le hace a los alimentos terminados, y servirán como un control para verificar que cumplan con las especificaciones o requerimientos establecidos durante su formulación. La ventaja es que podemos entregar resultados efectivos antes de los días que teníamos previstos para la satisfacción del cliente, y esto se logró gracias a la sistematización de métodos como por ejemplo:

El método de grasas que necesitaba 4 horas para obtener resultados, nosotros lo simplificamos a 2 horas sin alterar el resultado y lo mejor es que se pueden analizar más volúmenes de muestra debido al acorte de tiempo.

Otro método que se puedo simplificar es el de cenizas que se requería someter a la muestra a una temperatura de 550° dentro de una mufla y el proceso demoraba de 2 a 2 horas y media, al aumentar la temperatura se observó que se obtenían los mismo resultados sin perder ni un poco de muestra y en menor tiempo.

Para los TVN se utilizaba un tipo de aparato kjeldahl para la destilación el cual demoraba unos 20 minutos para destilar completamente la muestra, pero por medio de otro destilador, se pudo obtener la misma destilación en menor tiempo.

CAPITULO III

METODOLOGIA

ENFOQUE METODOLOGICO

Mi proyecto posee un enfoque hermenéutico porque mediante los procesos que se han desarrollado o mejorado vamos a poder interpretar de mejor manera los resultados; ya que la experiencia consta de varios procesos de análisis que permitirán explicar si las hipótesis que se plantearon eran correctas y esto se determinara mediante los resultados que se obtengan.

Y un enfoque reflexivo ï constructivo ya que por medio de los procesos realizados y de lo que se ha observado en los análisis hechos se podrá notar una gran diferencia entre lo que se conoce teóricamente y lo que se realiza ya en la práctica, mediante el análisis detallado de los propios analistas; permitiendo así resolver cualquier tipo de problemas que se puedan presentar.

POBLACION Y MUESTRA

La experiencia se realizó en la empresa donde yo trabajo, ahí poseo todo el material necesario para trabajar y la muestra que llega y que analizo son todos los lomos de atún pre cocidos enviados por una empresa especifica.

TECNICAS Y PROCEDIMIENTOS

Cenizas(DR. George W. Latimer J. , 2012)

1. Se enciende la mufla y se coloca a 550ºC, el crisol se tara previamente al análisis a la misma temperatura durante 30 minutos, se lo retira, se deja enfriar en el desecador y se lo pesa hasta llegar a peso constante es decir que el ultimo peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g., este peso constante es registrado en el formato.

2. Pesar 2g de muestra, *se anota el peso de la muestra y del crisol* se confirma que la estufa este a 550ºC +/- 2ºC, se somete la muestra a esta temperatura por 2 horas, temperatura que se le controla a intervalos de 30 minutos y esto se registra en el formato.

3. Sacar de la mufla el crisol, enfriar en el desecador y pesar hasta llegar a peso constante, es decir que el último peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g. Si no se llega a peso constante se repetirá el procedimiento de regresar el crisol al desecador pesar hasta alcanzar el peso constante

4. Calcular el % de cenizas.

ŏ Resultado, Cálculo, forma de expresar el resultado

$$\% \text{ Cenizas: } \frac{(\text{Peso crisol vacío} - \text{Peso crisol con muestra seca}) * 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Nitrógeno volátil total (TVN)(INEN, Norma Tecnica Ecuatoriana. CONSERVAS ENVASADAS DE PESCADO DETERMINACION DE NITROGENO BASICO VOLATIL., 1975)

1. Se pesa de 5 a 10 gramos de la muestra preparada, y se transfieren cuantitativamente al balón de destilación.

2. Se agrega sobre la muestra 300 cm^3 de agua destilada, 1 a 2 gramos de óxido de magnesio y unas gotas de antiespumante.

3. Se conecta inmediatamente el balón al condensador y se destila por 30 a 40 minutos. El extremo de salida del condensador debe estar sumergido en 10 cm^3 de la solución valorada de ácido sulfúrico 0.1 N contenido en el matraz Erlenmeyer de 250 cm^3, a la cual se debe agregar unas gotas del indicador de rojo de metilo.

4. Una vez terminada la destilación, se procede a titular el exceso de ácido contenido en el matraz Erlenmeyer con la solución valorada de hidróxido de sodio 0.1 N.

5. Cálculos.

$$N_1 (V_1 - V_3) + N_2 (V_4 - V_2)$$

$$TVN = 14 \frac{\quad}{M} * 100$$

Grasas(DR. George W. Latimer J. , 2012)

1. Se enciende la estufa y se coloca a 100ºC +/-2ºC, el balón es colocado en la estufa previamente al análisis a esta temperatura durante 30 minutos, se lo retira, se deja enfriar en el desecador, luego se pesa hasta llegar a peso constante es decir que el ultimo peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g.

2. Pesar 2g de muestra, secada (135ºC +/- 2ºC por 2 horas), se anota el peso de la muestra y el peso del balón.

3. Extraer con éter anhidro. Usar un dedal con una porosidad que permita el paso rápido del éter.

4. Extraer por 4 horas cuando el goteo sea de 5-6 gotas/ segundo y por 16hrs cuando sea de 2-3 gotas /segundo.

5. Secar en estufa por 30 minutos a 100ºC, temperatura que se le controla a intervalos de 15 minutos.

6. Retirar el balón de la estufa, enfriar en el desecador y pesar hasta llegar a peso constante, es decir que el último peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g. Si no se llega a peso constante se repetirá el procedimiento de regresar el balón al desecador pesar hasta alcanzar el peso constante.

