

TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA  
GUTIÉRREZ



DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA Y BIOQUÍMICA

**INFORME TÉCNICO DE RESIDENCIA  
PROFESIONAL**

“VERIFICACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE  
CALIDAD EN LOS PROCESOS AGROINDUSTRIALES DE LA  
EMPRESA BUENAVENTURA GRUPO PECUARIO S.A DE C.V.”

**NOMBRE DEL RESIDENTE:**

MÉNDEZ GÓMEZ MIRTHA

**NO. CONTROL:** 13270804

**CARRERA:** INGENIERÍA QUÍMICA

**ASESOR EXTERNO:**

ING. HENRY MARTÍNEZ MARROQUÍN

**ASESOR INTERNO:**

M.C MIGUEL CID DEL PRADO MARTÍNEZ

**REVISORES:**

M.C ROCÍO FARRERA ALCÁZAR

ING. JORGE ARMANDO GÓMEZ SALINAS

**PERIODO DE REALIZACIÓN:**

ENERO-JUNIO 2018

## **AGRADECIMIENTOS**

Quiero agradecer a DIOS primero que todo por permitirme realizar este proyecto, y por darme la fuerza y el empeño.

A mis padres, quienes han sacrificado todo en la vida para hacer de sus hijos personas emprendedoras y útiles a la sociedad, con su amor incondicional y perseverancia, con su ternura y sabiduría han dispuesto en mi vida los preceptos morales, espirituales y académicos necesarios para la realización de mis sueños

A mis hermanos y abuelos por su apoyo incondicional, ánimo y paciencia.

A mi asesor interno M.C. Miguel Cid del Prado Martínez y asesor externo Ing. Henry Martínez Marroquín por la orientación, la motivación y la supervisión de este proyecto, pero sobre todo por su respaldo y el apoyo recibido durante todo este proceso.

A los revisores del proyecto M.C Rocío Farrera Alcázar y el Ing. Jorge Armando Gómez Salinas por el tiempo y apoyo dedicado en la realización de este proyecto.

También agradezco a Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V empresa dedicada a la reproducción y venta avícola, porcina y de alimentos balanceados, por permitirme realizar un aporte a la industria con el desarrollo de este proyecto.

Al equipo de calidad por su generosidad, compañerismo y apoyo constante en todas las experiencias vividas a nivel laboral y particular durante el tiempo de desarrollo de la práctica profesional.

## RESUMEN

Este informe presenta el desarrollo de la estandarización de las técnicas de calidad en los procesos agroindustriales de la empresa Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V en el laboratorio de diagnóstico de la planta de alimentos balanceados.

Este proyecto detalla los procedimientos realizados para la estandarización de cada técnica así como los resultados obtenidos. Como parte del aseguramiento de resultados, todo método de ensayo debe ser validado y analizado estadísticamente, para lo cual se realizó una serie de ensayos para cada análisis usando en algunos casos materiales de referencia certificado.

Los datos recopilados fueron tabulados y con éstos se realizó un análisis estadístico para determinar que no exista una diferencia significativa entre los resultados de los diferentes métodos, tomando en cuenta que el coeficiente de variación en cada determinación debe ser  $\leq 5\%$  para dar por válido el análisis.

# ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS .....	2
RESUMEN .....	3
ÍNDICE GENERAL .....	4
CAPÍTULO 1: GENERALIDADES DEL PROYECTO .....	10
1.1 INTRODUCCIÓN .....	10
1.2 DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA U ORGANIZACIÓN .....	12
1.2.1 ANTECEDENTES DE LA EMPRESA .....	12
1.3 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	15
1.4 OBJETIVOS .....	15
1.4.1 OBJETIVO GENERAL .....	15
1.4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	15
1.4 JUSTIFICACIÓN .....	16
CAPÍTULO 2: MARCO TEÓRICO .....	17
2.1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS .....	17
2.1.1 MÉTODOS ANALÍTICOS .....	17
2.1.2 VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS .....	21
2.2 ESTANDARIZACIÓN .....	25
3.2 ELEMENTOS NUTRITIVOS EN LA DIETA ALIMENTICIAS DE LOS ANIMALES .....	26
3.2.1 Nutrientes .....	26
3.2.2 ADITIVOS .....	26
3.2.3 INGREDIENTES ALIMENTICIOS .....	28
CAPÍTULO III: DESARROLLO .....	30
3.3 PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS .....	30
3.1.1 CONDICIONES OPERATIVAS DE LOS MÉTODOS .....	30
3.1.2 PATRONES QUÍMICOS .....	31
CAPÍTULO IV: RESULTADOS .....	32
4.1 Patrones Químicos .....	32
4.1.1 Carbonato de Calcio (CaCO <sub>3</sub> ) .....	32

4.1.2	ANKOM TECHNOLOGY .....	34
4.1.3	Comportamiento de la Estufa de secado utilizada en la determinación de humedad por pérdida al secado. ....	37
4.1.4	Oxalato de Sodio .....	41
4.2	VERIFICACIÓN Y ESTÁNDARIZACIÓN DE LOS MÉTODOS FÍSICOQUÍMICOS .....	42
4.2.1	DETERMINACIÓN DE CALCIO EN MINERAL .....	42
4.2.2	DETERMINACIÓN DE CALCIO EN ALIMENTO .....	44
4.2.3	DETERMINACIÓN DE EXTRACTO ETÉREO EN ALIMENTOS .....	46
4.2.3	DETERMINACIÓN DE CENIZAS EN ALIMENTO .....	50
4.2.4	DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN ALIMENTO .....	52
4.2.5	DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN MINERAL .....	54
4.2.6	COMPARACIÓN DE LA ESTUFA DE SECADO CON TERMOBALANZA .....	56
	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	58
	COMPETENCIAS DESARROLLADAS Y/O APLICADAS .....	59
	FUENTES DE INFORMACIÓN .....	60
	ANEXO I: TABLAS DE DATOS PATRONES QUÍMICOS .....	58
	ANEXO II: TABLAS DE DATOS DE VERIFICACIÓN Y ESTÁNDARIZACIÓN DE LOS MÉTODOS FÍSICOQUÍMICOS .....	64
	ANEXO III. EQUIPOS .....	74
	ANEXO IV. FORMULARIO.....	76

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación de los criterios de calidad analítico .....	21
Tabla 2. Parámetros de Control del Carbonato de Calcio para el Aseguramiento Analítico de Calcio en Alimento y Mineral.....	32
Tabla 3. Parámetros de Control del Carbonato de Calcio para el Aseguramiento Analítico de Calcio en Alimento y Mineral.....	33
Tabla 4. Parámetros de Control del ANKOM TECHNOLOGY para el Aseguramiento Analítico de Extracto Etéreo en Alimento utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR.....	35
Tabla 5. Parámetros de Control del ANKOM TECHNOLOGY para el Aseguramiento Analítico de Extracto Etéreo en materias primas utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR.....	36
Tabla 6. Parámetros de Control en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico de Humedad por pérdida al secado utilizando como muestra Pasta de Soya.....	37
Tabla 7. Parámetros de Control en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico de Humedad por pérdida al secado utilizando como muestra Aceite de Palma.....	39
Tabla 8. Parámetros de Control en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico de Humedad por pérdida al secado utilizando Ortofosfato de calcio.....	40
Tabla 9. Normalidad promedio $KMnO_4$ .....	41
Tabla 10. Resultados obtenidos en pruebas con Carbonato de Calcio comercial para la determinación de Calcio en Mineral.....	42
Tabla 11. Resultados obtenidos en ensayos con Harina de ave y pluma para la determinación de Calcio en Alimento.....	44
Tabla 12. Resultados obtenidos en pruebas con Pasta de Soya y Soya Integral para la determinación de Extracto Etéreo en Alimento.....	46
Tabla 13. Resultados obtenidos en pruebas con Harina de ave y pluma para la determinación de Extracto Etéreo en Alimento.....	48
Tabla 14. Resultados obtenidos en pruebas con Harina de ave y pluma para la determinación de Cenizas en Alimento .....	50
Tabla 15. Resultados obtenidos en pruebas con Pasta de Canola en la determinación de Fósforo en Alimento.....	52

Tabla 16. Resultados obtenidos en pruebas con Ortofosfato de Calcio en la determinación de Fósforo en Alimento. ....	54
Tabla 17. Resultados obtenidos en pruebas con Ortofosfato de Calcio en la determinación de Fósforo en Alimento. ....	56
Tabla 18. Datos Recuperación de Carbonato de Calcio para Aseguramiento Analítico de Calcio en alimento y mineral de acuerdo a la NMX-Y-021-SCFI-2003.....	58
Tabla 19. Datos Recuperación de Carbonato de Calcio para Aseguramiento Analítico de Calcio en alimento y mineral de acuerdo a la NMX-341-SCFI-2006.....	59
Tabla 20. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en estándar ANKOM TECHNOLOGY para Aseguramiento Analítico de Extracto Etéreo en Alimento utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR.....	60
Tabla 21. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en el ANKOM TECHNOLOGY para Aseguramiento Analítico utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR.....	60
Tabla 22. Datos comportamiento de temperatura en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico en la determinación de Humedad por pérdida al secado.....	61
Tabla 23. Datos Recuperación de Calcio en muestra de Carbonato de Calcio grado comercial utilizando filtro de fibra de vidrio Whatman No.1 fabricado en China....	64
Tabla 24. Datos Recuperación de Calcio en muestra de Carbonato de Calcio grado comercial utilizando filtro de fibra de vidrio Whatman No.1 fabricado en Inglaterra.....	65
Tabla 25. Datos Recuperación de Calcio en muestra de Harina de Ave y Harina de pluma en la determinación de Calcio en Alimentos.....	66
Tabla 26. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en muestras de Pasta de Soya y Soya Integral utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR.....	67
Tabla 27. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en muestras de Harina de ave y Harina de pluma utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR.....	68
Tabla 28. Datos Recuperación de Cenizas en muestras de Harina de ave y Harina de pluma utilizando el equipo MUFLA.....	69
Tabla 29. Datos Recuperación de Fósforo en muestra de Pasta de Canola en la determinación de Fósforo en Alimento utilizando el equipo ESPECTROFOTÓMETRO .....	70

Tabla 30. Datos Recuperación de Fósforo en muestra de Ortofosfato de Calcio en la determinación de Fósforo en Mineral utilizando el equipo ESPECTROFOTÓMETRO..... 71

Tabla 31. Datos obtenidos en la comparación de humedad en la estufa de secado y termobalanza.....72



## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1. Datos obtenidos de Recuperación de Calcio en Carbonado de Calcio ...	33
Gráfico 2. Datos obtenidos de Recuperación de Extracto Etéreo en el equipo ANKOM EXTRACTOR.....	35
Gráfico 3. Datos obtenidos de Recuperación de Extracto Etéreo en el equipo FOSS EXTRACTOR.....	36
Gráfico 4. Datos obtenidos del comportamiento de temperatura en la estufa de secado utilizando como muestra Pasta de Soya .....	38
Gráfico 5. Datos obtenidos del comportamiento de temperatura en la estufa de secado utilizando muestra de Aceite de Palma.....	39
Gráfico 6. Datos obtenidos del comportamiento de temperatura en la estufa de secado utilizando como muestra Ortofosfato de calcio.....	40
Gráfico 7. Datos obtenidos de los datos en la Determinación de calcio en Mineral utilizando Carbonato de Calcio Comercial.....	43
Gráfico 8. Datos obtenidos de los datos en la Determinación de calcio en Alimento en muestras de Harina de ave y pluma.....	45
Gráfico 9. Datos obtenidos en la determinación de Extracto Etéreo en Alimento utilizando en equipo ANKOM EXTRACTOR.....	47
Gráfico 10. Datos obtenidos en la determinación de Extracto Etéreo en Alimento utilizando en equipo FOSS EXTRACTOR.....	49
Gráfico 11. Datos obtenidos en la determinación de Cenizas en Alimento utilizando el equipo MUFLA.....	51
Gráfico 12. Datos obtenidos en la determinación de Fósforo en Alimento utilizando el equipo Espectrofotómetro.....	53
Gráfico 13. Datos obtenidos en la determinación de Fósforo en Mineral con muestra de Ortofosfato de Calcio.....	55
Gráfico 14. Datos obtenidos en la comparación de humedad en estufa de secado y termobalanza.....	57

# **CAPÍTULO 1: GENERALIDADES DEL PROYECTO**

## **1.1 INTRODUCCIÓN**

El análisis fisicoquímico implementado a nivel de laboratorios de ensayo comprende la aplicación de una o varias técnicas elaboradas bajo la influencia del método científico; en el contexto de la evolución de las pruebas de “ensayo y error”; en donde se busca establecer en forma objetiva la mejor aproximación de uno o varios parámetros de un material a un valor real, ya sea cualitativa o cuantitativamente, para ampliar el conocimiento y la visión que se tiene de los criterios que enmarcan la solución de algún problema relacionado con la naturaleza y el uso final que se pretende dar a dicho material.

La inclusión del uso de las técnicas, las metodologías, los instrumentos, los insumos, los equipos, los materiales de referencia y de los analistas en la estimación de la información requerida inevitablemente hace que los datos obtenidos de los diferentes tipos de materiales estén sujetos a una incertidumbre propia en todas las mediciones de los ensayos, hecho que puede representar pérdidas económicas notables en el contexto industrial si no se conoce un nivel de confianza significativo de los datos emitidos por el sistema de control de calidad, en cuanto no se hayan asegurado y verificado las técnicas puesto que existen parámetros enunciados por las entidades normativas; a nivel nacional e internacional; que rigen las características de calidad del producto terminado para garantizar la seguridad y el bienestar de los consumidores.

Es de notar que para poder sustentar métodos de ensayo basados en los métodos de referencia validados existe una etapa previa que contempla la verificación de las técnicas empleadas en el laboratorio mediante el desarrollo de series de datos sucesivos a partir de matrices que pueden ser reales, es decir con muestras de los materiales que normalmente serán sometidos a análisis de rutina, o con matrices certificadas, o sea materiales que poseen las mismas características que las matrices a analizar y de los cuales se cuenta con una comprobación sustentable de la proporción de cada analito presente, con lo cual, es posible evidenciar la eficiencia de los equipos utilizados para cada método. Entonces teniendo series de datos obtenidas bajo condiciones similares es posible asumir una distribución normal e implementar los criterios básicos de la estadística descriptiva para definir las características de validación e implementar cartas o gráficos de control que permitan evaluar la variabilidad de los resultados dentro de los límites de control establecidos de acuerdo al promedio, la desviación estándar, coeficiente de variación, etc... y de esta forma esbozar a partir de las tendencias de los datos el comportamiento del método como tal, la confiabilidad de los datos emitidos por los equipos, la confiabilidad de los datos obtenidos mediante el trabajo de un analista,

la confiabilidad de los datos obtenidos durante el tiempo, la calidad de los reactivos involucrados y los atributos de validación necesarios.

Entonces cuando ya se tienen normalizadas o verificadas las técnicas, los laboratorios deben evidenciar que cuentan con patrones certificados e instrumentos calibrados que se interconectan entre sí hasta llegar al patrón físico fundamental<sup>1</sup>, para asegurar que se parte de mediciones confiables y trazables de equipos e instrumentos debidamente verificados y calibrados.

Considerando lo anteriormente descrito con referencia a la verificación de los métodos de ensayo en laboratorios de control de calidad, la estandarización y aseguramiento de las técnicas y el establecimiento del programa de calidad analítica se tiene que mediante el proyecto **VERIFICACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE CALIDAD EN LOS PROCESOS AGROINDUSTRIALES DE LA EMPRESA BUENAVENTURA GRUPO PECUARIO S.A DE C.V.** realizado en las instalaciones de la empresa Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V ubicada en el Km 82 carretera Tuxtla- Villaflores, se ha establecido el montaje de un programa modelo de mejoramiento continuo para el laboratorio de control de calidad con el objeto de brindar información confiable y válida al resto de la compañía, que soporta la toma de las decisiones en la información emitida por las personas encargadas del control y el aseguramiento de la calidad en las diferentes líneas del proceso productivo, para finalmente brindar a los consumidores un producto de excelencia.

## **1.2 DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA U ORGANIZACIÓN**

### **1.2.1 ANTECEDENTES DE LA EMPRESA**

Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V está ubicada en el km 82 en la carretera Tuxtla-Villaflores, cuenta con planta de alimentos, área de producción, de administración, transportes y cerdos, de compras, planta procesadora, ventas, ingeniería, contraloría general y el área de recursos humanos representados con sus gerencias respectivamente.

Buenaventura es una empresa fundada en 1969 en Villaflores, Chiapas. Siempre bajo la filosofía de ofrecer lo mejor a sus consumidores, a través de un ambiente de trabajo sano y motivante.

Ofrece un amplio portafolio en el ramo alimenticio, abarcando diversas soluciones en la categoría del pollo: desde la gallina progenitora, reproductora y huevo fértil, y pollo de engorda con distintas presentaciones en el procesamiento del producto terminado.

Asimismo, tiene una importante participación en la industria porcícola con cerdo vivo.

Cuenta con las siguientes certificaciones:

Procedimientos confiables en el manejo y elaboración de productos de óptima calidad

- ISO 9002:1994
- OHSAS 18000:2007

Inocuos (Seguridad higiénica)

- Certificación TIF
- ISO 22000:2005
- Certificado “ DEL CODEX ALIMENTARIUS PARA LA APLICACIÓN DE SISTEMA HACCP”

Medio ambiente

- PROFEPA “Industria Limpia”
- ISO 14001:2004

### 1.2.2.1 POLÍTICA, MISIÓN Y VISIÓN (LABORATORIO DE DIAGNÓSTICO)

- **Política**

Satisfacer plenamente las necesidades del cliente, enlazando todos los esfuerzos tecnológicos y administrativos para hacer realidad este fin. Comprometiéndonos socialmente con el bienestar, la salud, la seguridad y el desarrollo de toda la comunidad que integra nuestra empresa, así como la preservación del medio ambiente y los recursos, aplicando la normatividad correspondiente.

- **Misión**

Dentro de un entorno enfocado a dar soporte a la productividad, buscamos con nuestra gente alcanzar los objetivos trazados mediante un alto desarrollo personal y profesional, con responsabilidad, vocación de servicio y trabajo en equipo en total apego a principios éticos, que garanticen a la sociedad servicios de la más alta calidad y que satisfaga plenamente las necesidades de todos nuestros clientes.

- **Visión**

Nuestra visión es preservar las más altas normas de calidad en nuestros diagnósticos, para servir como apoyo a los técnicos y productores pecuarios, tanto en la solución de problemas, como en la planeación de pruebas y proyectos de investigación, que permitan garantizar el liderazgo y la rentabilidad de sus negocios, así como la preservación de la salud de los animales, en beneficio de todos los consumidores.

### 1.2.2.2 LOGOTIPO DE LA EMPRESA



### **1.2.2.3 DESCRIPCIÓN DEL ÁREA DE LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS BALANCEADOS**

En el área de laboratorio de control de calidad se efectúa una gran variedad de análisis a materias primas, ingredientes y productos terminados con fines de evaluación.

Se realizan análisis fisicoquímicos como son: determinación de humedad, contenido de grasa, proteína, calcio y fósforo, medición de acidez, pH, peróxido, así como análisis toxicológicos bajo Normas Oficiales Mexicanas.

Se desarrollan diferentes procedimientos para asegurar la calidad de los resultados como es el verificar el funcionamiento correcto de los equipos, ingresar un estándar certificado y realizar el análisis de las muestras por duplicado.

El laboratorio cuenta con equipos e instrumentos tales como: Extractor automatizado de grasa, sistema para la determinación de nitrógeno, espectrofotómetro US-VIS, analizador de Nitrógeno/ Proteína por combustión (equipo LECO), equipo de espectroscopia en Infrarrojo Cercano o NIR, estufas de secado, termobalanzas, balanzas analíticas, centrifuga, muflas, etc.

## **1.3 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

Verificar y estandarizar los métodos implementados en el laboratorio de control de calidad de la planta de alimentos balanceados en la empresa BUENAVENTURA GRUPO PECUARIO S.A DE C.V, con base en los programas oficiales de validación de métodos para confirmar la equivalencia de los resultados, los cuales, son indicadores primordiales en la toma de las decisiones internas de procesamiento a y también son indicadores de los requisitos legales con los cuales deben cumplir para garantizar un producto de óptima calidad a los consumidores.

Asimismo elaborar un manual con las técnicas de calidad de los análisis químicos y toxicológicos, verificando que el contenido esté de acuerdo a lo establecido en las normas correspondientes.

## **1.4 OBJETIVOS**

### **1.4.1 OBJETIVO GENERAL**

Verificar y estandarizar las técnicas de calidad aplicadas en el análisis de la materia prima, ingredientes y alimento terminado de la empresa Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V.

### **1.4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Elegir la matriz de alimento y/o materia prima adecuada para la validación del análisis.
- Realizar los estudios de Repetibilidad y Reproducibilidad en el análisis químicos de la materia prima, ingredientes y alimento terminado.
- Establecer los indicadores propios de cada técnica para determinar el grado de cumplimiento del método, utilizando como trazadores materiales de referencia y matrices reales que garanticen la trazabilidad o rastreabilidad de cada método.
- Asegurar la calidad de los resultados analíticos mediante la implementación y el uso regular de materiales de referencia en la aplicación de los métodos

## 1.4 JUSTIFICACIÓN

El control de calidad consiste en realizar mediciones de parámetros a un producto determinando si los valores obtenidos se encuentran dentro de las especificaciones preestablecidas.

Dicho control de calidad es aplicado a los productos utilizados por una empresa, ya se trate de productos finales, intermediarios o materias primas.

Cuando se comenten errores en los análisis se puede caer en el riesgo de rechazar materia prima o alimento terminado generando gastos innecesarios cuando la principal fuente de variación es derivada por no seguir una guía establecida o por error en el sistema de medición.

Dada la importancia de estas mediciones, el siguiente proyecto obedece a la necesidad de la empresa BUENAVENTURA GRUPO PECUARIO S.A de C.V (Planta de alimentos balanceados) para estandarizar las técnicas de calidad conforme a lo descrito en las Normas Oficiales Mexicanas y los Métodos Oficiales de Análisis, asegurando así el cumplimiento del Plan de Calidad.

Se deberá llevar a cabo diversos análisis y se evaluará las técnicas implementando la Repetibilidad y Reproducibilidad de la metodología propuesta.

La aplicación de la Repetibilidad y Reproducibilidad ayudará a determinar cuál es el porcentaje de variación en el análisis.

Por ello se solicitó el apoyo técnico de un residente para llevar a cabo las pruebas de los análisis que garanticen la estandarización de las técnicas y así asegurar el cumplimiento de los estándares de calidad a los que son sometidos los análisis fisicoquímicos y toxicológicos que dicha empresa elabora.



## **CAPÍTULO 2: MARCO TEÓRICO**

### **2.1 FUNDAMENTOS TEÓRICOS**

La validación de los diversos métodos analíticos, en concordancia con lo expresado en la ISO N.T.C 17025 (Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, 2005-10-26) consiste en confirmar, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto.

Es preciso contemplar en forma teórica y generalizada los aspectos más relevantes considerados en la validación de los métodos analíticos en armonía con las exigencias estipuladas para el cumplimiento y garantía de los resultados emitidos como parámetros de calidad, planteando la temática dentro de los siguientes componentes:

#### **2.1.1 MÉTODOS ANALÍTICOS**

Los métodos analíticos pueden ser comprendidos como los recursos elementales usados en un laboratorio con los cuales se busca determinar la presencia o la cantidad esperada de un analito de interés particular sobre una matriz específica en condiciones establecidas previamente. Además, para que la identificación y/o cuantificación del analito de interés sea válida es imprescindible que dicho método se encuentre reconocido antes de su implementación, ya sea porque sigue los lineamientos de la normativa internacional o por que se ha desarrollado todo un proceso de validación primaria o secundaria, por lo cual es prioritario que el laboratorio defina los estándares de calidad de la metodología analítica para poder garantizar la fiabilidad o confiabilidad de las medidas y de los resultados obtenidos.

De acuerdo a lo anterior, es importante contar con una clara comprensión de los parámetros o indicadores de calidad así como de su relación con el sistema de aseguramiento de la calidad y buenas prácticas de laboratorio, debidamente documentado con el cual se respalda la confiabilidad de los resultados.

Por otra parte se tiene que, en términos generales, el analito que se busca identificar o cuantificar es la cantidad particular sometida a medición, que para el caso particular y dependiendo del método, corresponde a los componentes o las macromoléculas presentes en la composición de las diferentes muestras de materias primas, materias en proceso o producto terminado, las cuales son sometidas a un análisis diferente para cada caso que debe tener un nivel de confiabilidad garantizado.

En efecto, la determinación confiable de dicho analito; estimados como indicadores de calidad en los procesos productivos; representa una medida de notable importancia para la comprensión del comportamiento de las variables inherentes a los procesos puesto que es posible hacer estimaciones y/o tomar determinaciones a nivel macro con base en la cuantificación del analito, es decir se pueden estimar rendimientos, comparar materiales contra especificaciones o límites establecidos, o estimar valores monetarios.

### **2.1.1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS MÉTODOS ANALITICOS**

De acuerdo a la variedad de ensayos analíticos existentes, se hace necesario establecer categorías que faciliten el estudio y reconozcan el tipo de información que se requiere para la validación de un método analítico, para efecto de validación de metodología analítica tanto para el área de fisicoquímica como de microbiología, se tienen los siguientes métodos analíticos:

- Según alcance
- Tamaño de muestra
- Concentración de analito
- Precisión y exactitud
- Trazabilidad
- Jerarquía

#### **2.1.1.1.1 Según el Alcance**

- Métodos Racionales: son aquellos que son específicos para un analito o grupo de analitos.
- Métodos Empíricos o Aproximados: cuando el valor está definido por el procedimiento y la exactitud está determinada por definición.
- Métodos Determinativos: cuando a través de ellos se cuantifica el contenido de un analito.
- Métodos Confirmativos: aquellos que son capaces de verificar la identidad del analito.
- Métodos Cuantitativos: aquellos cuya respuesta es la cantidad de un analito medido directamente como masa, volumen, recuento de organismos, o indirectamente por medida de absorbancia de un cromógeno, en una cierta cantidad de muestra.
- Métodos Cualitativos: aquellos cuya respuesta es solamente la presencia o ausencia de un analito cuya detección puede ser directa o indirecta en una cierta cantidad de muestra.
- Métodos Semicuantitativos: aquellos cuya respuesta es presencia o ausencia del analito pero tiene establecidos intervalos de respuesta, en algunos casos diferencial según el rango de concentración del analito. Permite posteriormente aplicar un método cuantitativo con un tamaño de muestra que

contenga el analito en concentración adecuada según las características del método.

- Métodos Absolutos: los que se desarrollan y aplican exclusivamente con el uso de estándares primarios de referencia y estándares certificados.
- Métodos Relativos: se basan en el uso de estándares químicos, patrones y sustancias patrón.

#### **2.1.1.1.2 Según el Tamaño de la Muestra**

- Microanálisis: en el cual el tamaño de muestras utilizadas ha sido reducido en proporciones significativas.
- Semi microanálisis: en el que se ha escalado desde un método tradicional de macro análisis a fracciones cercanas (1/2, 1/4...)
- Macroanálisis: métodos tradicionales en que se utilizan cantidades grandes de muestra y reactivos involucrados en el proceso.

#### **2.1.1.1.3 Según Concentración del Analito**

- Análisis de Macronutrientes: métodos en los cuales independiente del tamaño de la muestra el analito se encuentra en cantidades suficientemente altas como para ser detectado con exactitud y precisión adecuadas aplicando diferentes fundamentos analíticos.
- Análisis de Micronutrientes: métodos en los cuales se hace necesario aplicar fundamentos analíticos de mayor sensibilidad y el tamaño de la muestra hace parte de las limitantes de la determinación.
- Análisis de Trazas: métodos en los cuales la preparación de la muestra es un aspecto crítico ya que se busca recuperar altas concentraciones de un analito en volúmenes bajos de solución, adicionalmente se requiere el uso de equipos cuya sensibilidad de respuesta sea alta.

#### **2.1.1.1.4 Según su Precisión y Exactitud**

- Métodos Clase A: aquellos cuya relación Precisión / Exactitud es menor de 0.01% y se clasifican como P/E Muy Alta.
- Métodos Clase B: aquellos cuya relación Precisión / Exactitud se encuentra entre 0.01 y 0.1% y se clasifican como P/E Alta.
- Métodos Clase C: aquellos cuya relación Precisión / Exactitud se encuentra entre 0.1 y 1% y se clasifican como P/E Intermedia.
- Métodos Clase D: aquellos cuya relación Precisión / Exactitud se encuentra 1 y 10% y se clasifican como P/E Baja.

- Métodos Clase E: aquellos cuya relación Precisión / Exactitud se encuentra entre 10 y 35% y se clasifican como P/E Semicuantitativo.
- Métodos Clase F: aquellos cuya relación Precisión / Exactitud es superior a 35% y se clasifican como P/E Cualitativo.

#### **2.1.1.1.5 Según su Trazabilidad**

- Métodos Absolutos: son los que se encuentran relacionados directamente con patrones fundamentales (gravimétricos), son contrastados con la magnitud fundamental.
- Métodos Estequiométricos: son aquellos que se encuentran relacionados directamente con estándares químicos primarios (elementos, compuestos). La instrumentación requiere calibración frente a patrones químicos (mol, isótopos)
- Métodos Relativos: son métodos fundamentalmente comparativos, requieren estandarización de la respuesta instrumental frente a patrones conocidos. La respuesta de las muestras se compara con la de estándares utilizados en diferentes concentraciones. Se requiere de curvas de calibración.

#### **2.1.1.1.6 Según la Jerarquía y Calidad Propia del Método**

- Métodos Estándar de Referencia (Official Methods, Gold Standard): son aquellos requeridos por ley o por regulación de agencias gubernamentales, o industrias reguladas por una agencia gubernamental. Son métodos cuya exactitud y precisión son conocidas y demostradas. Han sido designados como métodos aprobados para ser utilizados en análisis regulatorios.
- Métodos Estándar (Standard Methods): estos tienen una precisión conocida y contrastada. Han sido desarrollados por organismos de prestigio internacional como la American Society for Testing and Materials ASTM, Association of Official Analytical Chemist AOAC, Bacteriological Analytical Manual BAM, Estos métodos involucran los estudios colaborativos o procedimientos similares de validación de métodos. Tanto estos como los oficiales son validados antes de ser publicados.
- Métodos Rápidos o de Barrido (Screening): son métodos cualitativos o semicuantitativos que se usan frecuentemente para determinar la presencia o ausencia de un analito específico en una forma práctica, rápida y oportuna para determinarlo en un gran número de muestras, sin embargo en algunos casos es necesario recurrir a un método de confirmación. Deberán ser validados y contrastados con métodos tradicionales más exactos y en matrices para poder emitir resultados confiables.

- **Métodos de Revistas Analíticas. (Literature methods):** son aquellos que se publican en revistas de prestigio generales y específicas, los cuales para ser aplicados deben ser sometidos a un cuidadoso proceso de validación.
- **Métodos Desarrollados por el Laboratorio (In house Developed methods):** los cuales deberán tener un soporte técnico y científico adecuado y deberán ser validados en las condiciones del laboratorio y posteriormente verificados mediante ensayos de eficiencia interlaboratorios. Normalmente se desarrollan para trabajos muy específicos de aplicación rutinaria dentro de un laboratorio para atender una necesidad analítica particular.
- **Métodos Modificados:** son generalmente métodos estándar u oficiales que se han modificado en el laboratorio para usarlo en matrices diferentes de aquellas para las que fueron validados originalmente o para eliminar interferencias de algunas matrices complejas.
- **Métodos de rutina:** se trata generalmente de métodos oficiales o estándar que se han adaptado para el uso permanente en el laboratorio en un trabajo habitual y repetitivo sobre muestras prácticamente iguales.
- **Métodos internos:** se pueden desarrollar en un laboratorio para requerimientos particulares, reconociendo que se requiere de una validación, que incluya un estudio colaborativo. Muchos de los anteriores pueden ser métodos automatizados.
- **Métodos Automatizados:** son aquellos que buscan disminuir al máximo los riesgos de errores aleatorios del operador y además incrementar notablemente la velocidad de respuesta. Estos métodos deberán ser validados y verificados contra los métodos estándar o de referencia para garantizar que la automatización no vaya en detrimento de la calidad del resultado analítico.

## 2.1.2 VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS ANÁLITICOS

La validación de un método analítico es la demostración formal del comportamiento de un método fundamentado en una serie de indicadores básicos, tales como: exactitud, precisión, sensibilidad, intervalo lineal, selectividad y robustez con el objeto de resolver una incertidumbre analítica en particular. La Tabla 1 muestra que estos criterios de calidad pueden ser de tipo estadístico o bien de tipo operativo / económico.

**Tabla 1. Clasificación de los criterios de calidad analíticos**

TIPO ESTADÍSTICO	TIPO OPERATIVO/ECONÓMICO
Veracidad, Trazabilidad	Inversión
Precisión, Incertidumbre	Mantenimiento
Representatividad	Rapidez
Sensibilidad	Facilidades de Uso
Selectividad	Simplicidad
Robustez	

Límite de detección	
Límite de cuantificación	

**Fuente:** (Sánchez Maroto, 2002)

La validación de las metodologías, junto a otras actividades englobadas en el control del aseguramiento de la calidad, permite demostrar a los laboratorios que sus métodos analíticos proporcionan resultados fiables.

Por lo tanto el proceso de validación debe evidenciar que las condiciones propias del método cumplen con las exigencias para las cuales fue diseñado, entonces los parámetros a considerar varían según las exigencias legales de diferentes organizaciones y fundamentalmente del método analítico seleccionado y el uso para el cual está previsto.

Está admitido internacionalmente que un laboratorio deba tomar las medidas pertinentes para asegurarse de que es capaz de producir, y de que produce efectivamente, datos con el nivel necesario de calidad en donde dichas medidas comprenden el empleo de métodos de análisis validados, además en el ámbito de aplicación de la normativa nacional se establecen los requisitos generales para la competencia en la realización de ensayos o de calibraciones, incluido el muestreo contemplando los ensayos y las calibraciones que se realizan con métodos normalizados, métodos no normalizados y métodos desarrollados por el propio laboratorio. Por su parte, el grado de validación requerido dependerá básicamente de la historia de uso del método y del ámbito donde éste se aplique, puede ir desde una simple comprobación hasta una validación completa.

Entonces se ve a la necesidad de utilizar métodos validados para el desarrollo de las técnicas en concordancia con una serie de factores definitivos en el momento de garantizar la confiabilidad de los resultados analíticos, tales factores son: los planes de muestreo y manejo de las muestras, calibración y mantenimiento de los equipos, las condiciones ambientales, los procedimientos operativos, la conservación y el uso de los reactivos, la capacitación del personal e instalaciones apropiadas.

### **5.2.1 Incertidumbre y Garantía de Calidad Analítica**

La validación de métodos emplea un conjunto de pruebas que demuestran todas las hipótesis en las que se basa el método analítico, y establecen y documentan las características de rendimiento de un método, demostrando así si dicho método es adecuado para un propósito analítico particular. Las características de rendimiento de los métodos analíticos son, entre otras: la aplicabilidad, la selectividad, el calibrado, la veracidad, la fidelidad, la recuperación, el rango de funcionamiento, el límite de cuantificación, el límite de detección, la sensibilidad y la robustez.

En términos estrictos, la validación debe hacer referencia a un 'sistema analítico', y no a un 'método analítico', ya que el sistema analítico incluye un protocolo de método definido, un rango de concentración definido para el analito y un tipo

específico de material de prueba. La validación de métodos se considera diferente de las actividades que se realizan repetidamente, como el control de calidad interno (CCI) o los ensayos de aptitud.

La validación de métodos se lleva a cabo una vez, o a intervalos relativamente infrecuentes, durante la vida útil de un método; esto indica qué rendimiento se puede esperar del método en el futuro. El CCI muestra cuál ha sido el comportamiento del método en el pasado.

### **5.2.2 Referentes Normativos**

Según la norma NTC-ISO-IEC 17025 (Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y de Calibración) los laboratorios deben validar todos los métodos que se utilicen en el laboratorio, tanto los desarrollados por ellos mismos como aquellos procedentes de fuentes bibliográficas o desarrolladas por otros laboratorios. Así mismo el laboratorio debe validar todo el procedimiento analítico teniendo en cuenta el intervalo de concentraciones y de matrices de las muestras de rutina.

Una forma de denominar la validación de un método es un proceso mediante el que se establece que el método es aplicado correctamente y los resultados generados son de calidad aceptable. La validación de métodos involucra la determinación de parámetros estadísticos para poder decidir si el método es apto o adecuado para un propósito específico.

### **5.2.3 Atributos de los Métodos**

La demostración objetiva del cumplimiento de los requisitos exigidos para los cuales fue desarrollado cada uno de los métodos, se hace mediante la determinación estadística de los atributos, siendo estos conceptos los que permiten evaluar la tendencia de los datos que para el caso de las mediciones repetitivas en la estimación de los analitos resulta ser una distribución normal, tales atributos son:

- **Exactitud:** Es el grado de proximidad entre una medida y el valor verdadero o esperado, es igual a la recuperación. También se puede considerar como el grado de correspondencia entre la respuesta obtenida por el método de referencia y la respuesta obtenida por el método alternativo en muestras idénticas.

A menudo se puede considerar que un experimento de exactitud es un ensayo práctico de la aptitud del método de medición normalizado. Uno de los principales propósitos de la normalización es eliminar las diferencias entre usuarios (laboratorios) tanto como sea posible, y los datos suministrados por un experimento de exactitud revelarán cuán efectivamente se ha alcanzado este propósito. Las diferencias pronunciadas en las varianzas intralaboratorio o entre las medias de los laboratorios pueden indicar que el método de medición normalizado todavía no es suficientemente detallado y que

posiblemente se puede mejorar. Si es así, conviene informar acerca de esto al organismo de normalización y solicitar a éste una investigación adicional.