ð Resultado, Cálculo, forma de expresar el resultado

$$\%\text{Grasa: } \frac{(\text{Peso de balón vacío- Peso de balón con residuo de grasa}) \times 100}{\text{Peso de muestra}}$$

RECURSOS

RECURSOS HUMANOS: los métodos fueron desarrollados por:

- la jefa del área y
- el analista ayudante en este caso mi persona.

Se necesitó aprobación de:

- ✓ jefa de laboratorio
- ✓ gerencia general

RECURSOS MATERIALES:

MATERIALES:

- pesa filtros caja 6 unidadesé é é é é .....28.00 $
- capsulas de porcelana 6 unidadesé é é é é é é ...3.85 $
- tubos digestores 20 unidadesé é é é é é é é é ..360.00 $
- papel filtro 10 unidadesé é é é é é é é é é ...30.00 $
- paletas caja 500 unidadesé é é é é é é é é é 4.66 $
- cartuchos de celulosa caja 20 unidadesé é é é é ...9.90 $
- balones de 100 ml 6 unidadesé é é é .....12.86 $
- fiolas de 250 ml cada unidadé é é é é é é é é ...2.75 $
- fiolas de 500 ml cada unidadé é é é é é é é é ...4.50 $
- probeta de 100 ml cada unidadé é é é é é é é 7.65 $
- pipetas graduadas de 10 ml por unidadé é é é é é 2.50 $
- pipetas volumétricas de 10 ml y 50 ml por unidadé é ...3.80 $

REACTIVOS:

- ácido sulfúrico concentradoé é é é é é é é é é .26.50 $
- sulfato de potasioé é é é é é é é é é é é é é . 43.00 $
- sulfato cúprico penta hidratadoé é é é é é é é é 29.00 $
- hidróxido de sodioé é é é é é é é é é é é é é 15.25 $
- oxido de magnesioé é é é é é é é é é é é é ..143.00 $
- éter etílicoé é é é é é é é é é é é é é é é é .73.10 $

CAPITULO IV

LA EXPERIENCIA

CENIZAS:

Para realizar este parámetro se pesan 2 gramos de muestra sobre una capsula de porcelana ya pesada previamente esto se lleva a una mufla que debería estar a 550° C y se debe dejar ahí hasta obtener un color grisáceo blanco o blanco total, luego se lleva al desecador para que se enfrié y luego se lo pesa en la balanza analítica y por diferencia de pesa se saca el resultado. La temperatura de 550° C hace que la muestra adquiera el color grisáceo blanco o blanco total entre 2 o 2 horas y media por lo general, al hacer varias pruebas en el laboratorio junto con mi jefa de área, observamos que al aumentar la temperatura de la mufla a 600° C obtuvimos resultados en menor tiempo alrededor de una hora más o menos, sin que hubiera perdida de muestra ya que se obtuvo los mismo resultados casi sin márgenes de error; es decir que no hubo variación al modificar la temperatura de la mufla.

NITROGENO VOLATIL TOTAL (TVN):

Para este parámetro se pesan 10 gramos de muestra en la balanza analítica sobre una capsula de porcelana, no es necesario que la capsula este pesada con anticipación, luego se coloca la muestra ya no a un balón de 800 ml que pertenece al equipo de destilación kjeldahl, sino a un tubo digestor, se pone 1 gramo de óxido de magnesio y unas gotas de antiespumante, y se coloca en otro tipo de destilador luego para la destilación se coloca 50 ml de ácido sulfúrico 0.1 N en una fiola de 500 ml y se procede a realizar la destilación, luego se titula con hidróxido de sodio 0.1 N y mediante la fórmula obtendremos el resultado. La diferencia entre los 2 equipos es que en el kjeldahl la destilación dura de 30 a 40 minutos más o menos, a diferencia del otro que demora no más de 10 a 15 minutos.

GRASAS:

Para la extracción de las grasas es exactamente el mismo proceso, se pesa el balón, luego se pesa la muestra sobre un papel filtro, se lo dobla en forma de un paquetito y se lo pone dentro de un cartucho de celulosa, se colocan 80 ml de éter etílico en el balón y se procede a colocarlo en el equipo soxhlet y después de 4 horas obtendremos la extracción de la grasa en el balón, luego se lo pone por media hora dentro de una estufa a 100 ^{0}C, se lo coloca en el desecador y luego se pesa y mediante los cálculos se obtiene el resultado. La diferencia aquí es que en lugar de dejarlo 4 horas en el equipo se lo deja solo 2 horas y no hay diferencia en los resultados. Esto se realizó por el motivo de que el tiempo que tarda el análisis podía comprometer el mismo análisis pero para otro tipo de muestras, entonces junto con mi jefa hicimos una prueba de reducir el tiempo a la mitad de lo que dura el análisis para probar si obteníamos los mismos resultados, y en efecto en la primera prueba tuvimos resultados bastantes cercanos a los del análisis normal.