- **Precisión:** Es el grado de proximidad entre resultados de ensayos que se efectúan repetitivamente y en forma independiente, bajo condiciones estipuladas. Es igual a la reproducibilidad y está determinada por el coeficiente de variación.
- **Desviación Estándar:** Corresponde a la relación entre el promedio la desviación estándar de los datos, se expresa en porcentaje como el coeficiente de variación ( $CV \% = 100 * \text{desviación estándar} / \text{promedio}$ ).
- **Varianza:** Es una constante que representa una medida de dispersión media de una variable aleatoria X, respecto a su valor medio o esperado. Puede interpretarse como medida de "variabilidad" de la variable. Determina si existe diferencia entre los promedios de valores de analitos y los valores numéricos.
- **Coeficiente de Variación:** Se define como la relación existente entre la desviación estándar de los datos y el valor medio de los mismos y se expresa en porcentaje. El coeficiente de variación exigido depende de las unidades de concentración en que se encuentra el analito (Gráfica de HORWITZ).
- **Repetibilidad:** Grado de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo elemento medido realizadas bajo las mismas condiciones de medición.
- **Reproducibilidad:** Grado de concordia entre los resultados de las mediciones en el mismo elemento medido realizadas bajo condiciones de medición alteradas. Se calcula el coeficiente de variación del método y se compara con el de la literatura.
- **Linealidad:** Obedece a la capacidad del método de producir resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito en la muestra, refiriéndose a la proporcionalidad entre la concentración y la señal recibida, se debe verificar si en el laboratorio se cumple el rango y tipo de linealidad que reporta la literatura del método.
- **Rango de Linealidad:** Es el intervalo de concentración del analito dentro del cual es confiable cualquier resultado obtenido y sobre el cual se pueden aplicar las herramientas estadísticas, gráficas y matemáticas que permitan emitir un resultado final. Esto aplica en los métodos en los que se ha demostrado que la respuesta es lineal. .



- **Coefficiente de Correlación:** Es el ajuste a un modelo lineal, este debe ser cercano a 1, si es (+) positivo es directamente proporcional y si da (-1) es inversamente proporcional.
- **Sensibilidad:** Es una medida del factor de respuesta del instrumento como una función de la concentración. Normalmente se mide como la pendiente de la curva de calibración. Como valor se puede reportar el promedio para las curvas obtenidas en los ensayos de estandarización y en la medición de muestras y en la medición de muestras, indicando su desviación estándar.
- **Robustez:** Es una medida de la capacidad del método para no ser afectado por pequeños cambios deliberados en sus parámetros y provee una indicación de su confiabilidad durante su uso normal.

## **2.2 ESTANDARIZACIÓN**

Se conoce como estandarización al proceso mediante el cual se realiza una actividad de manera standard o previamente establecida. El término estandarización proviene del término standard, aquel que refiere a un modo o método establecido, aceptado y normalmente seguido para realizar determinado tipo de actividades o funciones. Un estándar es un parámetro más o menos esperable para ciertas circunstancias o espacios y es aquello que debe ser seguido en caso de recurrir a algunos tipos de acción.

Al mismo tiempo, esta idea supone la de cumplir con reglas que, si bien en ciertos casos pueden estar implícitas, en la mayoría de las oportunidades son reglas explícitas y de importante cumplimiento a fin de que se obtengan los resultados esperados y aprobados para la actividad en cuestión. Esto es especialmente así en el caso de procedimientos de estandarización que se utilizan para corroborar el apropiado funcionamiento de maquinarias, equipos o empresas de acuerdo a los parámetros y estándares establecidos.

La estandarización de un método analítico es un proceso riguroso que dependiendo de la técnica analítica a la que pertenezca el método, la matriz, el analito, la cantidad de parámetros de estandarización, y de la logística empleada para su desarrollo, puede requerir un tiempo más o menos considerable (en algunos casos puede superar los seis meses).

Estandarizar un método de análisis consiste en verificar y documentar, que éste conduzca con un alto grado de seguridad, a la obtención de resultados precisos y exactos dentro de las especificaciones y los atributos de calidad previamente establecidos. La estandarización de las metodologías analíticas, junto con otras actividades englobadas en la gran área del aseguramiento de la calidad permite conseguir calidad, otorgando la confianza necesaria a la vez que confieren un grado elevado de comparabilidad entre los resultados de los análisis químicos

## **3.2 ELEMENTOS NUTRITIVOS EN LA DIETA ALIMENTICIAS DE LOS ANIMALES**

### **3.2.1 Nutrientes**

Insumo alimenticio utilizado en la preparación de las dietas alimenticias.

#### **3.2.1.1 Agua**

Nutriente más abundante y barato representa entre un 65 – 70% del peso del cuerpo de un animal al nacer, un 40 – 50% de un animal cuando va al mercado y un 90 – 95% del volumen total de su sangre. El agua es de gran importancia para cualquier organismo vivo, ya que ayuda al buen funcionamiento del metabolismo mejorando la digestibilidad del animal permitiéndole aprovechamiento de los nutrientes.

#### **3.2.1.2 Proteínas**

Son sustancias orgánicas muy complejas, conformadas por cadenas de aminoácidos, las cuales constituyen la estructura fundamental del cuerpo animal, estando también presente en los tejidos vegetales. Su interés deriva del hecho de que son componentes fundamentales de varios alimentos de primera necesidad para la raza humana, tales como: la carne, los huevos, la leche y el queso.

#### **3.2.1.3 Vitaminas**

Son componentes de alimento natural pero de diferentes estructuras en relación a los carbohidratos, grasas y proteínas; están presentes en los alimento en cantidades extremadamente pequeñas son esenciales para el normal desarrollo de los tejidos para el crecimiento y mantenimiento normal de la vida animal.

#### **3.2.1.4 Minerales**

Son elementos inorgánicos que no pueden ser descompuestos ni sintetizados por reacciones químicas ordinarias. La mayoría de ellos se incluyen en las cenizas obtenidas, después de eliminar en una muestra de alimento la materia orgánica por incineración.

Son de gran importancia debido a que se requieren para el desarrollo, crecimiento y demás funciones del organismo animal como la reproducción, visión, termorregulación, entre otros.

### **3.2.2 ADITIVOS**

Son sustancias que se añaden a los alimentos a fin de fortificarlos o enriquecerlos con agentes fortalecedores y correctores. Estos se usan en cantidades muy pequeñas por lo que se les denominan microingredientes y más comúnmente aditivos.

### 3.2.2.1 CLASIFICACIÓN

#### ■ Aditivos Nutricionales

Son los aminoácidos sintéticos, vitaminas y minerales

- Aminoácidos sintéticos: Sirve para equilibrar con el aporte de los insumos alimenticios, las necesidades de aminoácidos esenciales de los animales. La metionina la lisina, la treonina y el triptófano son los aminoácidos que se usan como aditivos de los alimentos concentrados, especialmente en aves y cerdos.

- Vitaminas: Son moléculas presentes en ingredientes alimenticios como por ejemplo: vitamina D vitamina A, vitamina E, vitamina B12.

- Minerales: Son mezclas minerales que contienen fósforo, calcio, manganeso y zinc y otros compuestos como el selenio, potasio, azufre, magnesio y hierro que también pueden ser incorporados. El calcio y el fósforo normalmente se incluyen junto con la energía y la proteína entre nutrientes balanceados en una ración convencional, la sal se le incorpora ingredientes fijos en el alimento concentrado que se le suministra a los animales.

#### ■ No nutricionales estimuladores del crecimiento

Están constituidos por numerosos compuestos, los cuales suministrados a los animales podrían tener estímulo de uno o más de los siguientes efectos: crecimiento, mejorar la conversión alimenticia y mejorar la salud del animal.

- Antibióticos: Son agentes antimicrobianos, son compuestos generados total o parcialmente por microorganismos (hongos o bacterias), los cuales tienen propiedades de inhibir el crecimiento, la actividad o la multiplicación de otros microorganismos.

- Aditivos Arceniales: Son compuestos que contienen arsénico y que se emplean en los alimentos de aves y porcinos para estimular el crecimiento y la reproducción, mejorar la conversión alimentaria y prevenir ciertas enfermedades.

- Nitrofuranos: Son compuestos sintéticos derivados de furano con amplia actividad antimicrobiales. Se usan como aditivos en alimentos de aves, pavo y cerdo para estimular la conversión alimentaria.

- Coccidiostatos: Son drogas que retienen el desarrollo de la coccidias en aves, usándose también en pavos, vacuno y otros animales.

#### ■ No Nutritivos

Son compuestos que se adicionan a los alimentos concentrados con la finalidad de retardar los procesos de la oxidación de las grasas. Entre ellos tenemos: Los antioxidantes que permiten la conservación de la energía y de las vitaminas. Los

pigmentantes provenientes de varios insumos de origen vegetal; utilizado mayormente en aves ponedoras.

Son de gran importancia ya que fortalecen y fortifican a los alimentos, los cuales le van a permitir al animal una mejor respuesta para su producción que van a satisfacer la demanda del consumidor.

### **3.2.3 INGREDIENTES ALIMENTICIOS**

Están constituidos por insumos concentrados tales como granos y cereales que son fuentes de proteínas, aminoácidos y energías. También están los alimentos voluminosos y fibrosos como los pastos y forrajes.

#### **3.2.3.1 ENERGÉTICOS**

Son aquellos que contienen menos de 20% de proteínas crudas y menos 18% en fibra cruda. Los insumos energéticos que más se emplean en la alimentación animal son los granos de cereales, la melaza de caña y las grasas.

- Granos y cereales

En el grupo de los granos y cereales son importantes el maíz y sus subproductos, el sorgo, los subproductos de arroz, los subproductos de trigo, los subproductos de cebada de maltería y cervecería.

- Melaza

Es el subproducto de la fabricación de azúcar, a partir de la caña de azúcar, el cual le suministra palatabilidad (buen sabor).

- Grasa o sebo animal

Es una materia prima elaborada en los frigoríficos procesando la grasa o manteca animal.

- Grasa o sebo vegetal

Lo constituyen las harinas de tortas oleaginosas provenientes de las semillas de ajonjolí, soya, maní, girasol y semilla de algodón.

- Productos agrícolas

Se agrupan en los siguientes rubros; plátano, yuca, papa, batata, ñame y auyama.

#### **3.2.3.2 PROTEICOS**

Son aquellos que tienen más del 20% de proteína cruda y menos del 18% de fibra cruda. Los insumos proteicos de mayor uso en la alimentación animal son harinas de origen animal y vegetal.

### **3.2.3.2.1 ORIGEN ANIMAL**

- Harina de carne y hueso: Proviene del secado y molido de canales o partes de canales de animales excluyendo cascotes y cuernos constituyen una excelente fuente de calcio, fósforo y vitaminas del complejo B.
- Harina de sangre: Es sangre proveniente de los mataderos secada y pulverizada; contiene cerca de 80% de proteínas crudas; es alta en lisina.
- Harina de mataderos de aves: Se obtiene de partes de canales de aves no utilizables, calentadas, secas y molidas.
- Harina de plumas hidrolizadas: Proviene de plumas cocidas con presiones de vapor, secas y molidas.
- Subproductos lácteos: Son aquellos derivados lácteos que no se usan en consumo humano y pueden tener un alto valor nutritivo para animales; entre ellos tenemos la leche descremada para becerros, suero líquido de queso para cerdas gestantes.

### **3.2.3.2.2 ORIGEN VEGETAL**

Harina de tortas de oleaginosas: Estas harinas contienen de 20% a 50% de proteína y menos de 18% de fibra cruda; son residuos que quedan después de extraer el aceite de las semillas de las oleaginosas y al ser molidas se obtienen las harinas tales como:

- Harina de soya: El frijol soya es una oleaginosa (leguminosa) que contiene un alto contenido de ácidos grasos esenciales; se utiliza en la alimentación de aves y cerdos. La semilla contiene 18% de aceite.

- Harina de ajonjolí: Proviene de la semilla de ajonjolí tiene un contenido proteico de 40% y 50% es rica en calcio y fósforo. - Harina de maní: Proviene de la semilla de maní tienen un alto contenido de proteínas.

- Harina de girasol: proviene de la semilla de girasol, puede tener un valor nutritivo equivalente a la soya.

Compuestos nitrogenados no proteicos: Se usan como sustitutos parciales de proteínas en la alimentación de animales rumiantes; entre estos tenemos la urea, fosfatos, bicarbonatos, nitrato de amonio, cloruro de amonio. El nitrógeno no proteico es de poco valor práctico para los no rumiantes.

## **CAPÍTULO III: DESARROLLO**

### **3.3 PROCEDIMIENTO Y DESCRIPCIÓN DE LAS ACTIVIDADES REALIZADAS**

El proyecto se desarrolla específicamente en el Laboratorio de Control de Calidad de Buenaventura Grupo Pecuario S.A de C.V.

Primeramente se realizó la retroalimentación con la información correcta para la realización de las técnicas realizadas en el laboratorio de diagnóstico, así como también a la correcta calibración de los equipos.

Asimismo se prosiguió a revisar la normativa pertinente aplicable como soporte en las condiciones técnicas, operativas y legales de los métodos objeto de estudio a partir de la literatura disponible para la validación de métodos de ensayo y de las normas existentes en el archivo físico del área de control de calidad en dicho laboratorio.

Se establecieron las condiciones operativas de los métodos aplicados rutinariamente en el laboratorio, realizando un diagnóstico teniendo en cuenta que las variables correspondieron a los métodos; elaborados bajo las premisas establecidas en las Normas Mexicanas y a métodos oficiales correspondientes y que los resultados obtenidos correspondieran a los indicadores de cumplimiento.

Se revisaron las condiciones de verificación interna y de calibración de los equipos y los instrumentos considerando la variable de medición característica en cada ensayo.

Finalmente se realizaron y practicaron cada uno de los métodos lo más apegado a las técnicas proporcionadas por la empresa, posteriormente procedí a la recolección de las muestras a evaluar tomando aquellas que presentan un valor alto y bajo y realicé 10 repeticiones para las muestras elegidas, exceptuando algunas que por condiciones de operación se hicieron menos repeticiones.

#### **3.1.1 CONDICIONES OPERATIVAS DE LOS MÉTODOS**

Para establecer las condiciones operativas de los métodos aplicados rutinariamente en el laboratorio de la empresa se realizó un diagnóstico teniendo en cuenta que las variables correspondieron a los métodos y que los resultados de: % de humedad, % de calcio, % fósforo, % extracto etéreo, %nitrógeno amoniacal, %índice de péroxidos, % de cenizas y % de acidez correspondieron a los indicadores de cumplimiento, tomando como base los siguientes aspectos:

### 3.1.1.1 Equipos e instrumentos

Para la evaluación de las condiciones operativas de los métodos fisicoquímicos implementados en el laboratorio de control de calidad de la compañía se revisaron las condiciones de verificación interna y de calibración de los equipos y los instrumentos considerando la variable de medición característica en cada ensayo.

### 3.1.2 PATRONES QUÍMICOS

Para estimar la eficiencia de uso de los equipos, los instrumentos y los reactivos involucrados en el desarrollo de las técnicas realizando determinaciones de prueba con patrones químicos con un diferente número de ensayos para cada método. Los patrones químicos utilizados fueron los siguientes:

- Para la determinación del porcentaje de recuperación de calcio en alimento y mineral se seleccionó como patrón de aseguramiento de la técnica el Carbonato de Calcio ( $\text{CaCO}_3$ ) con un porcentaje de pureza mayor o igual al 99 %, con un aporte teórico de Calcio de 40 %, sin embargo el límite mínimo de porcentaje de calcio recuperado en la técnica es de 38 %. Se procedió a comparar la metodología de la NMX-Y-021-SCFI-2003 y NMX-341-SCFI-2006, en la primera se deja incubando 4 horas mientras que en la otra se deja toda la noche.
- Para la determinación de porcentaje de Extracto Etéreo en alimento y materias primas, se utilizó el estándar ANKOM TECHNOLOGY como aseguramiento de la técnica, presentando un contenido de grasa de  $9.1 \% \pm .2$  certificado por el proveedor.

En el caso de aquellos procedimientos en los que no se tuvo un patrón estándar se verificó que el equipo de medición operara correctamente de acuerdo a alguna variable.

- Para la determinación de humedad por pérdida al secado se comprobó que el comportamiento de la temperatura digital y del termómetro de mercurio en la estufa se secado estuviera dentro de los parámetros descritos en la norma actual **NMX-Y-098-SCFI-2001**. *Alimento para Animales – Determinación de Humedad en Alimento Terminado e Ingredientes para Animales – Método de prueba*. Se realizó la medición en un lapso del tiempo para materia prima, ingredientes y minerales con parámetros de temperaturas diferentes que se encuentran especificados en dicha norma.

Finalmente se identificaron los parámetros de estandarización, en donde se definieron los criterios estadísticos aplicables en el proceso de estandarización particular del laboratorio que para el caso fueron: desviación estándar, coeficiente de variación y repetibilidad principalmente.

## CAPÍTULO IV: RESULTADOS

### 4.1 Patrones Químicos

#### 4.1.1 Carbonato de Calcio (CaCO<sub>3</sub>)

El carbonato de calcio es el patrón de aseguramiento de calidad analítica para la determinación del porcentaje de calcio en alimento y mineral los resultados de la aplicación de dicho parámetro se muestran en la tabla 2:

Pruebas realizadas de acuerdo a la Norma Mexicana:

**NMX-Y-021-SCFI-2003**, Alimentos para Animales- Determinación de Calcio en Alimentos Terminados e Ingredientes para Animales – Método de Prueba.

**Tabla 2. Parámetros de Control del Carbonato de Calcio para el Aseguramiento Analítico de Calcio en Alimento y Mineral**

Parámetro	Valor
% Calcio Teórico	40
% Pureza	≥99
Promedio	38.51
Mínimo	38.49
Máximo	38.56
Mínimo recuperación aceptable	38
Máximo recuperación	40
Desviación Estándar	0.02
Coficiente Variación	0.06
Número de determinaciones	10

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 18, anexo 1.