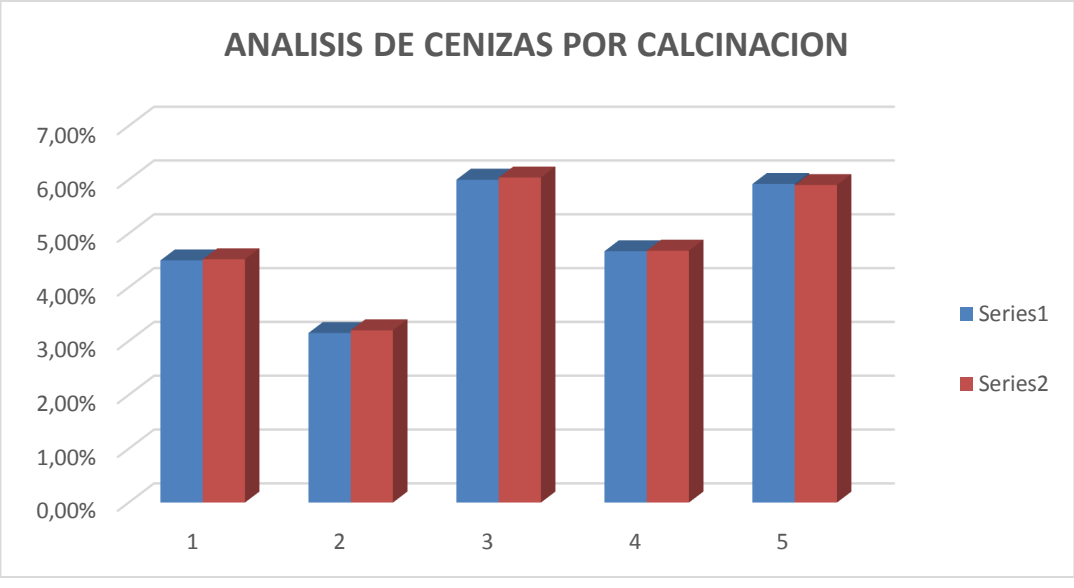
ACTORES INVOLUCRADOS

La jefa del área y el analista.

DATOS ESTADISTICOS

ANALISIS DE CENIZAS PARA LOMOS DE ATUN POR CALCINACION

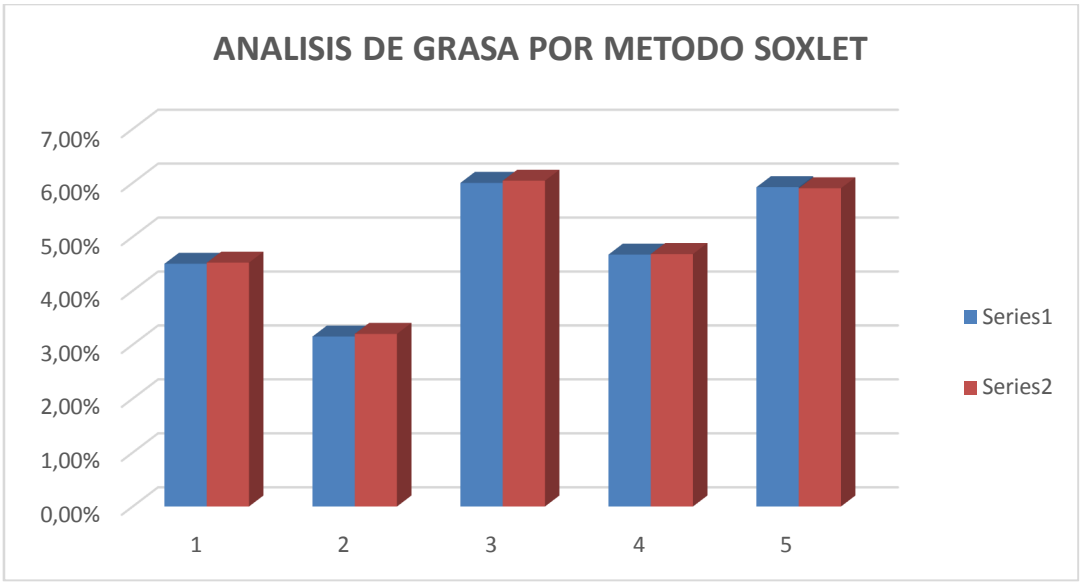
MUESTRAS	550°C	600°C
1	1,90%	1,87%
2	2,10%	2,08%
3	1,80%	1,80%
4	2,00%	1,99%
5	1,80%	1,70%



ANALISIS DE GRASA PARA LOMOS DE ATUN POR METODO SOXLET

MUESTRAS	4 horas	2 horas
1	4,50%	4,52%
2	3,15%	3,20%
3	6,00%	6,04%
4	4,67%	4,68%
5	5,92%	5,90%

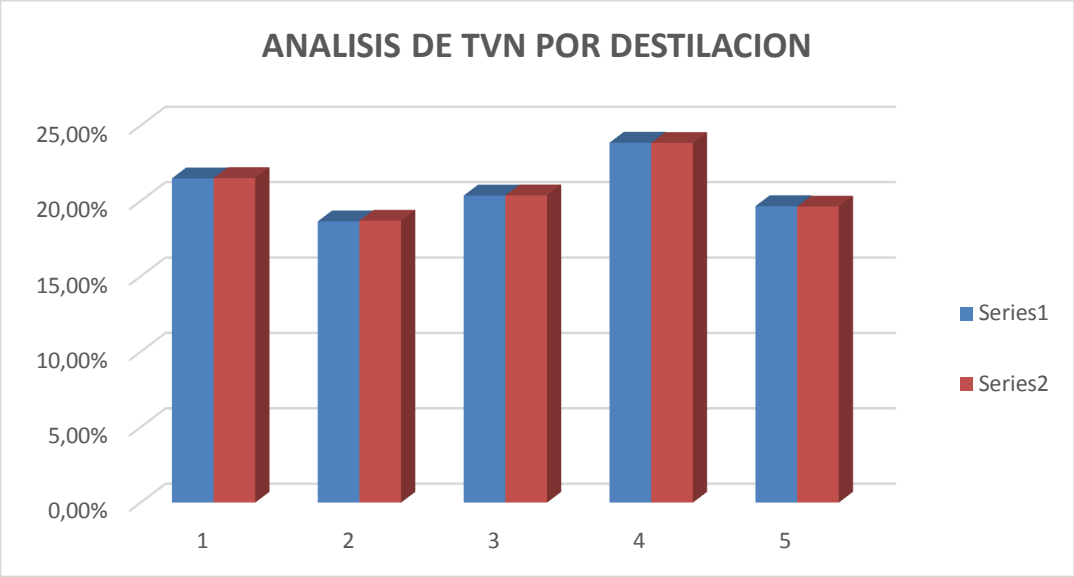
Fuente: Tabla realizada por el Autor



Fuente: Tabla realizada por el Autor

ANALISIS DE TVN PARA LOMOS DE ATUN POR DESTILACION

MUESTRAS	Destilador 1	Destilador 2
1	21,50%	21,52%
2	18,65%	18,70%
3	20,36%	20,37%
4	23,87%	23,85%
5	19,66%	19,63%