Pruebas realizadas de acuerdo a la Norma Mexicana:

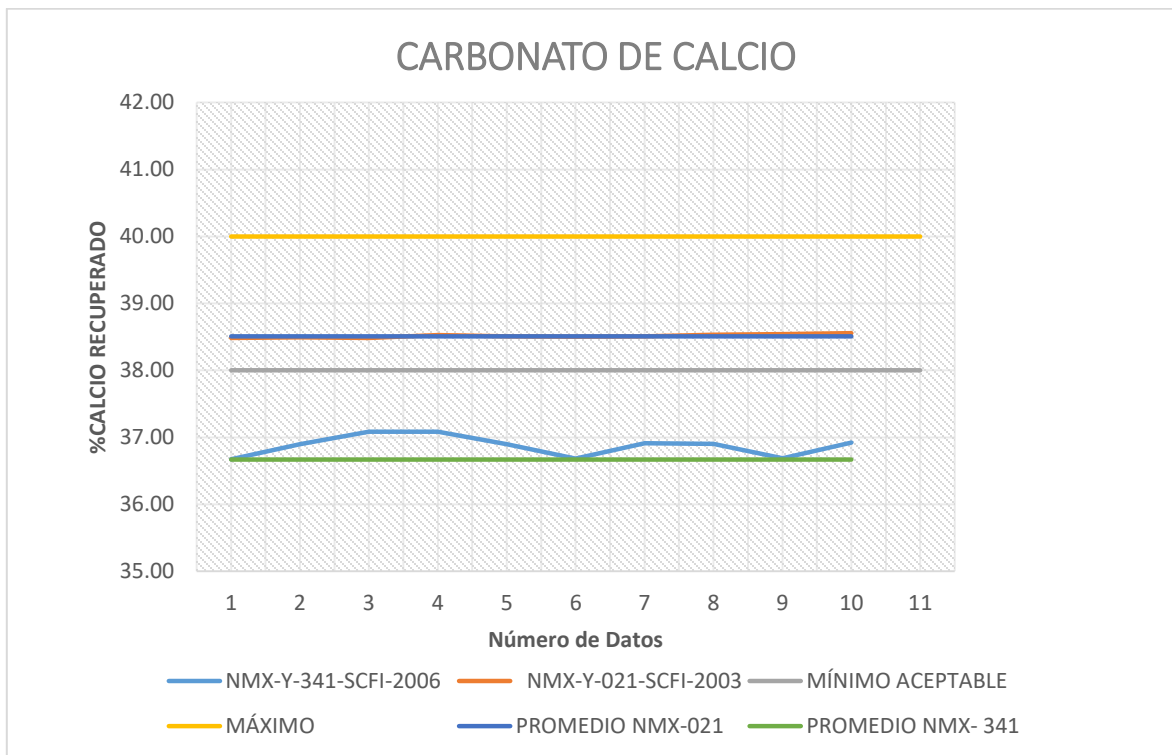
**NMX-341-SCFI-2006**, Producto para uso Agropecuario- Ingredientes para la Alimentación Animal – Fosfato de Calcio como fuente de Fósforo y Calcio – Especificaciones y Métodos de Pruebas.

**Tabla 3. Parámetros de Control del Carbonato de Calcio para el Aseguramiento Analítico de Calcio en Alimento y Mineral**

Parámetro	Valor
% Calcio Teórico	40
% Pureza	≥99
Promedio	36.87
Mínimo	36.67
Máximo	37.08
Mínimo recuperación aceptable	38
Máximo recuperación	40
Desviación Estándar	0.15
Coeficiente Variación	0.41
Número de determinaciones	10

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 19, anexo 1.

**Gráfico 1. Datos obtenidos de Recuperación de Calcio en Carbonado de Calcio**



De acuerdo a lo observado en la Tabla 2 se evidencia que la metodología implementada de acuerdo a la norma actual **NMX-Y-021-SCFI-2003** para la recuperación de calcio utilizando el Carbonato de Calcio como patrón químico se encuentra bajo control y es la adecuada para la realización de la técnica ya que permite recuperar el contenido de calcio dentro del límite aceptable en el laboratorio que es del 38 %. Además que permite minimizar el costo en reactivos ya que en dicha norma no se utilizan reactivos concentrados y el tiempo de incubación es de 4 horas permitiendo así obtener resultados en el menor tiempo.

En cuanto a la dispersión de los datos se evidencia una desviación estándar y un coeficiente de variación bajos, dentro del parámetro establecido para que el análisis sea aceptado.

Por lo contrario en la Tabla 3 se evidencia que la metodología implementada de acuerdo a la **NMX-341-SCFI-2006** para la recuperación de calcio utilizando el Carbonato de Calcio como patrón químico no permite obtener el contenido de calcio aceptado para el análisis, obteniendo un promedio de 36.87 % por debajo del 38%. Además que se emplean reactivos concentrados aumentando así el costo y los resultados se demora tiempo en obtenerlos ya que se deja incubando toda la noche.

De acuerdo al gráfico 1, en términos generales, el comportamiento del patrón es regular en el tiempo lo que permite pensar que se tiene un control bajo en análisis realizado bajo las mismas condiciones de operación o realizados bajo condiciones y analistas diferentes. El porcentaje recuperado se encuentra dentro del mínimo y máximo aceptables.

#### **4.1.2 ANKOM TECHNOLOGY**

El Ankom Technology es el patrón de aseguramiento de calidad analítica para la determinación del contenido de Extracto Etéreo en Alimento, los resultados de la aplicación de dicho parámetro se muestran en la tabla 4:

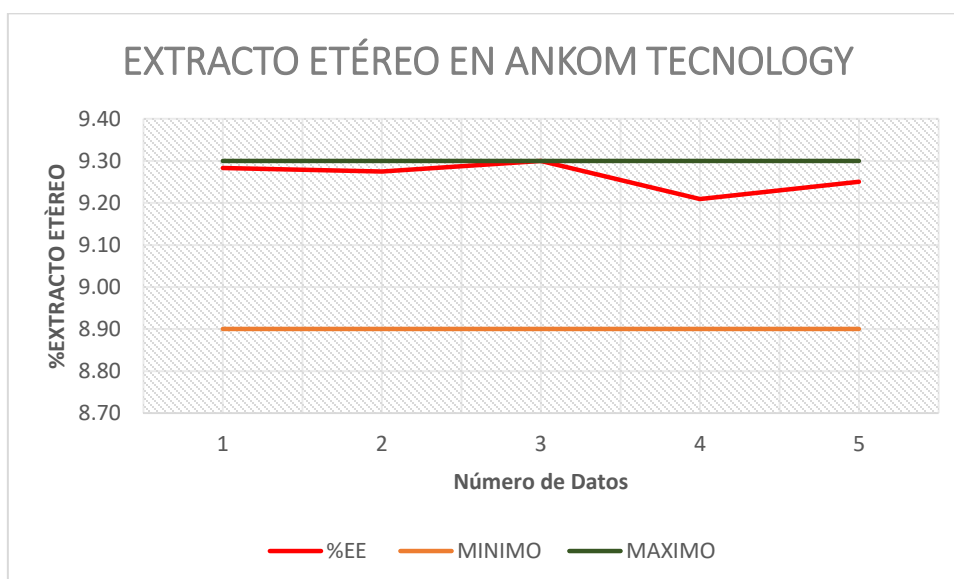
Por política de la empresa solo fue posible realizar 5 repeticiones en el análisis ya que el costo del estándar, material y reactivo es elevado.

**Tabla 4. Parámetros de Control del ANKOM TECHNOLOGY para el Aseguramiento Analítico de Extracto Etéreo en Alimento utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR**

Parámetro	Valor
% Extracto Etéreo Teórico	9.1
Promedio	9.26
Mínimo	9.21
Máximo	9.30
Mínimo recuperación teórico	8.9
Máximo recuperación	9.3
Desviación Estándar	0.04
Coefficiente Variación	0.38
Número de determinaciones	5

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 20, anexo 1.

**Gráfico 2. Datos obtenidos de Recuperación de Extracto Etéreo en el equipo ANKOM EXTRACTOR**



De acuerdo a lo evidenciado en la tabla 4 se confirma que la metodología implementada para la determinación de extracto etéreo utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR (Figura 1, Anexo 3) se encuentra bajo control en términos del porcentaje de recuperación del analito, encontrando un porcentaje de recuperación notablemente alto, lo que atribuye una mayor confiabilidad en los datos emitidos por éste método y permite saber que el equipo opera correctamente.

De igual forma se encuentra una dispersión bastante pequeña de los datos, puesto que la desviación estándar y el coeficiente de variación resultaron bastante bajos.

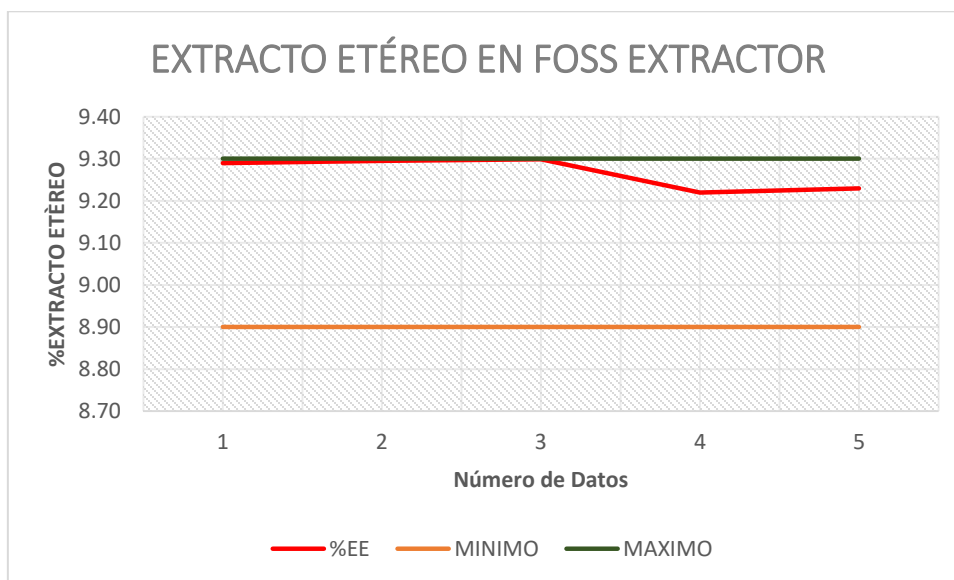
En el gráfico 2 es posible evidenciar, en términos generales, que el comportamiento del ANKOM TECHNOLOGY se encuentra dentro de los parámetros fijados por el proveedor que es de 8.90-9.30 % en grasa, lo que permite pensar que la eficiencia del equipo ANKOM EXTRACTOR es constante en las determinaciones realizadas en el mismo día por el mismo analista o también con analistas y días distintos.

**Tabla 5. Parámetros de Control del ANKOM TECHNOLOGY para el Aseguramiento Analítico de Extracto Etéreo en materias primas utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR**

Parámetro	Valor
% Extracto Etéreo Teórico	9.1
Promedio	9.27
Mínimo	9.22
Máximo	9.30
Mínimo recuperación teórico	8.9
Máximo recuperación	9.3
Desviación Estándar	0.04
Coficiente Variación	0.42
Número de determinaciones	5

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 21, anexo 1.

**Gráfico 3. Datos obtenidos de Recuperación de Extracto Etéreo en el equipo FOSS EXTRACTOR**



De acuerdo a lo evidenciado en la tabla 5 se confirma que la metodología utilizada en la determinación de extracto etéreo utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR (Figura 2, Anexo 3), se encuentra bajo control en términos del porcentaje de recuperación de extracto etéreo en alimentos, encontrando un porcentaje de

recuperación notablemente alto, lo que atribuye una mayor confiabilidad en los datos emitidos por éste método y permite saber que el equipo opera correctamente. En cuanto a la dispersión de los datos se obtiene una desviación estándar y un coeficiente de variación bajos, dentro del parámetro establecido para que el análisis sea aceptado.

En el gráfico 3 es posible evidenciar, en términos generales, que el comportamiento del ANKOM TECHNOLOGY se encuentra dentro de los parámetros fijados por el proveedor que es de 8.90-9.30 % en grasa, sin embargo muy cercano al límite máximo por lo que en cada análisis a realizar se debe colocar un estándar para saber la eficiencia del equipo FOSS EXTRACTOR.

#### 4.1.3 Comportamiento de la Estufa de secado utilizada en la determinación de humedad por pérdida al secado.

Para la determinación por pérdida al secado al no tener un patrón químico como aseguramiento analítico se procedió a estudiar el comportamiento de la estufa de secado (Figura 3, Anexo 3), se eligió una materia prima, ingredientes y mineral para verificar que la temperatura en la estufa estuviera dentro del parámetro especificado por la **NMX-Y-098-SCFI-2001**.

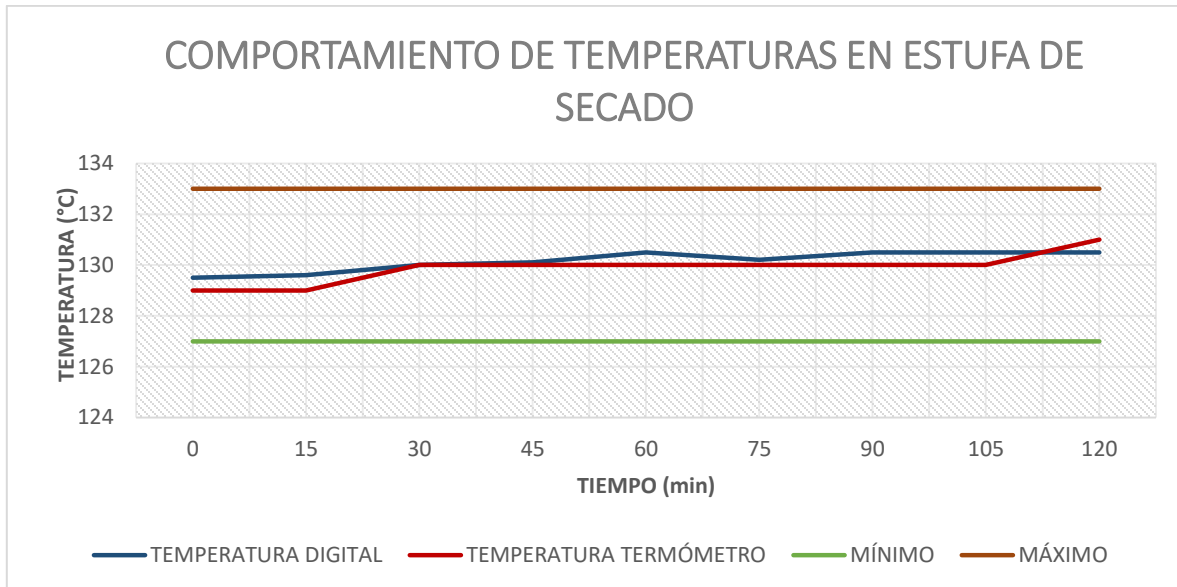
##### 4.1.3.1 Pasta de Soya

**Tabla 6. Parámetros de Control en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico de Humedad por pérdida al secado utilizando como muestra Pasta de Soya**

Parámetro	Valor Termómetro Digital	Valor Termómetro Mercurio
Temperatura de secado	130±3 °C	130±3 °C
Tiempo de secado	2 horas	2 horas
Promedio temperatura de secado	130.16	129.89
Mínimo	129.5	129
Máximo	130.5	131
Mínimo teórico	127	127
Máximo teórico	133	133
Desviación Estándar	0.39	0.60
Coeficiente Variación	0.30	0.46
Número de lecturas	9	9

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 22, anexo 1 y en la **NMX-Y-098-SCFI-2001**.

**Gráfico 4. Datos obtenidos del comportamiento de temperatura en la estufa de secado utilizando como muestra Pasta de Soya**



Como se puede observar en la Tabla 6 el comportamiento de la temperatura en la estufa de secado en el tiempo de 2 horas estuvo dentro del parámetro fijado por la **NMX-Y-098-SCFI-2001** eso permite tener un control de que el equipo está operando correctamente por lo tanto los resultados obtenidos durante el análisis son confiables. Además de tener una desviación estándar y coeficiente de variación bajos, lo cual son aceptables.

En el gráfico 4 es posible evidenciar, en términos generales, que el comportamiento de la temperatura es regular en el tiempo lo que permite pensar que la eficiencia del equipo es constante en las determinaciones hechas bajo condiciones de ensayo diferentes, con diferentes analistas o diferentes días de ensayo para la misma muestra, etc.

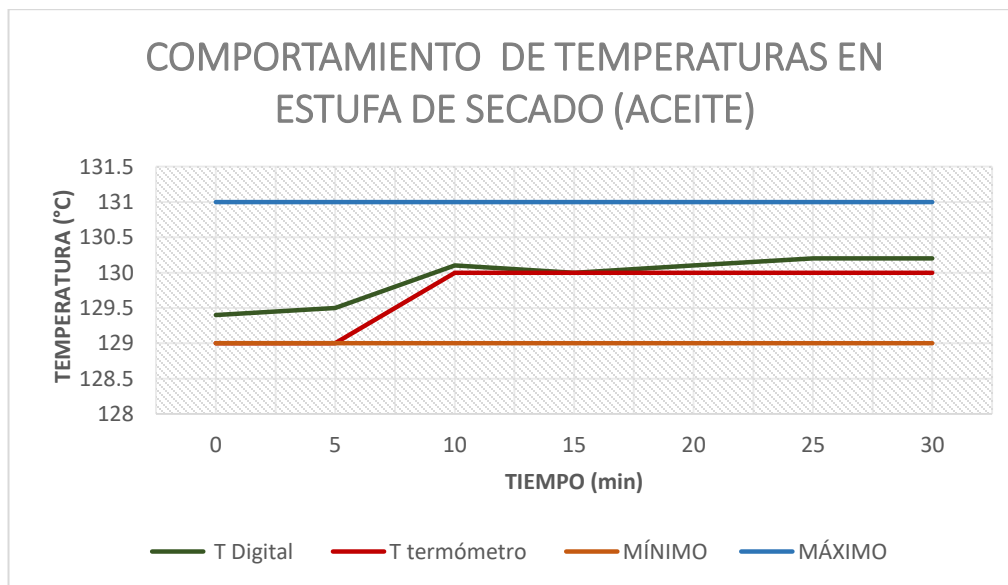
### 4.1.3.2 Aceites y/o grasas

**Tabla 7. Parámetros de Control en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico de Humedad por pérdida al secado utilizando como muestra Aceite de Palma**

Parámetro	Valor Termómetro Digital	Valor Termómetro Mercurio
Temperatura de secado	130±1 °C	130±1 °C
Tiempo de secado	30 Minutos	30 Minutos
Promedio temperatura de secado	129.93	129.71
Mínimo	129.4	129
Máximo	130.2	130
Mínimo teórico	129	129
Máximo teórico	131	131
Desviación Estándar	0.34	0.49
Coficiente Variación	0.26	0.38
Número de lecturas	7	7

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 22, anexo 1 y en la **NMX-Y-098-SCFI-2001**.

**Gráfico 5. Datos obtenidos del comportamiento de temperatura en la estufa de secado utilizando muestra de Aceite de Palma**



Como se puede observar en la Tabla 7, la temperatura en la estufa de secado en el tiempo de media hora estuvo dentro del parámetro fijado por la **NMX-Y-098-SCFI-2001**, con un promedio de secado de 129.93°C de acuerdo a la temperatura digital, eso permite tener un control de que el equipo está operando correctamente por lo tanto los resultados obtenidos durante el análisis son confiables. Además de tener una desviación estándar y coeficiente de variación bajos, lo cual son aceptables.

El gráfico 5 permite observar el comportamiento de las temperaturas en la estufa de secado durante 30 minutos, el cual está dentro del parámetro fijado por la norma, después de 10 minutos la temperatura permaneció sin mucha variación.

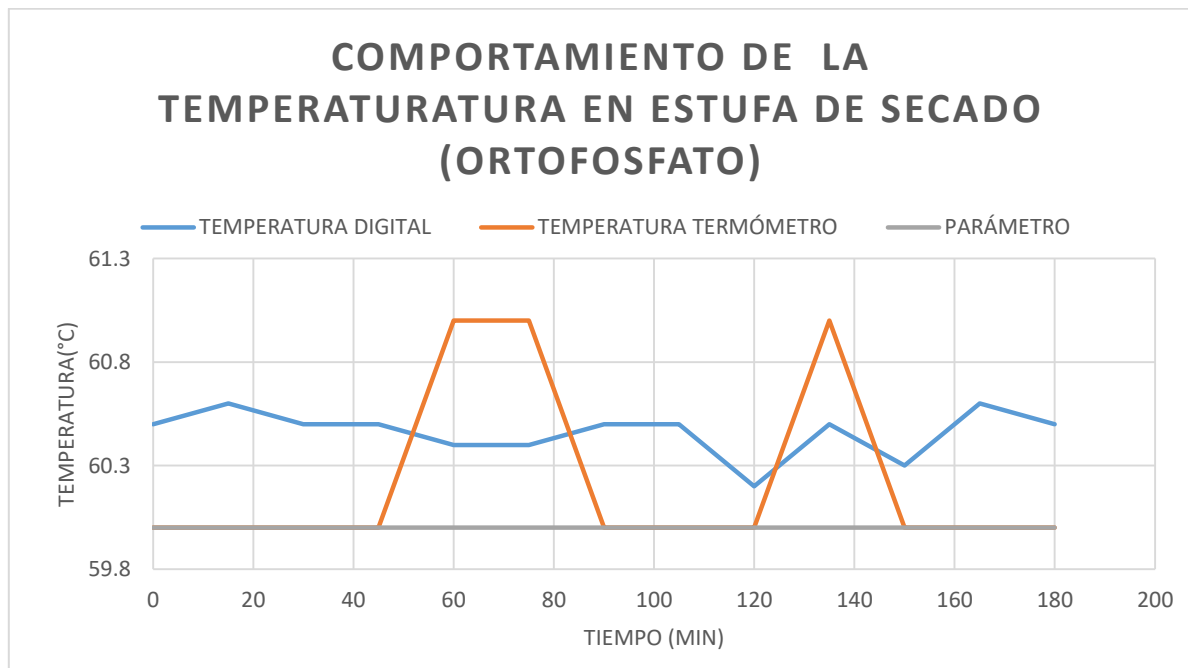
#### 4.1.3.3 Ortofosfatos de Calcio

**Tabla 8. Parámetros de Control en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico de Humedad por pérdida al secado utilizando Ortofosfato de calcio**

Parámetro	Valor Termómetro Digital	Valor Termómetro Mercurio
Temperatura de secado	60 °C	60 °C
Tiempo de secado	3 Horas	3 Horas
Promedio temperatura de secado	60.5	60.2
Mínimo	60.2	60
Máximo	60.6	61
Desviación Estándar	0.11	0.43
Coefficiente Variación	0.19	0.73
Número de lecturas	13	13

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 22, anexo 1 y en la **NMX-Y-098-SCFI-2001**.

**Gráfico 6. Datos obtenidos del comportamiento de temperatura en la estufa de secado utilizando como muestra Ortofosfato de calcio**





Como se puede observar en la Tabla 8 la temperatura en la estufa de secado durante las 3 horas estuvo dentro del parámetro fijado por la **NMX-Y-098-SCFI-2001**, con un promedio de secado de 60.5°C de acuerdo a la temperatura digital, eso permite tener un control de que el equipo está operando correctamente por lo tanto los resultados obtenidos durante el análisis son confiables. Además de tener una desviación estándar y coeficiente de variación bajos, lo cual son aceptables.

El gráfico 6 permite observar el comportamiento de las temperaturas en la estufa de secado durante 3 horas, el cual se encuentra en el parámetro fijado por la norma **NMX-Y-098-SCFI-2001** que es de 60°C.

#### 4.1.4 Oxalato de Sodio

Este patrón de aseguramiento se utilizó para verificar el título del Permanganato de potasio (KMnO<sub>4</sub>) 0.1 N utilizado en la determinación de Calcio en alimento y mineral, de la siguiente forma:

$$N = \text{g de oxalato de sodio} \times 1000 / \text{mL gastados de KMNO}_4 \times 66.999$$

**Tabla 9. Normalidad promedio KMnO<sub>4</sub>**

Peso Oxalato de sodio (g)	Gasto de KMnO <sub>4</sub> (mL)	Normalidad
0.1009	13.5	0.1115
0.1003	13.4	0.1117
0.1011	13.5	0.1117
0.1007	13.4	0.1121
0.1007	13.4	0.1121
0.1012	13.4	0.1127
Promedio		0.1119

Para indicar que fue correcta la valoración se toma la normalidad más alta obtenida y la normalidad más baja obtenida se saca la diferencia y si el valor es menor a 0.003 se toma como correcta la valoración en el caso que se pase se descarta la normalidad más alta y se toma la siguiente más alta se saca la diferencia hasta obtener un valor menor a 0.003 y solo se puede descartar como máximo dos normalidades.

## 4.2 VERIFICACIÓN Y ESTÁNDARIZACIÓN DE LOS MÉTODOS FÍSICOQUÍMICOS

### 4.2.1 DETERMINACIÓN DE CALCIO EN MINERAL

Una vez que se comprobó que la metodología óptima para la determinación es de acuerdo a la norma **NMX-Y-021-SCFI-2003**, se procedió a las determinaciones con muestras.

Se realizaron pruebas con Carbonato de calcio (Procatex)

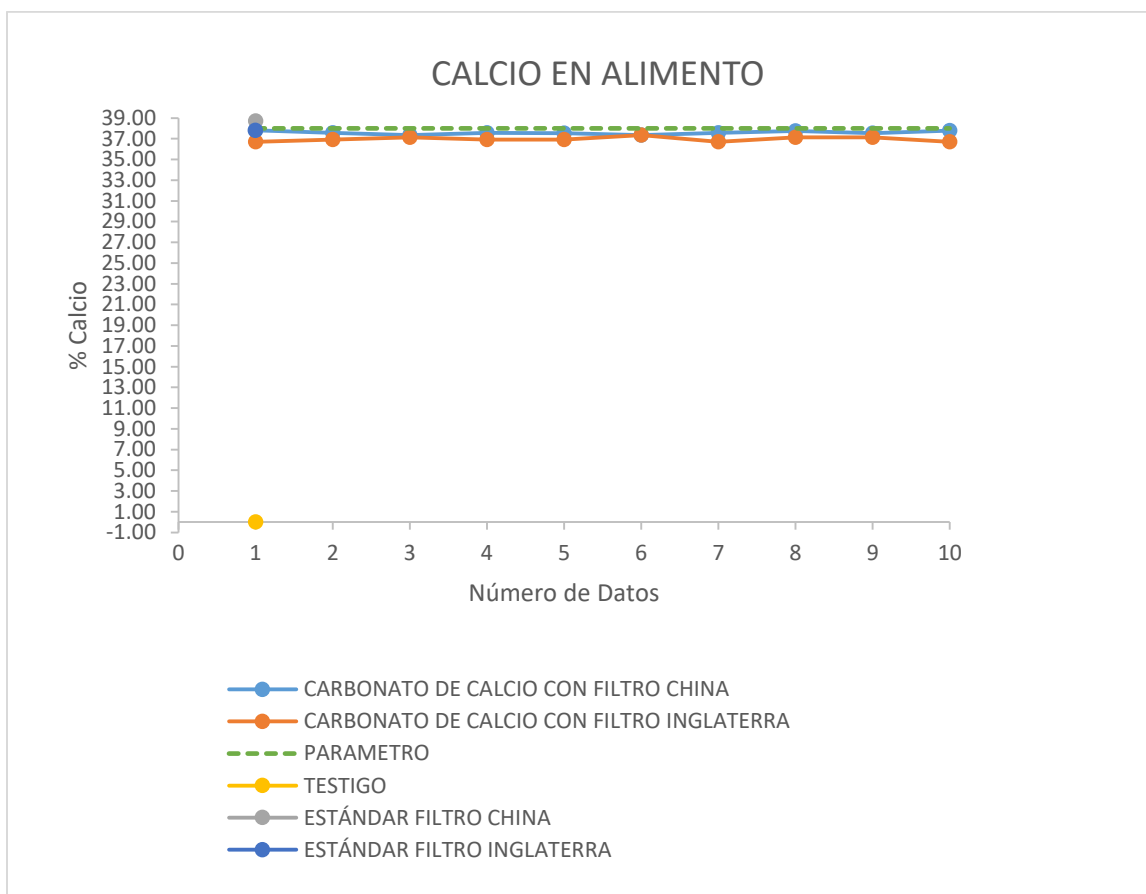
A la vez se hizo la prueba utilizando dos tipos de filtro de fibra de vidrio Whatman No.1 fabricados en China e Inglaterra, esto para saber cuál de ellos captaba más calcio y así decidir que proveedor elegir.

**Tabla 10. Resultado obtenidos en pruebas con Carbonato de Calcio comercial para la determinación de Calcio en Mineral**

Método	Método de Referencia, Fibra de vidrio- China	Método de Referencia, Fibra de vidrio- Inglaterra
Muestra	Carbonato de Calcio	Carbonato de Calcio
Ensayo	1	1
Temperatura ambiente °C	32	32
Humedad relativa %H		
Tamaño muestra g	0.5	0.5
Tiempo de operación en horas	5	5
Equipo de medición	Balanza analítica	Balanza analítica
# repeticiones	10	10
Promedio % calcio	37.58	36.95
Mediana	37.55	0.16
Mínimo	37.34	36.70
Máximo	37.81	37.34
Desviación Estándar	0.16	0.22
Coeficiente Variación	0.44	0.60

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 23 y 24, anexo 2.

**Gráfico 7. Datos obtenidos de los datos en la Determinación de calcio en Mineral utilizando Carbonato de Calcio Comercial**



Los valores obtenidos en términos de porcentaje de calcio utilizando el filtro de fibra de vidrio fabricado en china fue mayor que utilizando el filtro fabricado en Inglaterra esto puede deberse a que el tamaño de los poros en el primero son más pequeños por lo tanto logra captar más calcio contenida en la muestra.

Por lo tanto el filtro seleccionado para la determinación de calcio fue el fabricado en China, por lo tanto fue necesario especificarlo en el manual.

Durante en análisis se verificó que los materiales estuvieran limpios sin ningún tipo de contaminación, al igual que los reactivos utilizados, por lo tanto, fue obligatorio utilizar un testigo que fue el Ácido Clorhídrico (HCl) 6N.

No se obtuvo mayor desviación en los resultados obtenidos por lo tanto el coeficiente de variación fue menor al 5% en ambos casos por lo tanto en análisis fue aceptado.

## 4.2.2 DETERMINACIÓN DE CALCIO EN ALIMENTO

Las muestras seleccionadas para dicha determinación fueron Harina de ave y pluma ya que dichas muestras contienen un alto y bajo porcentaje de Calcio. Se hicieron diez repeticiones de cada una y para la validación del análisis fue necesario tener un control positivo y uno negativo; el estándar carbonato de calcio y el Ácido Clorhídrico HCl 6N, así también la valoración de la solución de Permanganato de potasio que es utilizado en la titulación.

Basándome en las normas actuales para dicha determinación:

**NMX-Y-021-SCFI-2003**, Alimentos para Animales- Determinación de Calcio en Alimentos Terminados e Ingredientes para Animales – Método de Prueba.

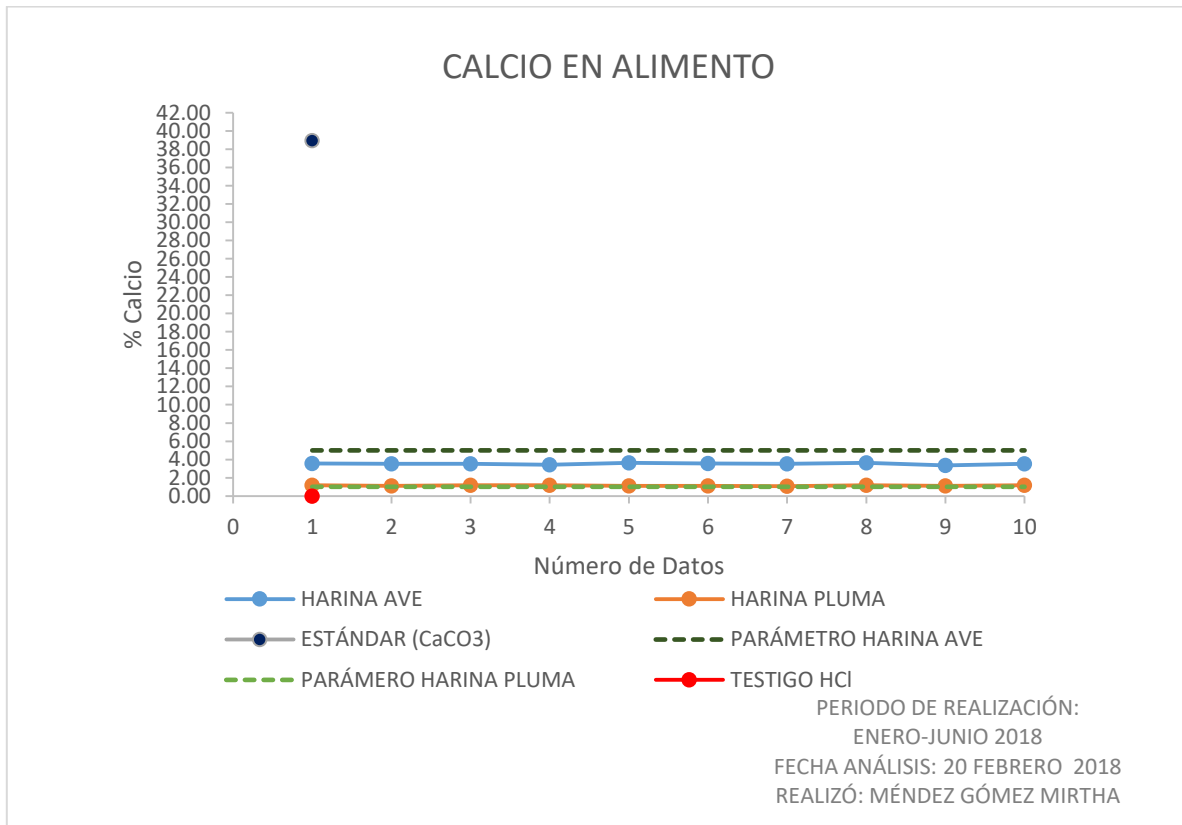
**NMX-Y-341-SCFI-2006**, Producto para uso Agropecuario- Ingredientes para la Alimentación Animal – Fosfato de Calcio como fuente de Fósforo y Calcio – Especificaciones y Métodos de Pruebas.

**Tabla 11. Resultado obtenidos en ensayos con Harina de ave y pluma para la determinación de Calcio en Alimento**

Método	Método de Referencia	
	Harina ave	Harina pluma
Muestra		
Ensayo	1	1
Temperatura ambiente °C	30	30
Humedad relativa %H	41	41
Tamaño muestra g	2.0	2.0
Tiempo de operación en horas	5	5
Equipo de medición	Balanza analítica	Balanza analítica
# repeticiones	10	10
% Calcio Teórico	5 (Máximo) (Fundación Española para el Desarrollo de la Nutrición)	1.01(Mínimo) (Cumpa, 2009)
Promedio % calcio	3.52	1.14
Mediana	3.52	1.14
Mínimo	3.35	1.06
Máximo	3.63	1.17
Rango	0.28	0.11
Desviación Estándar	0.09	0.04
Coefficiente Variación	2.47	3.47

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 25 anexo 2.

**Gráfico 8. Datos obtenidos de los datos en la Determinación de calcio en Alimento en muestras de Harina de ave y pluma**



En la tabla 11 se puede observar que no se obtuvo una diferencia significativa entre los resultados de ambas muestras, obteniendo un coeficiente de variación de 2.47 y 3.47 %, siendo menor que el CV permitido en el laboratorio, el cual es  $\leq 5$  %.

En el gráfico 8 se observa que el porcentaje de calcio en harina de pluma está muy cercano al teórico que es del 1.01% y el calcio recuperado en harina de ave se encuentra debajo del límite máximo teórico que es del 5%.

El porcentaje de Calcio recuperado en el estándar fue de 38.94 % mientras que en el testigo de HCl resultó un 0 %.

### 4.2.3 DETERMINACIÓN DE EXTRACTO ETÉREO EN ALIMENTOS

En la determinación de Extracto Etéreo en alimentos se utilizan dos equipos; ANKOM EXTRACTOR, el cual es utilizado para materias primas y muestras de alimento terminado ave y cerdo. Mientras tanto el equipo FOSS EXTRACTOR se utiliza para harinas de aves y plumas.

#### 4.2.3.1 ANKOM EXTRACTOR

Las muestras seleccionadas para dicha determinación fueron Pasta de Soya y Soya Integral ya que contienen un bajo y alto porcentaje de Extracto Etéreo, respectivamente.

Basándome en el método de referencia de la **AOCS Official Procedure (Am 5-04) Rapid Determination of Oil/ Fat Utilizing High Temperature Solvent Extraction.**

Utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR XT15, como se muestra en Figura 1 del anexo 3.

Al realizar el análisis se ingresó el estándar ANKOM TECHNOLOGY como aseguramiento del funcionamiento del equipo, de igual forma una bolsa filtro vacía para verificar que no existiera una contaminación durante la operación.