Fuente: Tabla realizada por el Autor

ANALISIS E INTERPRETACION DE RESULTADOS

De acuerdo a los análisis realizados y a los cuadros estadísticos utilizados; los análisis de cenizas, grasas y nitrógeno volátil total con las modificaciones que se le realizaron a cada uno en sus respectivos métodos, los resultados estas en rangos muy aceptables a los análisis normales.

COMPROBACION DE LA HIPOTESIS

Con estos cuadros estadísticos pude comprobar que al modificar ciertos procesos en los análisis que realizo obtengo prácticamente los mismos resultados que al realizar los análisis normales.

CAPITULO V

LECCIONES APRENDIDAS DE LA EXPERIENCIA, LO POSITIVO Y LO NEGATIVO

POSITIVO:

- Mejorar ciertos métodos de análisis.
- Poder plantear nuevas ideas para desarrollar nuevos métodos o procedimientos de trabajo.
- Se mejora la entrega de resultados cuando se disminuye o se modifica de alguna manera ciertos procesos durante los análisis.
- No se comprometen la fecha de entrega de los demás análisis.

NEGATIVO:

- Quizá lo único negativo seria que esta modificación de métodos no son aplicables a todos los productos o alimentos, sino solo a los lomos de atún, ya que todos no poseen los mismos contenidos de grasa, o humedad o proteína en su composición declarada en su etiqueta.

METAS ALCANZADAS POR LA EXPERIENCIA

La meta en si fue poder entregar resultados efectivos antes del tiempo estimado por el cliente sin que se afecten las fechas de los demás resultados de los otros productos que también se analizan, modificando cierto métodos de análisis sin que se alteren estos resultados.

PROYECCION DE LA EXPERIENCIA

Esta experiencia es de mucha importancia ya que puede ayudar en el transcurso de los días o en un futuro a desarrollar o modificar otros análisis para poder obtener resultados más rápidos pero ya para otro tipo de productos, y así poco a poco quizá crear un tipo de manual con nuevos procesos de análisis.

ELEMENTOS DE RIESGO DE LA EXPERIENCIA

La verdad no hay ningún elemento de riesgo que pueda interferir en los resultados de los análisis ya sea por parte del producto o de los reactivos y equipos que nosotros utilizamos. Porque si el producto no se encuentra en buenas condiciones igual el proceso dará el resultado que tiene el alimento este o no este en buenas condiciones para el consumo.

CAPITULO VI

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Lo más importante que se pudo obtener de la experiencia es que se pudo mejorar la entrega de resultados en lo que se refiere al factor tiempo; modificando ciertos procesos de análisis que se le realizaron a las muestras en este caso los lomos de atún pre cocido, sin que hubiera alteraciones en los propios resultados y sobre todo sin que se comprometan las fechas de salida de los otros análisis de las demás muestras.

Esta iniciativa en realidad ayuda a nuestra empresa a dar la confianza respectiva a los clientes de que los análisis realizados estarán en la fecha que ellos las requieren e incluso antes y con resultados totalmente confiables. Y también ayuda a los clientes para que tengas certificación de saber si sus productos se encuentran aptos para el consumo humano o no.

La experiencia contribuye con todos los objetivos específicos que se puntualizaron al comenzar este proyecto o tesis, ya que se especificó cuáles eran los procesos idóneos para optimizar los tiempos de espera, mediante las tablas estadísticas se pudo garantizar la entrega de resultados efectivos mediante esta metodología, y se utilizó metodología validada para el análisis de los lomos de atún.

Y sobre todo comprobé la hipótesis de que mediante la modificación del tiempo de análisis pude disminuir el tiempo de entrega de resultados.

Bibliografía

Aviles, D. M. (2002). *Manual de Tecnicas de Analisis Quimico de Alimentos.*Guayaquil.

DR. George W. Latimer, J. (2012). *Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL.* Gaithersburg, Maryland 20877 - 2417. USA: The Association of Official Agricultural Chemists.

DR. George W. Latimer, J. (2012). Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. En J. DR. George W. Latimer, *Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL.* Gaithersburg, Maryland 20877 - 2417: USA: The Association of Official Agricultural Chemists.

DR. George W. Latimer, J. (2012). Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. En J. DR. George W. Latimer, *Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL* (pág. 4.2.02 #24). Gaithersburg, Maryland 20877 - 2417: USA: The Association of Official Agricultural Chemists.

DR. George W. Latimer, J. (2012). Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. En J. DR. George W. Latimer, *Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL.* (pág. 4.5.01 #40). Gaithersburg, Maryland 20877 - 2417: USA: The Association of Official Agricultural Chemists.

DR. George W. Latiner, J. (2012). Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. En J. DR. George W. Latiner, *Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL.* (pág. 4.1.10 #8). Gaithersburg, Maryland 20877 - 2417: USA: The Association of Official Agricultural Chemists.

DR. George W. Latiner, J. (2012). Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL. En J. DR. George W. Latiner, *Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL.* (pág. 4.1.06 #2). Gaithersburg, Maryland 20877 - 2417: USA: The Association of Official Agricultural Chemists.