**Tabla 12. Resultados obtenidos en pruebas con Pasta de Soya y Soya Integral para la determinación de Extracto Etéreo en Alimento**

<b>Método</b>	<b>Método Estándar, AOCS Official Procedure (Am 5-04)</b>	<b>Método Estándar, AOCS Official Procedure (Am 5-04)</b>
	<b>Pasta de Soya</b>	<b>Soya Integral</b>
Muestra		
Ensayo	1	2
Temperatura ambiente °C	32	32
Humedad relativa %H		
Tamaño muestra g	2.0	2.0
Tiempo de operación minutos	60	60
Equipo de medición	Balanza analítica	Balanza analítica
# repeticiones	10	10
% Extracto Etéreo teórico	2.6 (Martín Terrazas, 2010)	18.5 (Adollys Newman, 2007)
Promedio % Extracto Etéreo	2.84	19.41
Mediana	2.88	19.49
Mínimo	5.27	18.79
Máximo	2.96	19.78
Desviación Estándar	0.11	0.31

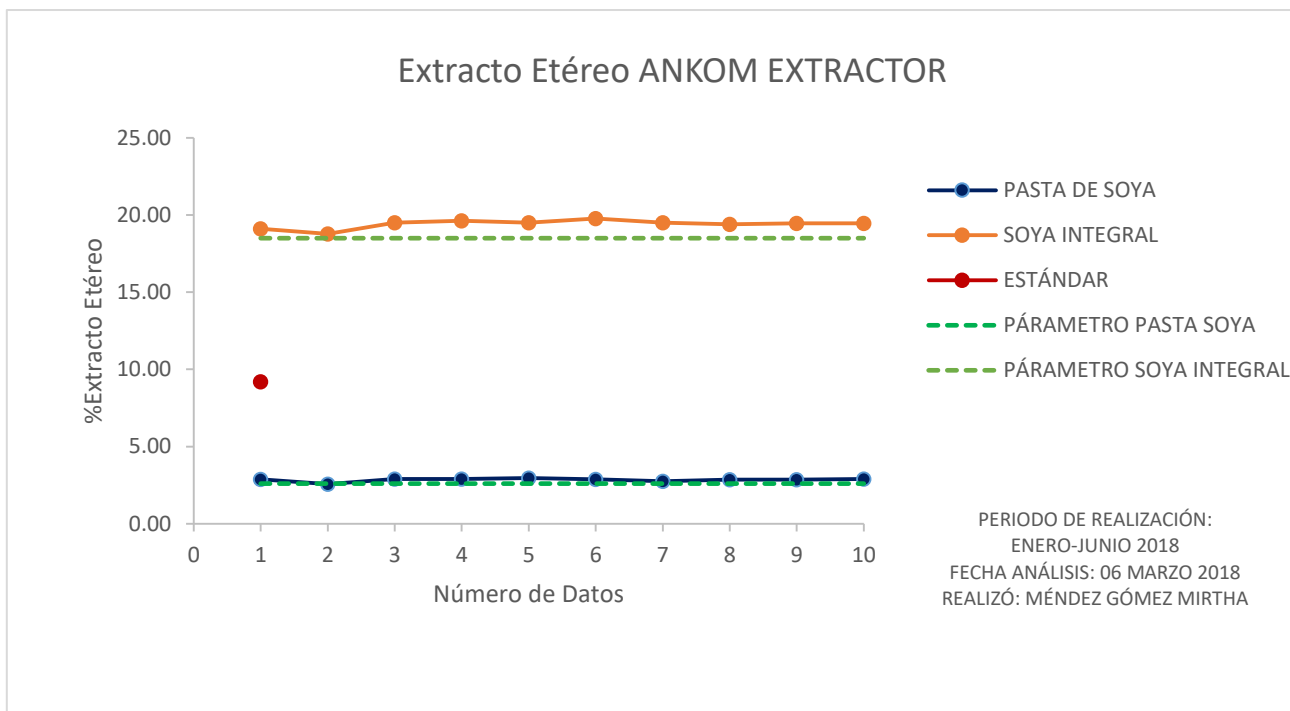
Coefficiente Variación %

3.82

1.62

Fuente: Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 26 anexo 2.

**Gráfico 9. Datos obtenidos en la determinación de Extracto Etéreo en Alimento utilizando en equipo ANKOM EXTRACTOR**



De acuerdo a la tabla 12 se observa que no se obtuvo una diferencia significativa entre los resultados de ambas muestras, obteniendo un coeficiente de variación de 3.82 y 1.62 %, siendo menor que el CV permitido en el laboratorio, el cual es  $\leq 5 \%$ .

En el gráfico 9 se observa que el porcentaje extracto etéreo en la muestra de Pasta de Soya está en el parámetro teórico que es 2.6 % (Martín Terrazas, 2010), comportándose constante en el tiempo.

Mientras que el porcentaje en la Soya integral estuvo por arriba de parámetro sin embargo no hubo una diferencia significativa.

El estándar ANKOM TECHNOLOGY ingresado en dentro del equipo para verificar que el equipo estuviera operando correctamente dio un porcentaje de 9.21 % siendo el parámetro de 8.90-9.30 % de acuerdo al certificado de calidad.

### 4.2.3.2 FOSS EXTRACTOR

Las muestras seleccionadas para dicha determinación fueron Harina de pluma y Harina de ave con una composición de extracto etéreo bajo y alto respectivamente.

Basándome en la norma actual **NMX-Y-103-SCFI-2004** Alimentos para Animales- Determinación de Extracto Etéreo en Alimentos Terminados e Ingredientes para Animales- Método de Prueba.

Utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR, como se muestra en la Figura 2 del anexo 3, se hicieron 5 repeticiones de la muestra y un estándar ANKOM TECHNOLOGY ya que dicho equipo tiene espacio para 6 capullos en el cual se ingresan las muestras a analizar.

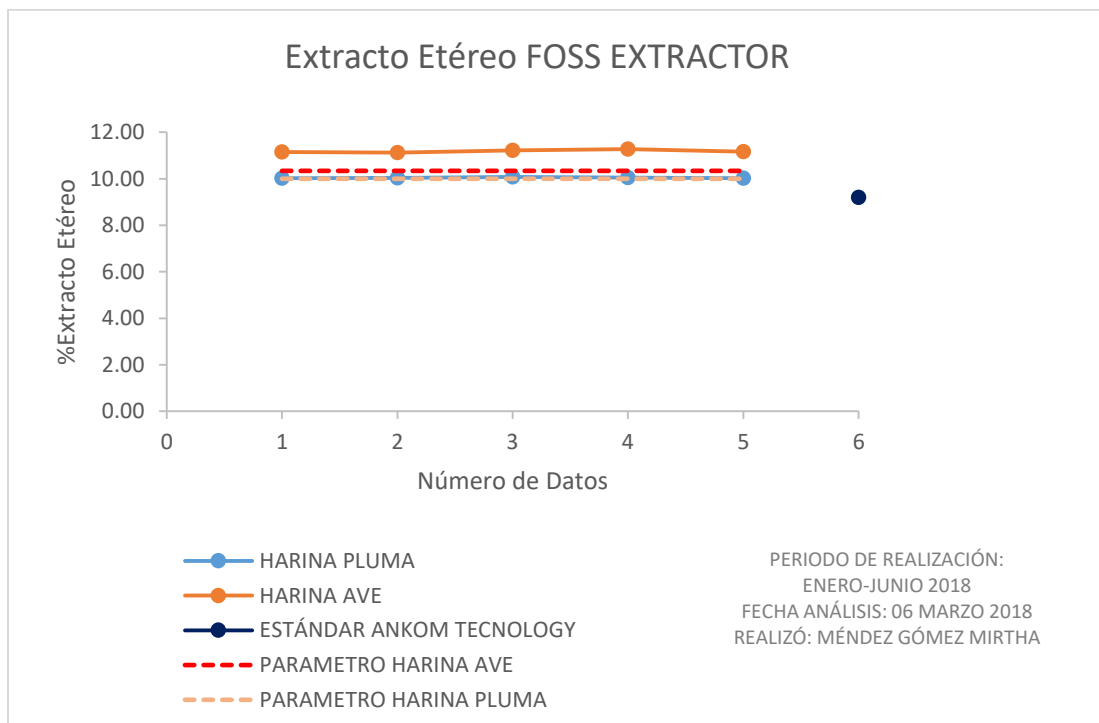
**Tabla 13. Resultados obtenidos en pruebas con Harina de ave y pluma para la determinación de Extracto Etéreo en Alimento**

Método	Método de Referencia, NMX-Y-103-SCFI-2004	Método de Referencia, NMX-Y-103-SCFI-2004
Muestra	Harina Pluma	Harina Ave
Ensayo	1	1
Temperatura ambiente °C	32	32
Humedad relativa %H	42	42
Tamaño muestra g	2.0	2.0
Tiempo de operación horas	2	2
Equipo de medición	Balanza analítica	Balanza analítica
# repeticiones	5	5
% Extracto Etéreo teórico	10 (Bauza, Bratschi, Hirigoyen, Scaglia, & Sierra, 2007)	10.34 (María., 2013)
Promedio % Extracto Etéreo	10.04	11.19
Mediana	10.04	11.17
Mínimo	10.2	11.13
Máximo	10.07	11.28
Desviación Estándar	0.02	0.06
Coefficiente Variación %	0.21	0.54

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 27, anexo 2.



**Gráfico 10. Datos obtenidos en la determinación de Extracto Etéreo en Alimento utilizando en equipo FOSS EXTRACTOR**



De acuerdo a la tabla 13 se observa que no se obtuvo una diferencia significativa entre los resultados de ambas muestras, obteniendo un coeficiente de variación de 0.21 y 0.54 %, siendo menor que el CV permitido en el laboratorio, el cual es  $\leq 5\%$ .

En el gráfico 10 se observa que el porcentaje extracto etéreo en la muestra de Harina de pluma está sobre el parámetro teórico que es 10 % (Bauza, Bratschi, Hirigoyen, Scaglia, & Sierra, 2007), comportándose constante en el tiempo.

Mientras que el porcentaje en la Harina ave estuvo por arriba de parámetro sin embargo no hubo una diferencia significativa.

El estándar ANKOM TECHNOLOGY ingresado en dentro del equipo para verificar que el equipo estuviera operando correctamente dio un porcentaje de 9.23 % siendo el parámetro de 8.90-9.30 % de acuerdo al certificado de calidad.

### 4.2.3 DETERMINACIÓN DE CENIZAS EN ALIMENTO

Las muestras seleccionadas para dicha determinación fueron Harina de pluma y Harina de ave con una composición de ceniza bajo y alto respectivamente.

Basándome en la norma actual: **NMX-Y-093-SCFI-2003, Alimentos para Animales- Determinación de Cenizas en Alimentos Terminado e Ingredientes para Animales – Método de Prueba.**

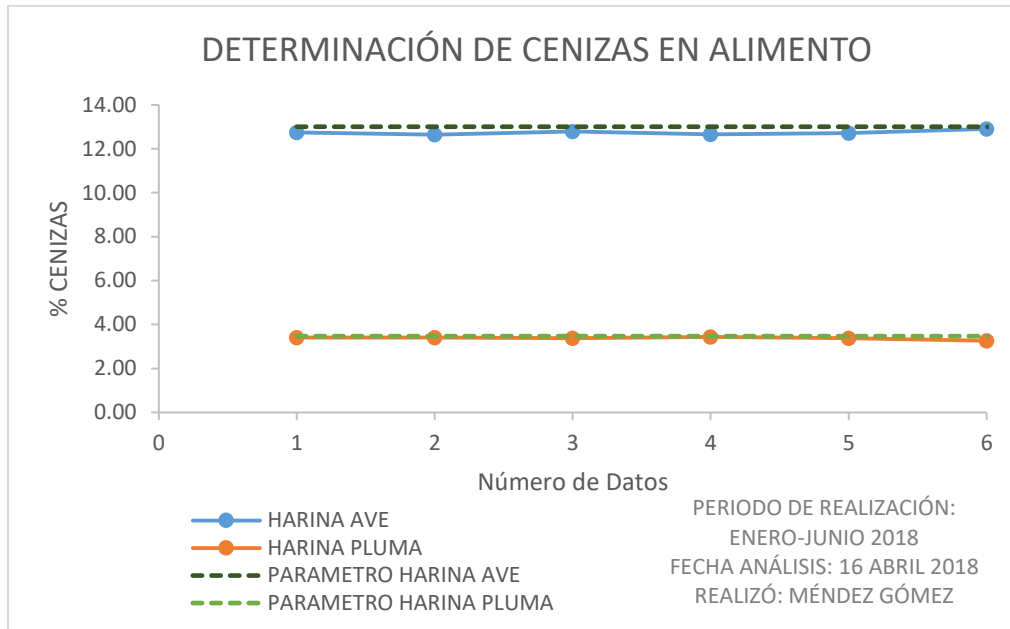
Utilizando el equipo mufla la que se muestra en la Figura 4 del anexo 3, se ingresaron para dicha determinación diez repeticiones de cada muestra para determinar el porcentaje de cenizas.

**Tabla 14. Resultados obtenidos en pruebas con Harina de ave y pluma para la determinación de Cenizas en Alimento**

Método	Método de Referencia, NMX-Y-093-SCFI-2003	Método de Referencia, NMX-Y-093-SCFI-2003
Muestra	Harina Pluma	Harina Ave
Ensayo	2	2
Temperatura ambiente °C	29	29
Humedad relativa %H	41	41
Tamaño muestra g	2.0	2.0
Tiempo de operación horas	5	5
Equipo de medición	Balanza analítica	Balanza analítica
# repeticiones	10	10
% Cenizas teórico	3.47 (Bauza, Bratschi, Hirigoyen, Scaglia, & Sierra, 2007)	13 (María., 2013)
Promedio % Cenizas	3.35	12.75
Mediana	3.35	12.72
Mínimo	3.26	12.63
Máximo	3.44	12.90
Rango	0.18	0.27
Desviación Estándar	0.05	0.09
Coefficiente Variación %	1.76	0.77

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 28 anexo 2.

**Gráfico 11. Datos obtenidos en la determinación de Cenizas en Alimento utilizando el equipo MUFLA**



De acuerdo a la tabla 14 se observa que no se obtuvo una diferencia significativa entre los resultados de ambas muestras, obteniendo un coeficiente de variación de 1.76 y 0.77%, siendo menor que el CV permitido en el laboratorio, el cual es  $\leq 5\%$ .

En el gráfico 11 se observa que el porcentaje cenizas en la muestra de Harina de pluma está sobre el parámetro teórico que es 3.47 % (Bauza, Bratschi, Hirigoyen, Scaglia, & Sierra, 2007), comportándose constante en el tiempo.

Mientras que el porcentaje en la Harina ave estuvo por debajo del parámetro sin embargo no hubo una diferencia significativa.

#### 4.2.4 DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN ALIMENTO

La muestra seleccionada para este análisis fue la pasta de soya el cual contiene un porcentaje de fósforo teórico de 1.06 (Newkirk, 2009). Se hicieron diez repeticiones de dicha muestra para ver el comportamiento de los datos y saber si el análisis en dicha técnica se toma como aceptable de acuerdo a la desviación y coeficiente de variación.

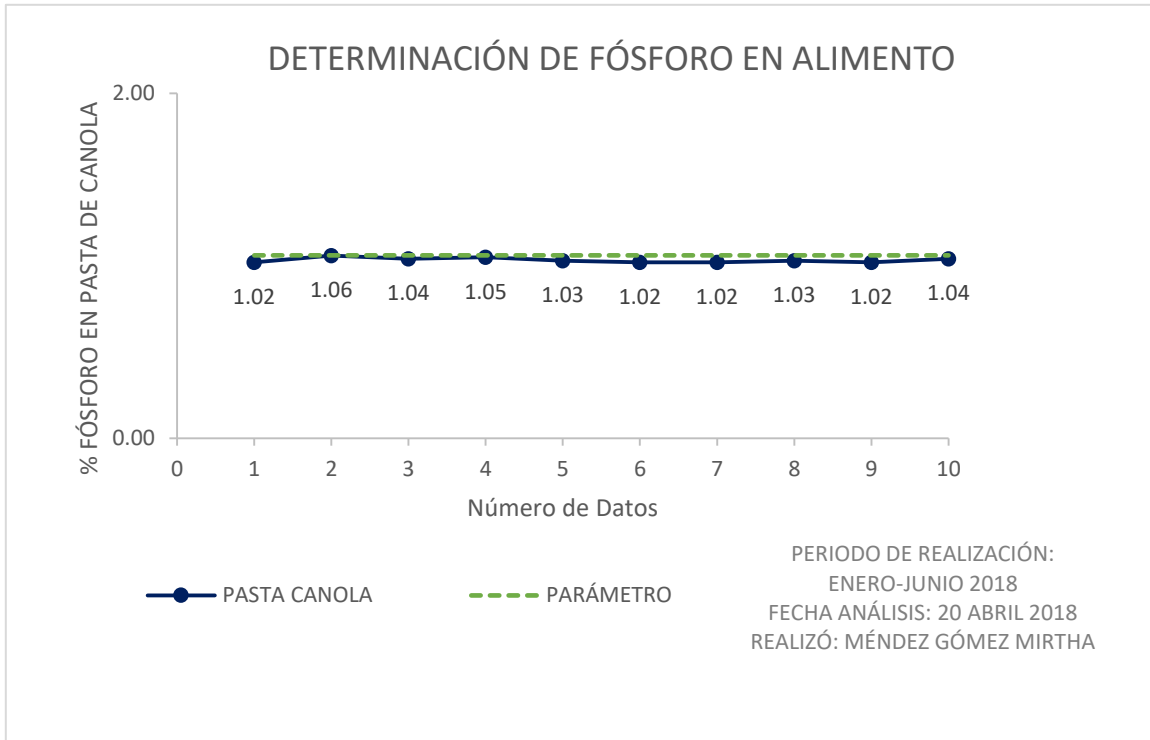
Utilizando el equipo espectrofotómetro que se muestra en la figura 5 del anexo 3 y basándome en la norma actual: **NMX-Y-100-SCFI-2004**. Determinación de Fósforo en Alimentos terminados e Ingredientes para Animales- Método de Prueba.

**Tabla 15. Resultados obtenidos en pruebas con Pasta de Canola en la determinación de Fósforo en Alimento.**

Método	Método de Referencia, <i>NMX-Y-100-SCFI-2004</i> .
Muestra	Pasta canola
Ensayo	1
Temperatura ambiente °C	32
Humedad relativa %H	42
Tamaño muestra g	2.0
Tiempo de operación en minutos	60
Equipo de medición	Balanza analítica
# repeticiones	10
% Fósforo teórico	1.06 (Newkirk, 2009)
Promedio % Fósforo	1.03
Mediana	1.03
Mínimo	1.02
Máximo	1.06
Rango	0.04
Desviación Estándar	0.014
Coeficiente Variación %	1.37

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 29, anexo 2.

**Gráfico 12. Datos obtenidos en la determinación de Fósforo en Alimento utilizando el equipo Espectrofotómetro**



De acuerdo a la tabla 15 se observa que no se obtuvo una diferencia significativa entre los resultados la muestra de Pasta de Canola, obteniendo un coeficiente de variación de 1.37 %, siendo menor que el CV permitido en el laboratorio, el cual es  $\leq 5$  %.

En el gráfico 12 se observa que el porcentaje fósforo en la muestra de Pasta de canola está sobre el parámetro teórico que es 1.06 % (Newkirk, 2009), comportándose constante en el tiempo.

## 4.2.5 DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN MINERAL

La muestra seleccionada para este análisis fue Ortofosfato de calcio el cual contiene un porcentaje de fósforo teórico de 21.4 % (Segura Correa, 2009). Se hicieron diez repeticiones de dicha muestra para ver el comportamiento de los datos y saber si el análisis en dicha técnica se toma como aceptable de acuerdo a la desviación y coeficiente de variación.