Fundación Wikimedia, I. (30 de Julio de 2014). *es.wikipedia.org*. Obtenido de es.wikipedia.org: es.wikipedia.org/wiki/Propiedad_organoléptica

Harris. (Mayo de 2005). *www.fao.org*. Recuperado el 8 de Junio de 2014, de www.fao.org: www.fao.org/docrep/field/003/ab489s/ab489s03.htm

INEN, I. E. (1975). *Norma Tecnica Ecuatoriana. CONSERVAS ENVASADAS DE PESCADO DETERMINACION DE NITROGENO BASICO VOLATIL.* Quito.

INEN, I. E. (1975). *Norma Tecnica Ecuatoriana. CONSERVAS ENVASADAS DE PESCADO. ENSAYOS FÍSICOS Y ORGANOLÉPTICOS.* Quito.

ANEXOS

CENIZAS EN ALIMENTOS **REFERENCIA: AOAC 18TH 942.05**

Alcance
Para todo tipo de Alimentos.

Materiales
Tamiz # 18
Crisol de porcelana
Desecador (con silica gel como desecante)

Equipos
Molino/Licuadora
Balanza analítica
Mufla

Patrones de Referencia
Pesas Patrones
Termómetro patrón
Termómetro de trabajo

Condiciones Ambientales
Realizar el análisis en lugar fresco

Desarrollo

- ŏ Preparación de la muestra

Una vez recibida la muestra se procede a homogenizarla como se indica en el procedimiento, y si la muestra es superior al peso requerido para la preparación de la misma se procede a ejecutar el método de cuarteo como se señala en el procedimiento.
Se receptan los 500 g de muestra y se los muele totalmente luego se pasa toda la muestra molida por el tamiz No. 18, o un tamiz que tenga aberturas de 1 mm. de diámetro, y mezclar los 500 g molidos totalmente (si la muestra no puede ser molida reducir a una condición tan fina como sea posible)

- **ŏ**Verificación antes de hacer el análisis

Verificar que la balanza analítica este calibrada antes de su uso.
Verificar la temperatura de la mufla antes del análisis.

ǒ Detallar el método

1. Se enciende la mufla y se coloca a 600ºC, el crisol se tara previamente al análisis a la misma temperatura durante 30 minutos, se lo retira, se deja enfriar en el desecador y se lo pesa hasta llegar a peso constante es decir que el ultimo peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g.,este peso constante es registrado en el formato INSP-LAB-FOR-078

2. .Pesar 2g de muestra, *se anota el peso de la muestra y del crisol* se confirma que la estufa este a 600ºC +/- 2ºC, se somete la muestra a esta temperatura por 2 horas, temperatura que se le controla a intervalos de 30 minutos y esto se registra en el formato INSP-LAB-FOR-034A considerando el factor de corrección que se registra en INSP-LAB-FOR-077 en cada toma de temperatura.

3. Sacar de la mufla el crisol, enfriar en el desecador y pesar hasta llegar a peso constante, es decir que el último peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g. Si no se llega a peso constante se repetirá el procedimiento de regresar el crisol al desecador pesar hasta alcanzar el peso constante

4. Calcular el % de cenizas.

ǒ Resultado, Cálculo, forma de expresar el resultado

$$\% \text{ Cenizas: } \frac{(\text{Peso crisol vacío - Peso crisol con muestra seca}) * 100}{\text{Peso de muestra}}$$

Aseguramiento de calidad

ǒ Criterios de aceptación y rechazo

Por cada lote de muestras (máximo 20 muestras) se corre una muestra control, los datos obtenidos de dicha muestra se grafican en su respectiva carta de control, en la que se indican los límites de alarma (2SD) y los límites de control (3SD)

Los límites de alarma se encuentran en un nivel de 95% de confianza
Si un dato supera el límite de alarma se levanta una acción preventiva

Si un dato supera el límite de control se detiene el análisis, se toma una acción correctiva, se rechazan los resultados de ese lote, y cuando el problema este corregido se reanudan los análisis
Los resultados obtenidos de las réplicas no deben tener una diferencia mayor a 0,7% Si esto sucede se levanta un trabajo no conforme y se hace una tercera réplica para descartar el resultado menos similar
Con los resultados obtenidos de las muestra control, mes a mes se retabulan los límites de control y de alerta

Si se termina la muestra control simplemente se toma una nueva muestra del mismo tipo, se hacen 5 réplicas de las cuales se obtiene su coeficiente de variación el cual tiene que coincidir con el coeficiente de variación de la muestra anterior.(DR. George W. Latiner, Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL., 2012)

HUMEDAD EN ALIMENTOS **REFERENCIA: AOAC 18th 930.15**

Alcance
Para todo tipo de alimentos.

Materiales
Pesa filtro
Desecador (con silica gel como desecante)

Equipos
Molino/Triturador/ Licuadora
Balanza analítica
Estufa de aire

Patrones de Referencia
Pesas Patrones
Termómetro patrón
Termómetro de trabajo

Condiciones Ambientales
Realizar el análisis en lugar fresco

Desarrollo

ŏ Preparación de la muestra

Una vez recibida la muestra se procede a homogenizarla como se indica en el procedimiento, y si la muestra es superior al peso requerido para la preparación de la misma se procede a ejecutar el método de cuarteo como se señala en el procedimiento.

Se receptan los 500 g de muestra y se los muele totalmente luego se pasa toda la muestra molida por el tamiz No. 18, o un tamiz que tenga aberturas de 1 mm. de diámetro, y mezclar los 500 g molidos totalmente (si la muestra no puede ser molida reducir a una condición tan fina como sea posible)

ŏ Verificación antes de hacer el análisis

Verificar que la balanza analítica este calibrada antes de su uso.
Verificar la temperatura de la estufa antes del análisis.