Utilizando el equipo espectrofotómetro que se muestra en la figura 5 del anexo 3 y basándome en la norma actual:

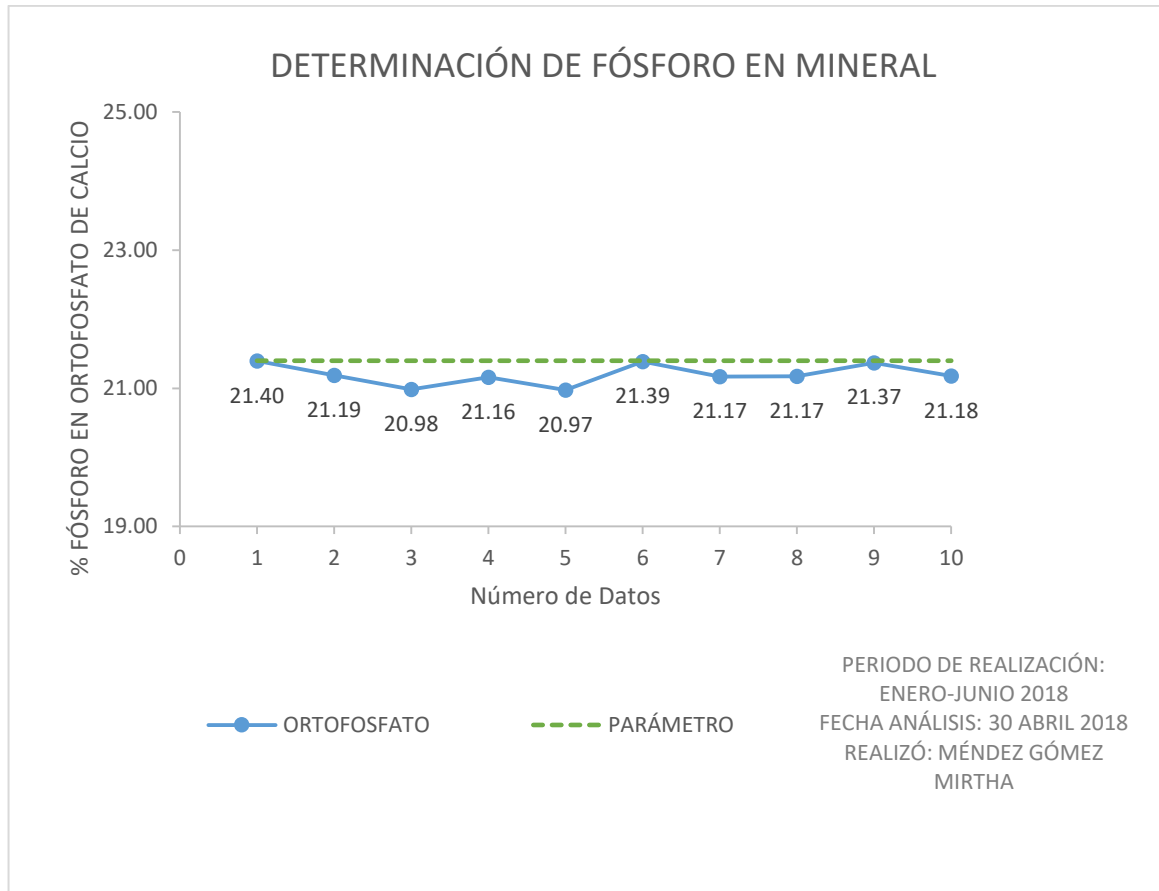
**NMX-Y-341-SCFI-2006.** Productos para uso Agropecuarios- Ingredientes para Alimentación Animal- Fosfatos de calcio como fuentes de fósforo y calcio- Especificaciones y Método de Prueba.

**Tabla 16. Resultados obtenidos en pruebas con Ortofosfato de Calcio en la determinación de Fósforo en Alimento.**

Método	Método de Referencia, NMX-Y-341-SCFI-2006.
Muestra	Ortofosfato de calcio
Ensayo	1
Temperatura ambiente °C	32
Humedad relativa %H	42
Tamaño muestra g	0.5
Tiempo de operación en minutos	60
Equipo de medición	Balanza analítica
# repeticiones	10
% Fósforo teórico	21.4 (Segura Correa, 2009)
Promedio % Fósforo	21.19
Mediana	21.18
Mínimo	20.97
Máximo	21.40
Rango	
Desviación Estándar	0.150
Coeficiente Variación %	0.70

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 30, anexo 2.

**Gráfico 13. Datos obtenidos en la determinación de Fósforo en Mineral con muestra de Ortofosfato de Calcio**



De acuerdo a la tabla 16 se observa que no se obtuvo una diferencia significativa entre los resultados la muestra de Ortofosfato de calcio, obteniendo un coeficiente de variación de 0.70 %, siendo menor que el CV permitido en el laboratorio, el cual es  $\leq 5$  %.

En el gráfico 13 se observa que el porcentaje fósforo en la muestra de Ortofosfato de calcio está en algunos valores debajo del parámetro teórico que es 21.4 % (Segura Correa, 2009), sin embargo la diferencia no es significativa.

#### 4.2.6 COMPARACIÓN DE LA ESTUFA DE SECADO CON TERMOBALANZA

Las muestras seleccionadas para este análisis fueron pasta de soya, ortofosfato de calcio y aceite de palma. Se hicieron diez repeticiones en pasta de soya y ortofosfato y para aceite de palma se hicieron cinco repeticiones. Se verificó que el comportamiento de los datos obtenidos en la estufa de secado y termobalanza tenga una variación máxima de 0.5. El análisis en dicha técnica se toma como aceptable de acuerdo a la desviación y coeficiente de variación. Utilizando el equipo estufa de secado y termobalanza que se muestra en la figura 3 y 6 del anexo 3, respectivamente y basándome en la norma actual:

**NMX-Y-098-SCFI-2001.** Alimento para Animales – Determinación de Humedad en Alimento Terminado e Ingredientes para Animales – Método de prueba.

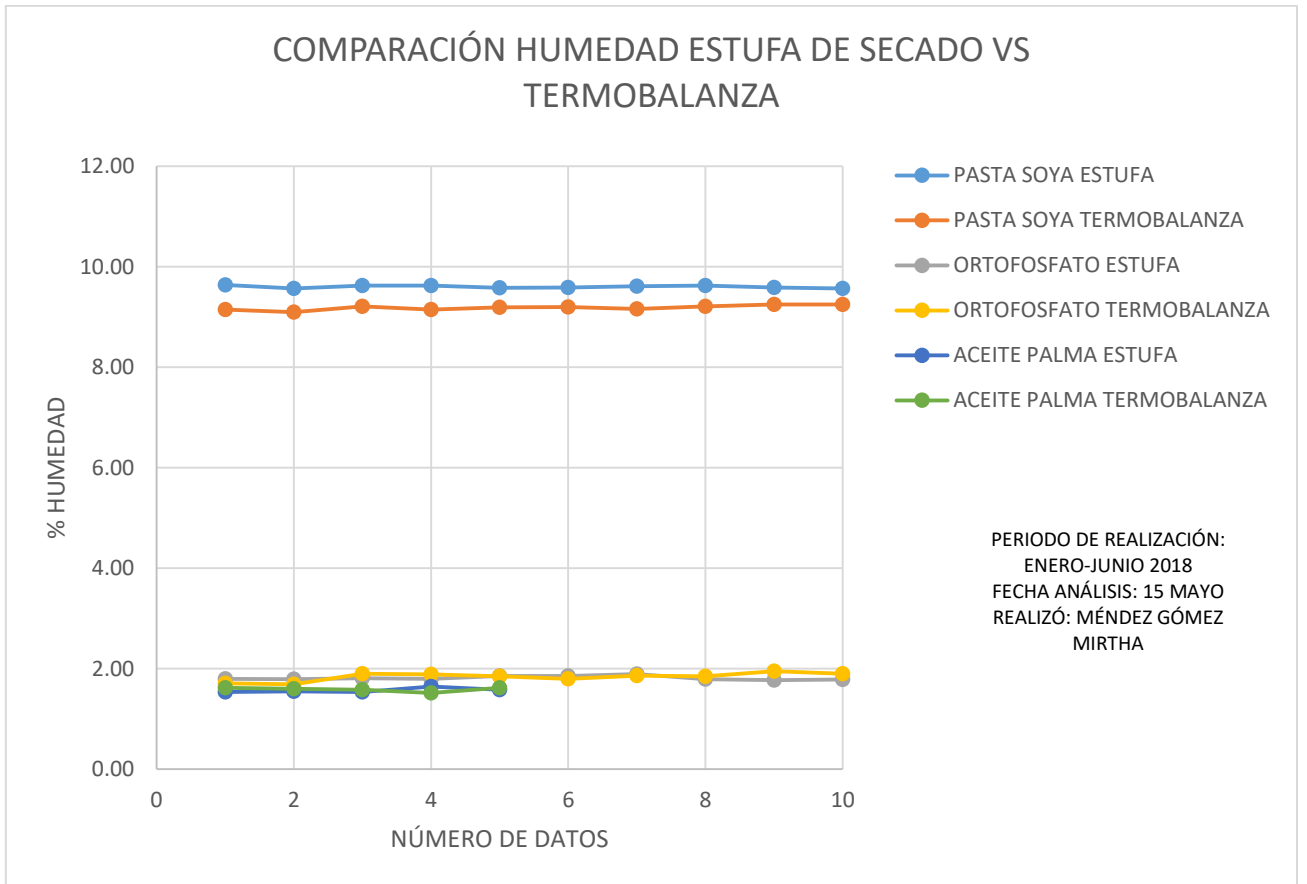
**Tabla 17. Resultados obtenidos en pruebas con Ortofosfato de Calcio en la determinación de Fósforo en Alimento.**

Método	Método de Referencia, NMX-Y-098-SCFI-2001.					
	Ortofosfato de calcio		Pasta de soya		Aceite de Palma	
Muestra	1		1		1	
Ensayo	1		1		1	
Temperatura ambiente °C	32		32		32	
Humedad relativa %H	42		42		42	
Tamaño muestra g	5		2		5	
Tiempo de operación en horas	3		2		0:30	
Equipo de medición	Balanza analítica		Balanza analítica		Balanza analítica	
# repeticiones	10		10		5	
Promedio % Humedad	Estufa 1.82	Termobalanza 1.84	Estufa 9.60	Termobalanza 9.19	Estufa 1.57	Termobalanza 1.59
Desviación Estándar	0.04	0.08	0.03	0.05	0.05	0.04
Coeficiente Variación %	2.18	4.56	0.2	0.51	2.95	2.61

**Fuente:** Datos originales en el anexo correspondiente a la Tabla 31 del anexo 2.



**Gráfico 14. Datos obtenidos en la comparación de humedad en estufa de secado y termobalanza**



De acuerdo a la tabla 17 se observa que no se obtuvo una mayor a 0.5 entre los valores obtenidos en la estufa de secado y termobalanza, obteniendo un coeficiente de variación  $\leq 5\%$ , por lo tanto en análisis se toma como válido.

En el gráfico 14 se observa que el porcentaje de humedad obtenido en la estufa de secado y termobalanza no tiene una diferencia mayor al 0.5

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

De acuerdo a los datos obtenidos se cumplieron los objetivos planteados ya que se logró la estandarización de las técnicas de calidad utilizando material de referencia certificado en la obtención de las series de datos para establecer la exactitud y la precisión de los métodos en comparación a los métodos de referencia.

Los métodos de referencia evaluados son completamente repetibles y reproducibles en condiciones de ensayo similares o en condiciones de ensayo diferentes.

Las técnicas están apegadas a la Norma Oficiales correspondientes por lo tanto los analistas pueden realizar las técnicas asegurando que los resultados obtenidos serán confiables.

Las técnicas de calidad están estructuradas para que el analista realice la metodología correctamente, se estructuró de acuerdo a objetivo, alcance, fundamento, material, equipos, validación del análisis, procedimiento, cálculos, resultados y bibliografía.

Se le recomienda a la empresa BUENAVENTURA:

Para garantizar el aseguramiento de las técnicas es preciso utilizar Material De Referencia Certificado (CRM) de acuerdo a la frecuencia de uso de los equipos de cada método de referencia y también es necesario valorar las sustancias involucradas en las determinaciones volumétricas.

Se debe reubicar la balanza analítica para que las corrientes de aire convergentes en el entorno de la ubicación actual no interfieran en las mediciones de peso introduciendo un error sistemático en las determinaciones realizadas.

Los análisis se deben llevar a cabo de acuerdo a lo establecido en las buenas prácticas del laboratorio.

## COMPETENCIAS DESARROLLADAS Y/O APLICADAS

Las competencias desarrolladas durante la estancia en la empresa son las siguientes:

- **ADAPTABILIDAD:** Capacidad para permanecer eficaz dentro del laboratorio, así como a la hora de enfrentarse con las nuevas tareas, retos y personas que en este están.
- **ANÁLISIS DE PROBLEMAS:** Eficacia para identificar un problema y los datos pertinentes al momento de realizar los análisis, reconocer la información relevante y las posibles causas del mismo.
- **ANÁLISIS NUMÉRICO:** Capacidad para analizar, organizar y resolver cuestiones numéricas, estadísticos y similares.
- **CAPACIDAD CRÍTICA:** Habilidad para la evaluación de datos y líneas de acción para conseguir tomar decisiones lógicas de forma imparcial y razonada al momento de realizar las determinaciones.
- **COMPROMISO:** Crear en el propio trabajo o rol y su valor dentro de la empresa BUENAVENTURA.
- **DECISIÓN:** Agudeza para establecer una línea de acción adecuada en la resolución de problemas que se presentaron durante la estancia.
- **INTEGRIDAD:** Se tuvo la capacidad para mantenerse dentro de la empresa para realizar actividades o participar en ellos.
- **PLANIFICACIÓN Y ORGANIZACIÓN:** Capacidad para realizar de forma eficaz el plan apropiado de actuación personal con el fin de alcanzar los objetivos propuestos.
- **TRABAJO EN EQUIPO:** Se tuvo la disposición para participar como miembro integrado del equipo control de calidad para obtener los resultados esperados.

## FUENTES DE INFORMACIÓN

- Adollys Newman, A. S. (2007). *La Soya*. Caracas.
- Bauza, R., Bratschi, C., Hirigoyen, A., Scaglia, L., & Sierra, F. (2007). *Evaluación de la inclusión de dos tipos de hidrolizado de plumas en dietas de cerdos*. Cusco, Perú.
- Cumpa, M. H. (2009). Evaluación de la harina de vísceras de pollo en reemplazo de la harina de. *Anales científicos UNALM*, 3.
- Fundación Española para el Desarrollo de la Nutrición, F. (s.f.). *Harina carne de aves*. Obtenido de [http://www.fundacionfedna.org/ingredientes\\_para\\_piensos/harina-carne-de-aves](http://www.fundacionfedna.org/ingredientes_para_piensos/harina-carne-de-aves)
- María., Y. C. (2013). Evaluación de tres niveles de harina de vísceras de ave como fuente de proteína en la alimentación de pollos parrilleros. 57.
- Martín Terrazas, R. C. (2010). Coeficientes de utilización digestiva aparente de materia seca, proteína y aminoácidos esenciales de ingredientes terrestres para el camarón del Pacífico *Litopenaeus vannamei* (Decapoda: Penaeidae) . *Biología Tropical*, 1563.
- Newkirk, D. R. (2009). Pasta de canola . *Guía para la industria de forrajes*, 13.
- Sánchez Maroto, A. (2002). *Incertidumbre en métodos analíticos de rutina*. Tesis doctoral. Tarragona .
- Segura Correa, V. (2009). Efecto de la suplementación fosforada sobre la ganancia de peso de bovinos en pastoreo en Yucatán, México. *Sistema de Información Científica*, 259.

## ANEXO I: TABLAS DE DATOS PATRONES QUÍMICOS

Tabla 18. Datos Recuperación de Carbonato de Calcio para Aseguramiento Analítico de Calcio en alimento y mineral de acuerdo a la NMX-Y-021-SCFI-2003

T (°C)	ESTÁNDAR (CaCO <sub>3</sub> )	PESO MUESTRA	GASTO	% CALCIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	PROMEDIO	COEFICIENTE DE VARIACIÓN
29	1	0.5009	19	38.49	0.02	38.51	0.06
	2	0.5008	19	38.49			
	3	0.5009	19	38.49			
	4	0.5004	19	38.53			
	5	0.5006	19	38.51			
	6	0.5007	19	38.50			
	7	0.5006	19	38.51			
	8	0.5003	19	38.53			
	9	0.5002	19	38.54			
	10	0.5	19	38.56			
	TESTIGO HCl	0	2	0.00			

Normalidad Permanganato de Potasio: 0.113A N

Alícuota: 20 mL

Mili equivalente de calcio: 0.02

**Tabla 19. Datos Recuperación de Carbonato de Calcio para Aseguramiento Analítico de Calcio en alimento y mineral de acuerdo a la NMX-341-SCFI-2006**

T(°C)	ESTÁNDAR (CaCO <sub>3</sub> )	PESO MUESTRA	GASTO	% CALCIO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	PROMEDIO	COEFICIENTE DE VARIACIÓN
29	1	0.5004	18.5	36.67	0.15	36.87	0.41
	2	0.5004	18.6	36.90			
	3	0.5009	18.7	37.08			
	4	0.5009	18.7	37.08			
	5	0.5004	18.6	36.90			
	6	0.5003	18.5	36.68			
	7	0.5002	18.6	36.91			
	8	0.5003	18.6	36.90			
	9	0.5002	18.5	36.69			
	10	0.5001	18.6	36.92			
	TESTIGO	0	2.1	0.00			

Normalidad Permanganato de Potasio: 0.1119 N

Alícuota: 20 mL

Mili equivalente de calcio: 0.02

**Tabla 20. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en estándar ANKOM TECHNOLOGY para Aseguramiento Analítico de Extracto Etéreo en Alimento utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR**

BOLSA	PESO BOLSA	PESO ESTÁNDAR	PRESECADO	EXTRACCIÓN	%EE	DIFERENCIA CON PARÁMETRO	DESV. EST	PROMEDIO	CV
E1	0.4278	2.0015	2.3501	2.1643	9.28	0.02	0.04	9.26	0.38
E2	0.4154	2.0001	2.3331	2.1476	9.27	0.03			
E3	0.467	2.0001	2.3832	2.1972	9.30	0.00			
E4	0.4405	2.0002	2.3547	2.1705	9.21	0.09			
E5	0.4294	2.0000	2.3703	2.1853	9.25	0.05			
VACÍA	0.4474	0	0.4474	0.4474	0.00	-			

**Tabla 21. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en el ANKOM TECHNOLOGY para Aseguramiento Analítico utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR**

ESTÁNDAR	VASO	PESO VASO	PESO ESTÁNDAR	PV+ RESIDUO	%EE	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	PROMEDIO	CV
1	43	39.3265	2.0001	39.5123	9.29	0.04	9.27	0.42
2	46	40.5861	2	40.772	9.29			
3	44	41.2722	2.0002	41.4582	9.30			
4	47	41.3745	2.0001	41.5589	9.22			
5	2	36.8543	2.0001	37.0389	9.23			
VACÍA	25	40.3215	0	40.3215	0.00			

CV: COEFICIENTE VARIACIÓN

**Tabla 22. Datos comportamiento de temperatura en la estufa de secado para Aseguramiento Analítico en la determinación de Humedad por pérdida al secado**