ǒ Detallar el método

Se enciende la estufa y se coloca a 135ºC, el pesa filtro es colocado en la estufa previamente al análisis a la misma temperatura durante 30 minutos, se lo retira, se deja enfriar en el desecador, luego se pesa hasta llegar a peso constante es decir que el ultimo peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g.

1. Pesar 2g de muestra, *se anota el peso de la muestra y el peso del pesa filtro* se confirma que la estufa este a 135ºC +/- 2ºC, se somete la muestra a esta temperatura por 2 horas, temperatura que se le controla a intervalos de 30 minutos.

2. Sacar de la estufa el pesa filtro tapado, enfriar en el desecador y pesar hasta llegar a peso constante, es decir que el ultimo peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g. Si no se llega a peso constante se repetirá el procedimiento de regresar el pesa filtro al desecador pesar hasta alcanzar el peso constante

ǒ Resultado, Cálculo, forma de expresar el resultado

$$\% \text{ Humedad: } \frac{(\text{Peso pesa filtro más muestra- Peso pesa filtro con muestra seca}) * 100}{\text{Peso de muestra}}$$

$$\% \text{ Materia seca: } 100 - \% \text{ Humedad}$$

Aseguramiento de calidad

ǒ Criterios de aceptación y rechazo

Por cada lote de muestras (máximo 20 muestras) se corre una muestra control, los datos obtenidos de dicha muestra se grafican en su respectiva carta de control, en la que se indican los límites de alarma (2SD) y los límites de control (3SD).

Los límites de alarma se encuentran en un nivel de 95% de confianza
Si un dato supera el límite de alarma se levanta una acción preventiva
Si un dato supera el límite de control se detiene el análisis, se toma una acción correctiva, se rechazan los resultados de ese lote, y cuando el problema este corregido se reanudan los análisis
Los resultados obtenidos de las réplicas no deben tener una diferencia mayor a 0,7% Si esto sucede se levanta un trabajo no conforme y se hace una tercera réplica para descartar el resultado menos similar.(DR. George W. Latiner, Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL., 2012)

GRASAS EN ALIMENTOS **REFERENCIA: AOAC 18TH 920.39**

Alcance
Esta técnica es aplicable a todo tipo de alimentos.

Reactivos
Éter anhidro etílico

Materiales
Balones para grasa de 125 ml
Refrigerante
Camisa
Dedal de celulosa
Probeta graduada de 100 ml
Papel filtro

Equipos
Molino/Triturador/ Licuadora
Extractor soxhlet
Balanza analítica
Estufa

Patrones de Referencia
Pesas Patrones
Termómetro patrón
Termómetro de trabajo

Condiciones Ambientales
Realizar el análisis en lugar fresco

Desarrollo

Preparación de la muestra

Una vez recibida la muestra se procede a homogenizarla como se indica en el procedimiento, y si la muestra es superior al peso requerido para la preparación de la misma se procede a ejecutar el método de cuarteo como se señala en el procedimiento.

Se receptan los 500 g de muestra y se los muele totalmente luego se pasa toda la muestra molida por el tamiz No. 18, o un tamiz que tenga aberturas de 1 mm. de diámetro, y mezclar los 500 g molidos totalmente (si la muestra no puede ser molida reducir a una condición tan fina como sea posible)

Verificación antes de hacer el análisis

Verificar que la balanza analítica este calibrada antes de su uso.
Verificar la temperatura de la estufa antes del análisis.

ð Detallar el método

Productos que contienen grandes cantidades de agua como carbohidratos, urea, ácido láctico, glicerol, y otros compuestos pueden interferir con la extracción de la grasa. Si se presentan extraer 2g de muestra pesada y colocarla en un papel dentro de un embudo, pasar 5 porciones de 20ml de agua y luego secar previo a la extracción con éter.

Se enciende la estufa y se coloca a 100ºC +/-2ºC, el balón es colocado en la estufa previamente al análisis a esta temperatura durante 30 minutos, se lo retira, se deja enfriar en el desecador, luego se pesa hasta llegar a peso constante es decir que el ultimo peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g.
Pesar 2g de muestra, secada (135ºC +/- 2ºC por 2 horas), se anota el peso de la muestra y el peso del balón.
Extraer con éter anhidro. Usar un dedal con una porosidad que permita el paso rápido del éter.
Extraer por 4 hrs cuando el goteo sea de 5-6 gotas/ segundo y por 16hrs cuando sea de 2-3 gotas /segundo.
Secar en estufa por 30 minutos a 100ºC, temperatura que se le controla a intervalos de 15 minutos.

Retirar el balón de la estufa, enfriar en el desecador y pesar hasta llegar a peso constante, es decir que el último peso obtenido no debe variar con el anterior en más de 0,0005g. Si no se llega a peso constante se repetirá el procedimiento de regresar el balón al desecador pesar hasta alcanzar el peso constante

ð Resultado, Cálculo, forma de expresar el resultado

%Grasa: (Peso de balón vacío- Peso de balón con residuo de grasa) x 100
Peso de muestra

Aseguramiento de calidad

ð Criterios de aceptación y rechazo
Los resultados obtenidos de cada uno de los duplicados realizados no deben tener una diferencia mayor 0.079 de sR para nivel bajo, 0.09 de sR para nivel medio y 0.35 de sR para nivel alto.
Si esto no sucede se levanta un trabajo no conforme y se hace una tercera réplica para descartar el resultado menos similar.
Por cada lote de muestras (máximo 20 muestras) se corre una muestra control, los datos obtenidos de dicha muestra se grafican en su respectiva carta de control, en la que se indican los límites de alarma (2SD) y los límites de control (3SD).

Los límites de alarma se encuentran en un nivel de 95% de confianza

Si un dato supera el límite de alarma se levanta una acción preventiva

Si un dato supera el límite de control se detiene el análisis, se toma una acción correctiva, se rechazan los resultados de ese lote, y cuando el problema este corregido se reanudan los análisis

Con los resultados obtenidos de las muestra control, se deben re tabular cada 6 meses para obtener así los límites de control y de alerta; en caso de que siga existiendo la misma muestra, caso contrario se elegirá una nueva muestra control de valores y propiedades similares, y se realizaran 5 réplicas de esta matriz, a partir de estos valores se obtiene su coeficiente de variación el cual tiene que coincidir con el coeficiente de variación de la muestra anterior.(DR. George W. Latimer J. , Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL., 2012)

PH EN ALIMENTOS **REFERENCIA: AOAC 18th 981.12**

Alcance
Para todo tipo de conservas vegetales, con ò sin salmuera Para todo tipo de conservas de frutas, con ò sin jarabe o almíbar que se encuentren dentro en los siguientes niveles o rangos: bajo *2 unidades de pH,* medio 3 *unidades de pH* y alto 4*unidades de pH.*

Equipos
Potenciómetro

Patrones de Referencia
Soluciones buffer *2 Certipur 1.99012*
Soluciones buffer *4 Certipur 1.99001*
Muestra control de soluble de limón MC pH-001

Condiciones Ambientales
Realizar el análisis en lugar fresco

Desarrollo

- ŏ Preparación de la muestra

1. Muestras que son mezclas de líquidos y sólidos: Drenar el contenido de la lata o recipiente con muestra por dos minutos en una malla n. 8, con una inclinación de 17 a 20º.
Separar el sólido del líquido, si el líquido presenta un parte aceitosa en lo posible separar la parte acuosa, en esta pare es en la cual se mide el pH, que debe estar aproximadamente a 25º.
Aparte se toma la muestra sólida, drenada, y se tritura haciendo una pasta homogénea, se ajusta la temperatura a 25ºC, y se determina el pH. Por último se mezcla la parte liquida con la pasta obtenida del sólido hasta una consistencia uniforme, se ajusta la temperatura a 25ºC y determinar el pH.
2. Productos en aceites marinados. Separar la parte del aceite de la parte sólida, y convertir la parte sólida en una pasta. Adicionar una pequeña cantidad de agua libre de CO2 si es necesario. Determinar el pH sumergiendo el electrodo en la pasta preparada, ajustando a la temperatura de 25ºC.
3. Productos Semisólidos (pudines, ensaladas de papa, etc.).- Licue para formar una pasta, adicionar 10 a 20 ml de agua libre de CO2 por cada 100g de producto si es necesario. Ajustar la temperatura de la pasta preparada a 25ºC y determinar el pH.
4. Productos de composición especial.- (Antipasto) Remover todo el aceite, y licuar el producto hasta obtener una pasta, adicionar 10 a 20 ml de agua libre de

CO2 por cada 100g de producto, si es necesario, Ajustar la temperatura de la pasta preparada a 25ºC y determinar el pH.

5.Productos líquidos.- *recibidos en envases sellados o re envasados. Tomar una cantidad suficiente de muestra líquida y trasvasarla a un vaso de precipitación, agitarla manualmente o colocarlo en una plancha con agitación, la temperatura de la muestra debe estar a la temperatura del ambiente; una vez homogenizada la muestra determinar el pH sumergiendo el electrodo en el líquido, con la precaución que la temperatura sea cercana a los 25ºC.*

ð **V**erificación antes de hacer el análisis

Verificar que la temperatura en el termómetro de pH metro este a 25ºC, mantener esta temperatura.

Calibrar el pH metro con la ayuda de las soluciones buffer de *2 y 4*.Enjuague el electrodo cada vez que lo utilice.

ð Desarrollo

Sumerja el electrodo en la muestra y lea el pH hasta que se estabilice el valor aproximadamente por 1 minuto.

Enjuague el electrodo y repita el paso anterior con una porción nueva de muestra.

Realice dos tomas de pH por cada muestra, haciendo un movimiento de mezcal antes de cada lectura para la homogenización de la muestra.

ð Resultado, Cálculo, forma de expresar el resultado

Reportar el promedio de las dos lecturas, incluyendo dos números decimales

Aseguramiento de calidad

ð Criterios de aceptación y rechazo

Los resultados obtenidos de cada uno de los duplicados realizados no deben tener una diferencia mayor al $_{CV}$ *R de la validación para cada respetivo nivel.*

Si esto no sucede se levanta un trabajo no conforme y se hace una tercera réplica para descartar el resultado menos similar.

Por cada lote de muestras (máximo 20 muestras) se corre una muestra control, los datos obtenidos de dicha muestra se grafican en su respectiva carta de control, en la que se indican los límites de alarma (2SD) y los límites de control (3SD).

Los límites de alarma se encuentran en un nivel de 95% de confianza

Si un dato supera el límite de alarma se levanta una acción preventiva
Si un dato supera el límite de control se detiene el análisis, se toma una acción correctiva, se rechazan los resultados de ese lote, y cuando el problema este corregido se reanudan los análisis.(DR. George W. Latimer J. , Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, 2012)

PROTEINA EN ALIMENTOS REFERENCIA: AOAC 18TH 954.01

Alcance
En este análisis se ha sustituido el reactivo oxido de mercurio indicado en la fuente de referencia (AOAC 18th 960.52/920.87) por el reactivo sulfato de cobre pentahidratado, para lo cual se han realizado pruebas con ambos reactivos obteniéndose resultados similares en una muestra control de harina de pescado.