<b>PASTA SOYA</b>		<b>PARÁMETRO</b>	<b>T=130 +/-2°C</b>
<b>Tiempo (min)</b>	<b>PASTA SOYA T Digital</b>		
0	129.5		
15	129.6	129	0.6
30	130	130	0
45	130.1	130	0.1
60	130.5	130	0.5
75	130.2	130	0.2
90	130.5	130	0.5
105	130.5	130	0.5
120	130.5	131	-0.5
<b>DESVIACIÓN ESTÁNDAR</b>	0.39	0.60	
<b>PROMEDIO</b>	130.16	129.89	
<b>COEF. VARIACIÓN</b>	0.30	0.46	
<b>MÍNIMO</b>	129.5	129	
<b>MÁXIMO</b>	130.5	131	



<b>ACEITE PALMA</b>	<b>PARÁMETRO</b>		<b>T=130 +/-1°C</b>
<b>TIEMPO (MIN)</b>	<b>TEMPERATURA DÍGITAL</b>	<b>TEMPERATURA TERMÓMETRO</b>	<b>DESVIACIÓN CON PARÁMETRO</b>
0	129.4	129	0.4
5	129.5	129	0.5
10	130.1	130	0.1
15	130	130	0
20	130.1	130	0.1
25	130.2	130	0.2
30	130.2	130	0.2
<b>DESVIACIÓN EST.</b>	0.34	0.49	
<b>PROMEDIO</b>	129.93	129.71	
<b>COEF. VARIACIÓN</b>	0.26	0.38	

<b>ORTOFOSFATOS</b>		<b>PARÁMETRO</b>	<b>T=60 °c</b>
<b>Tiempo (min)</b>	<b>TEMPERATURA DÍGITAL</b>	<b>TEMPERATURA TERMÓMETRO</b>	<b>DESVIACIÓN</b>
0	60.5	60	0.5
15	60.6	60	0.6
30	60.5	60	0.5
45	60.5	60	0.5
60	60.4	61	-0.6
75	60.4	61	-0.6
90	60.5	60	0.5
105	60.5	60	0.5
120	60.2	60	0.2
135	60.5	61	-0.5
150	60.3	60	0.3
165	60.6	60	0.6

180	60.5	60	0.5
<b>DESVIACIÓN ESTÁNDAR</b>	0.112	0.439	
<b>PROMEDIO</b>	60.5	60.2	
<b>COEF. VARIACIÓN</b>	0.19	0.73	

## ANEXO II: TABLAS DE DATOS DE VERIFICACIÓN Y ESTÁNDARIZACIÓN DE LOS MÉTODOS FÍSICOQUÍMICOS

**Tabla 23. Datos Recuperación de Calcio en muestra de Carbonato de Calcio grado comercial utilizando filtro de fibra de vidrio Whatman No.1 fabricado en China**

MUESTRA	ID.	PESO	GASTO	%CALCIO	DESVIACIÓN	PROMEDIO	COEF. VARIACIÓN
ESTÁNDAR FILTRO CHINA	E1	0.5001	18.9	38.71			
TESTIGO	Tc	***	1.6	0			
CARBONATO DE CALCIO CON FILTRO CHINA	1	0.5002	18.5	37.81	0.16	37.58	0.44
	2	0.5006	18.4	37.55			
	3	0.5005	18.3	37.34			
	4	0.5003	18.4	37.58			
	5	0.504	18.5	37.52			
	6	0.5005	18.3	37.34			
	7	0.5006	18.4	37.55			
	8	0.5009	18.5	37.75			
	9	0.5008	18.4	37.54			
	10	0.5006	18.5	37.78			

Normalidad Permanganato de Potasio: 0.1119 N

Alícuota: 20 mL

Mili equivalente de calcio: 0.02

**Tabla 24. Datos Recuperación de Calcio en muestra de Carbonato de Calcio grado comercial utilizando filtro de fibra de vidrio Whatman No.1 fabricado en Inglaterra**

MUESTRA	ID.	PESO	GASTO	%CALCIO	DESVIACIÓN	PROMEDIO	COEF. VARIACIÓN
ESTÁNDAR FILTRO INGLATERRA	E1	0.5001	18.9	38.71			
TESTIGO	Tc	***	1.6	0			
CARBONATO DE CALCIO CON FILTRO INGLATERRA	1	0.5	18	36.70	0.22	36.95	0.60
	2	0.5002	18.1	36.91			
	3	0.5004	18.2	37.12			
	4	0.5002	18.1	36.91			
	5	0.5003	18.1	36.90			
	6	0.5005	18.3	37.34			
	7	0.5001	18	36.70			
	8	0.5003	18.2	37.13			
	9	0.5004	18.2	37.12			
	10	0.5001	18	36.70			

Normalidad Permanganato de Potasio: 0.1119 N

Alícuota: 20 mL

Mili equivalente de calcio: 0.02

**Tabla 25. Datos Recuperación de Calcio en muestra de Harina de Ave y Harina de pluma en la determinación de Calcio en Alimentos**

MUESTRA	ID	PESO (GRAMOS)	GASTO (ML)	%CALCIO	DESVIACIÓN	PROMEDIO	COEF. VARIACIÓN	MÍNIMO	MÁXIMO
HARINA AVE	1	2.0038	7.4	3.57	0.09	3.52	2.47	3.35	3.63
	2	2.0036	7.3	3.52					
	3	2.0012	7.3	3.52					
	4	2.0024	7.1	3.41					
	5	2.0052	7.5	3.63					
	6	2.0043	7.4	3.57					
	7	2.0052	7.3	3.52					
	8	2.0057	7.5	3.63					
	9	2.0012	7	3.35					
	10	2.0062	7.3	3.51					
HARINA PLUMA	11	2.0057	3.1	1.17	0.04	1.14	3.47	1.06	1.17
	12	2.0043	3	1.12					
	13	2.0064	3.1	1.17					
	14	2.0019	3.1	1.17					
	15	2.0012	3	1.12					
	16	2.0076	3	1.11					
	17	2.007	2.9	1.06					
	18	2.0014	3.1	1.17					
	19	2.0025	3	1.12					
	20	2.0028	3.1	1.17					
ESTÁNDAR (CaCO <sub>3</sub> )	E1	0.5	18.4	38.94					
TESTIGO HCl	T1	***	1	0.00					

**Tabla 26. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en muestras de Pasta de Soya y Soya Integral utilizando el equipo ANKOM EXTRACTOR**

MUESTRA	BOLSA	PESO BOLSA	PESO MUESTRA	PRESECADO	EXTRACCIÓN	%EXTRACTO ETÉREO	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	PROMEDIO	COEF. VARIACIÓN	MÁXIMO	MÍNIMO
ESTÁNDAR	E1	0.4405	2.0038	2.3547	2.1702	9.21					
PASTA DE SOYA	1	0.4198	2.0046	2.2507	2.1929	2.88	0.11	2.84	3.82	2.96	2.57
	2	0.4221	2.0047	2.2598	2.2083	2.57					
	3	0.4219	2.0023	2.1941	2.1362	2.89					
	4	0.444	2.0037	2.274	2.2159	2.90					
	5	0.4278	2.003	2.2646	2.2053	2.96					
	6	0.4492	2.0044	2.2767	2.2192	2.87					
	7	0.4483	2.004	2.2813	2.226	2.76					
	8	0.4446	2.0026	2.2699	2.2127	2.86					
	9	0.4533	2.0039	2.2925	2.2353	2.85					
	10	0.4277	2.003	2.2594	2.2015	2.89					
SOYA INTEGRAL	11	0.4516	2.0049	2.2878	1.9046	19.11	0.31	19.41	1.62	19.78	18.79
	12	0.435	2.004	2.2774	1.9009	18.79					
	13	0.4361	2.0046	2.2747	1.8837	19.51					
	14	0.4158	2.0011	2.2548	1.8618	19.64					
	15	0.4444	2.0027	2.2857	1.8949	19.51					
	16	0.4564	2.0042	2.302	1.9056	19.78					
	17	0.4546	2.0033	2.2949	1.9042	19.50					
	18	0.4404	2.0045	2.2736	1.8847	19.40					
	19	0.4532	2.002	2.2935	1.9039	19.46					
	20	0.432	2.0013	2.2742	1.8845	19.47					

**Tabla 27. Datos Recuperación de Extracto Etéreo en muestras de Harina de ave y Harina de pluma utilizando el equipo FOSS EXTRACTOR**

MUESTRA	ID	VASO	PESO VASO	PESO MUESTRA	PV+ RESIDUO	%EE	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	PROMEDIO	COEF. VARIACIÓN	MÍNIMO	MÁXIMO
HARINA PLUMA	1	25	36.4736	2.0006	36.6741	10.02	0.02	10.04	0.21	10.02	10.07
	2	2	38.9238	2.0005	39.1246	10.04					
	3	46	39.7406	2.0006	39.9421	10.07					
	4	44	35.7843	2.0005	35.9853	10.05					
	5	47	40.8364	2.0008	41.0369	10.02					
ESTÁNDAR ANKOM TECHNOLOGY	E1	30	41.3739	2.0001	41.5579	9.20					
HARINA AVE	1	32	25.0408	2.0009	25.2639	11.15	0.06	11.19	0.54	11.13	11.28
	2	48	35.7631	2.0005	35.9857	11.13					
	3	14	25.3714	2.0009	25.596	11.22					
	4	95	41.3987	2.0006	41.6243	11.28					
	5	94	44.4377	2.0007	44.6612	11.17					
ESTÁNDAR ANKOM TECHNOLOGY	E2	42	36.8543	2.0001	37.0389	9.23					

**Tabla 28. Datos Recuperación de Cenizas en muestras de Harina de ave y Harina de pluma utilizando el equipo MUFLA**

MUESTRA	CRISOL	PESO CRISOL	PESO MUESTRA	PESO CRISOL + CENIZA	%CENIZA	DESVIACIÓN	PROMEDIO	COEFICIENTE VARIACIÓN	MINIMO	MÁXIMO
HARINA AVE	20	25.372	2.0038	25.6273	12.74	0.0987	12.75	0.7743	12.63	12.90
	100	26.3604	2.0036	26.6135	12.63					
	69	24.01	2.0012	24.2657	12.78					
	115	24.5379	2.0024	24.7912	12.65					
	70	25.299	2.0052	25.5538	12.71					
	86	24.9771	2.0043	25.2357	12.90					
	Y	25.073	2.0052	25.327	12.67					
	21	26.1905	2.0057	26.4449	12.68					
	41	25.2258	2.0012	25.482	12.80					
	1	25.74	2.0062	25.9989	12.90					
HARINA PLUMA	57	24.3876	2.0057	24.4558	3.40	0.0593	3.35	1.7685	3.26	3.44
	35	24.7876	2.0043	24.856	3.41					
	84	25.3643	2.0064	25.4319	3.37					
	91	26.4121	2.0019	26.481	3.44					
	L	10.925	2.0012	10.9927	3.38					
	13	11.5437	2.0076	11.6092	3.26					
	17	11.8492	2.007	11.915	3.28					
	22	12.159	2.0014	12.2258	3.34					
	18	11.6089	2.0025	11.6754	3.32					
	H	19.7501	2.0028	19.8164	3.31					



**Tabla 29. Datos Recuperación de Fósforo en muestra de Pasta de Canola en la determinación de Fósforo en Alimento utilizando el equipo ESPECTROFOTÓMETRO**

MUESTRA	No. MUESTRA	PESO MUESTRA	LECTURA CONCENTRACIÓN	% FÓSFORO	DESV. ESTANDAR	PROMEDIO	COEF. VARIACIÓN	MÍNIMO	MÁXIMO
PASTA CANOLA	1	2.0005	1.02	1.02	0.014	1.033	1.373	1.02	1.06
	2	2.0009	1.06	1.06					
	3	2.0005	1.04	1.04					
	4	2.0003	1.05	1.05					
	5	2.0005	1.03	1.03					
	6	2.0008	1.02	1.02					
	7	2.0006	1.02	1.02					
	8	2.0005	1.03	1.03					
	9	2.0006	1.02	1.02					
	10	2.0003	1.04	1.04					

**Tabla 30. Datos Recuperación de Fósforo en muestra de Ortofosfato de Calcio en la determinación de Fósforo en Mineral utilizando el equipo ESPECTROFOTÓMETRO**

MUESTRA	No. MUESTRA	PESO MUESTRA	LECTURA CONCENTRACIÓN	% FÓSFORO	DESV. ESTANDAR	PROMEDIO	COEF. VARIACIÓN	MÍNIMO	MÁXIMO
ORTOFOSFATO	1	0.5001	1.07	21.40	0.150	21.198	0.709	20.97	21.40
	2	0.5003	1.06	21.19					
	3	0.5004	1.05	20.98					
	4	0.5009	1.06	21.16					
	5	0.5006	1.05	20.97					
	6	0.5003	1.07	21.39					
	7	0.5007	1.06	21.17					
	8	0.5006	1.06	21.17					
	9	0.5007	1.07	21.37					
	10	0.5005	1.06	21.18					

**Tabla 31. Datos obtenidos en la comparación de humedad en la estufa de secado y termobalanza.**

ID. CHAROLA	PCH	PM	PCH+M	PCHM-PCH	PASTA SOYA ESTUFA	PASTA SOYA TERMOBALANZA	DIFERENCIA
3	2.8343	5.0005	7.3952	4.5609	9.64	9.15	0.49
11	2.8329	5.0005	7.3968	4.5639	9.57	9.1	0.47
12	2.8108	5.0003	7.372	4.5612	9.63	9.21	0.42
8	2.8267	5.0009	7.3885	4.5618	9.63	9.15	0.48
13	2.8298	5.0006	7.3932	4.5634	9.58	9.19	0.39
15	2.8219	5	7.3844	4.5625	9.59	9.2	0.39
1	2.808	5.0007	7.3701	4.5621	9.61	9.16	0.45
2	2.8219	5.0001	7.3829	4.561	9.63	9.21	0.42
25	3.3987	5.0008	7.9619	4.5632	9.59	9.25	0.34
EL	2.8107	5.001	7.375	4.5643	9.57	9.25	0.32
					<b>DESV.EST.</b>	0.03	0.05
					<b>PROMEDIO</b>	9.60	9.19
					<b>COEF. VAR</b>	0.2799	0.5158

ID. CHAROLA	PCH	PM	PCH+M	PCHM-PCH	ORTOFOSFATO ESTUFA	ORTOFOSFATO TERMOBALANZA	DIFERENCIA	
PO	3.2951	2.0003	5.2601	1.9650	1.80	1.71	0.09	
23	3.3952	2.0008	5.3608	1.9656	1.79	1.69	0.10	
GO	3.6596	2.0006	5.6246	1.965	1.81	1.9	-0.09	
24	3.0572	2.0007	5.0225	1.9653	1.80	1.89	-0.09	
TA	3.7222	2.0008	5.6865	1.9643	1.86	1.85	0.01	
TI	3.2503	2.0004	5.2142	1.9639	1.86	1.8	0.06	
DA	3.4035	2.0007	5.367	1.9635	1.89	1.86	0.03	
ZI	3.6407	2.0003	5.6058	1.9651	1.79	1.85	-0.06	
8	3.5976	2.0008	5.5635	1.9659	1.78	1.95	-0.17	
11	3.682	2.0001	5.647	1.965	1.79	1.9	-0.11	
					<b>DESV.EST.</b>	0.04	0.08	
					<b>PROMEDIO</b>	1.82	1.84	
					<b>COEF. VAR</b>	2.1845	4.5615	

ID. CHAROLA	PCH	PM	PCH+M	PCHM-PCH	ACEITE PALMA ESTUFA	ACEITE PALMA TERMOBALANZA	DIFERENCIA	
DA	3.7905	5.0005	8.7154	4.9249	1.54	1.62	-0.08	
GO	3.7965	5.0002	8.7204	4.9239	1.55	1.6	-0.05	
ME	3.7933	5.0008	8.7185	4.9252	1.53	1.58	-0.05	
NI	3.8004	5.0004	8.7199	4.9195	1.64	1.52	0.12	
TA	3.818	5.0002	8.7402	4.9222	1.58	1.62	-0.04	
					<b>DESV.EST.</b>	0.05	0.04	
					<b>PROMEDIO</b>	1.57	1.59	
					<b>COEF. VAR</b>	2.9584	2.6116	

## ANEXO III. EQUIPOS



Figura 1: ANKOM EXTRACTOR



Figura 2. FOSS EXTRACTOR



Figura 3. ESTUFA DE SECADO



Figura 4: MUFLA



Figura 5: ESPECTROFOTÓMETRO



Figura 6: TERMOBALANZA

## ANEXO IV. FORMULARIO

### DETERMINACIÓN DE CALCIO EN ALIMENTO Y MINERAL

$$\%Ca = \frac{(mL KMnO_4) (0.02) (N) (100) X 100}{(W) (alícuota)}$$

Donde:

mL KMnO<sub>4</sub> es el volumen de KMnO<sub>4</sub> 0.1 N gastados en la titulación menos el volumen de KMnO<sub>4</sub> utilizado en el blanco.

N es la normalidad del permanganato de potasio que te da en la valoración.

0.02 son los miliequivalentes del calcio

W es el peso de la muestra

### DETERMINACIÓN DE CENIZAS EN ALIMENTO Y MINERAL

$$\%Cenizas = \frac{P_{cm} - P_{cv}}{pm} * 100$$

Donde:

P<sub>cm</sub>= Peso del crisol con la muestra en cenizas

P<sub>cv</sub>= Peso del crisol vacío

P<sub>m</sub>= Peso de la muestra

100= Es la conversión a porcentaje

## DETERMINACIÓN DE EXTRACTO ETÉREO EN ANKOM EXTRACTOR

$$\% \text{ Extracto etéreo} = \frac{Pbp - Pbe}{pm} * 100$$

Donde:

Pbp = Peso del presecado de la muestra con la bolsa filtrante

Pm = Peso de la muestra original

Pbe= Peso de la muestra presecado con la bolsa filtrante después de la extracción

100 = Es la conversión a porcentaje

## DETERMINACIÓN DE FÓSFORO EN ALIMENTO Y MINERAL

$$\% \text{ Fósforo} = \frac{\text{Lectura en concentración (mg)}}{\text{Peso real de la muestra (mg)}} * 100$$

Donde:

Lectura en concentración (mg) = Son los mg de fósforo obtenido de la curva.

100 = Es el factor para convertir a porcentaje.

$$\text{Peso real de la muestra} = \frac{\text{Peso muestra (g)} * \text{alícuota (mL)} * 1000 \left(\frac{\text{mg}}{\text{g}}\right)}{\text{Aforo (mL)}}$$

El aforo es de 100 mL.



### **DETERMINACIÓN DE EXTRACTO ETÉREO EN FOSS EXTRACTOR**

$$\% \text{ Extracto etéreo} = \frac{Pvg - Pvv}{pm} * 100$$

Donde:

Pvg = Peso del vaso de aluminio con el extracto de grasa

Pvv = Peso del vaso de aluminio vacío

Pm = Peso de la muestra

100Es la conversión a porcentaje

### **DETERMINACIÓN DE HUMEDAD**

$$\% \text{ Humedad} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} * 100$$

Donde:

M<sub>1</sub>=Masa de la muestra inicial en gramos.

M<sub>2</sub>=masa de la muestra final en gramos.