En el caso de fertilizantes aplica en aquellos libres de Nitratos.

Reactivos
Ácido sulfúrico - libre de Nitrógeno
Sulfato de cobre pentahidratado - libre de Nitrógeno
Sulfato de potasio - libre de Nitrógeno
Solución de Hidróxido de sodio al 45%
Solución Indicador.- Solución de rojo de metilo al 0,1 % en etanol.
Ácido Sulfúrico 0.1 N valorado
Hidróxido de sodio 0,1N valorado

Materiales
Papel filtro libre de nitrógeno
Tubos de digestión
Matraz Erlenmeyer de 500 ml
Pipeta volumétrica de 50 ml
Bureta de 50 ml

Equipos
Equipo de digestión.- El mismo que caliente lo suficiente para calentar un tubo de digestión de 200 ml, para causar que 15 ml de agua a 25ºC hiervan en > 2 min pero <3 min. Equiv. BUCHI
Aparato de destilación.- Equipo recomendado Parnas-Wagner: Recomendado por el comité de aparatos microquímicos. Equiv. BUCHI
Tubos de digestión.- Usar los tubos regulares del equipo kjeldahl.
Molino/Triturador/ Licuadora
Balanza analítica
Balanza gramera.
Baño de agua

Patrones de Referencia
Pesas Patrones
Sulfato de Amonio concentración 21,22% (grado reactivo)

Condiciones Ambientales
Realizar el análisis en lugar fresco

Desarrollo

ŏ Preparación de la muestra

Una vez recibida la muestra se procede a homogenizarla como se indica en el procedimiento, y si la muestra es superior al peso requerido para la preparación de la misma se procede a ejecutar el método de cuarteo como se señala en el procedimiento.

Se receptan los 500 g de muestra y se los muele totalmente luego se pasa toda la muestra molida por el tamiz No. 18, o un tamiz que tenga aberturas de 1 mm de diámetro, y mezclar los 500 g molidos totalmente (si la muestra no puede ser molida reducir a una condición tan fina como sea posible)

ŏVerificación antes de hacer el análisis

Verificar que la balanza analítica este calibrada antes de su uso.
Verificar que la balanza gramera este calibrada antes de su uso.

Verificación del equipo de destilación. Antes de destilar las muestras se corre blanco de sulfato de amonio que tiene una concentración de nitrógeno conocida.

ŏ Desarrollo

A. En un matraz aforado de 250ml de capacidad pesar:

10g de muestra, adicionar 150 -170ml de agua destilada, luego calentar en baño de maría hasta ebullición, agitar frecuentemente, retirar del baño y enfriar al ambiente. Enrasar el matraz con agua destilada, mezclar el contenido para homogenizar. Filtrar la solución y tomar 25 ml del filtrado para determinar proteínas desde la digestión con ácido sulfúrico.

B. Proteínas Brutas

1. Pesar (0.7-2.2g) de muestra en un pedazo pequeño de papel filtro y colocarlo dentro del tubo de digestión, adicionar 1 g de sulfato de cobre pentahidratado, 15g de SO_4K_2 ó SO_4Na_2 anhidro, y 25ml de H_2SO_4 conc. Si se usa una porción de muestra > 2.2g incrementar 10 ml de H_2SO_4 por cada gramo de muestra. Colocar en el tubo de digestión y calentar suavemente hasta terminar la espuma, digestar hasta que la solución este clara y luego mantener digestando por 30 minutos adicionales (el tiempo total de digestión es aproximadamente 1hora y media).
2. Esperar que se enfríen los tubos. Transferir el tubo de digestión al equipo de destilación y lavar las paredes del tubo una 5 o 6 veces con porciones de 1-2 ml cada uno hasta añadir 25 ml de agua destilada.
3. Con el dispositivo de soda del equipo de destilación añadir 80 ml de soda cáustica hasta llegar a un volumen total de 130 ml.

4. Recoger el destilado en 50 ml de Ácido Sulfúrico 0,1 N*, destilar hasta llegar a un volumen aproximado de 350 ml (hasta que todo el NH3 sea destilado).
5. Añadir unas 5 a 7 gotas del indicador rojo de metilo y titular con NaOH 0,1N hasta el cambio de color de rojo a amarillo que indica el punto final*.

ŏ Resultado, Cálculo, forma de expresar el resultado

$$\%N = \frac{(ml\ l\ H2SO4 \times normalidad\ del\ ácido)\ ï\ (ml\ NaOH \times normalidad\ NaOH)) \times 1.4007}{Peso\ de\ muestra}$$

Proteína = Multiplicar por el factor correspondiente de acuerdo al tipo de producto
Alimentos animales: 6.25

%Proteínas Solubles: (Proteínas solubles/Proteínas brutas) * 100

Aseguramiento de calidad

ŏ Criterios de aceptación y rechazo

Antes de la destilación de las muestras se debe correr un blanco en el equipo de destilación pesando 0.1 g de sulfato de amonio que contiene un porcentaje conocido de nitrógeno libre de 21,22%, con esto sabremos si el equipo está funcionando correctamente y no hay pérdidas de nitrógeno durante la destilación.

Por cada lote de muestras (máximo 20 muestras) se corre una muestra control, los datos obtenidos de dicha muestra se grafican en su respectiva carta de control, en la que se indican los límites de alarma (2SD) y los límites de control (3SD)
Los límites de alarma se encuentran en un nivel de 95% de confianza
Si un dato supera el límite de alarma se levanta una acción preventiva
Si un dato supera el límite de control se detiene el análisis, se toma una acción correctiva, se rechazan los resultados de ese lote, y cuando el problema este corregido se reanudan los análisis(DR. George W. Latimer J. , Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, 2012)