
	Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-032
		Revisión: 2
		Inicio de vigencia: 2023-08-26

# Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda




AOXLAB S.A.S.

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

## DOCUMENTO CONTROLADO


### PROC-TC-032 Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
<b>Elaboró:</b>	Mónica Andrea Agudelo	Analista de laboratorio		2023-08-22
<b>Revisó:</b>	Angela P. Patiño Pérez	Directora de calidad		2023-08-26
<b>Aprobó:</b>	Darío Pardo Pardo	Director Técnico		2023-08-26
<b>Localización del documento:</b>		<a href="http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/">http://107.190.139.42/~aoxlabsgc/sig/</a>		


### Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2018/12/21	1	Ninguno (versión original).	JMFR	WFRP	YELP
Vigente	2023-	2	Se agrega materiales y consumibles, reactivos y soluciones. Se actualiza la tabla de equipos. Se agrega tabla con los criterios de aseguramiento de la calidad. Se modifica el procedimiento para hacer el análisis de forma manual.	MAAC	APPP	DPP

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

## ÍNDICE

1.	OBJETIVO Y ALCANCE.....	4
1.1	<b>Objetivo.</b> .....	4
1.2	<b>Alcance.</b> .....	4
2.	DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	4
2.1	<b>Definiciones.</b> .....	4
2.2	<b>Notaciones.</b> .....	5
3.	REFERENCIAS.....	5
4.	DESARROLLO.....	6
4.1	<b>INSPECCIÓN VISUAL.</b> .....	6
4.1.1	<b>Revisión general.</b> .....	6
4.1.2	<b>Estabilización.</b> .....	6
4.2	<b>Verificación de equipos.</b> .....	6
4.3	<b>Manejo de la muestra.</b> .....	6
4.4	<b>Medidas de seguridad.</b> .....	7
4.5	<b>INSTRUCCIONES DE ENSAYO.</b> .....	7
4.5.1	<b>Equipos de medición.</b> .....	7
4.5.2	<b>Materiales y consumibles:</b> .....	8
4.5.3	<b>Reactivos y soluciones</b> .....	8
4.5.4	<b>Preparación de las soluciones:</b> .....	8
4.5.5	<b>Ensayo</b> .....	8
4.6	<b>Informe</b> .....	10
4.7	<b>Aseguramiento de la calidad</b> .....	11
5.	RESPONSABILIDADES.....	12
5.1	<b>Director técnico.</b> .....	12
5.2	<b>Director de Calidad.</b> .....	12
5.3	<b>Líder de Laboratorio.</b> .....	12
5.4	<b>Analista.</b> .....	12
6.	FORMATOS RELACIONADOS.....	12
7.	ANEXOS.....	12

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

## 1. OBJETIVO Y ALCANCE.

### 1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar la determinación de fibra cruda de acuerdo con los parámetros de AOAC 962.09 [2] y los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [1].

### 1.2 Alcance.

Aplica para el personal técnico del Laboratorio.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método
Fibra cruda en alimento animal	AOAC 962.09 [2]	Gravimétrico

Este método se aplica a las siguientes matrices:

- Alimento animal


El intervalo de trabajo del método es de xx-100 g/100 g.

## 2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

### 2.1 Definiciones.

#### Calibración [4].

Operación que, bajo condiciones especificadas, en un primer paso, establece una relación entre los valores de las magnitudes con su incertidumbre de medición provista por patrones de medición y las indicaciones correspondientes con incertidumbres de medición asociadas y, en segundo paso, usa esta información para establecer una relación para obtener un resultado de medición de una indicación.

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

### Fibra cruda [2].

La fibra cruda es, el residuo obtenido tras el tratamiento de los vegetales con ácidos y álcalis. Es decir, es un concepto más químico que biológico. La fibra vegetal se refiere fundamentalmente a los elementos fibrosos de la pared de la célula vegetal.

### 2.2 Notaciones.

Para propósitos de este documento, se hacen las siguientes consideraciones:

“**Laboratorio**”: se refiere al laboratorio AOXLAB S.A.S.

“**Servicios**”: para referir a los servicios de ensayo que el Laboratorio ofrece.

“**Ítem**”: se refiere a los objetos o materiales bajo ensayo.

### 3. REFERENCIAS.


[1] ISO/IEC 17025:2017 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories / Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.

[2] Official Methods of Analysis 2023 Ed 22<sup>nd</sup> 962.09, Fiber (Crude) in Animal Feed and Pet Food.

[3] ISO 9000:2015 Quality management systems -- Fundamentals and vocabulary/ Sistemas de gestión de la calidad-- Fundamentos y vocabulario.

[4] VIM: 2012, International vocabulary of metrology -- Basic and general concepts and associated terms.

[5] ISO/IEC 17000:2004 Conformity assessment -- Vocabulary and general principles.

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

## 4. DESARROLLO

### 4.1 INSPECCIÓN VISUAL.

#### 4.1.1 Revisión general.

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, éste es inspeccionado a fin de asegurar que se garantizan las condiciones conforme lo indicado en el procedimiento PROC-TC-008 "Procedimiento de aseguramiento de integridad de los ítems bajo servicio".

Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que la muestra se encuentra empacada y sellada herméticamente, y etiquetada con el sticker de identificación interna del laboratorio. Se debe contar con al menos 100 gramos de muestra para realizar este análisis.

En caso de que la muestra no presente alguna de estas condiciones, realizar la observación en el FOR-TC- 055 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de Determinación Fibra cruda", e informar de inmediato al líder comercial a través del Líder de laboratorio.

#### 4.1.2 Estabilización.

Una vez revisada la muestra, se aplican las siguientes instrucciones:

Los patrones y equipos de referencia del laboratorio a intervenir en el ensayo y la muestra se mantienen en el lugar de ensayo, y encendidos (si es el caso), antes de realizar las mediciones, a fin de lograr su operación óptima o estabilización térmica.


### 4.2 Verificación de equipos.

A fin de confirmar que los equipos a utilizar en el ensayo se encuentran en condiciones adecuadas para realizar el servicio, se inspecciona que se haya realizado la verificación diaria de la balanza analítica.

### 4.3 Manejo de la muestra.

Para la identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte de la muestra, se siguen las instrucciones dadas en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.

Al tomar la porción de análisis, la muestra debe estar a temperatura ambiente y correctamente homogeneizada. Sí es líquida, mezclar hasta homogeneidad aparente mediante agitación magnética, y con la ayuda de un gotero o una pipeta tomar la cantidad necesaria de muestra, mientras se continúa con la agitación.

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

Sí la muestra es sólida, moler o triturar en su totalidad hasta homogeneidad aparente, y realizar un cuarteo atendiendo los siguientes pasos:

- Colocar la muestra previamente homogeneizada sobre una superficie lisa, limpia y seca, donde no existan corrientes de aire fuertes.
- Limpiar los instrumentos a utilizar (espátula o cuchara).
- Mezclar la muestra echando repetidas veces el material de los bordes hacia el centro.
- Juntar todo el material dándole forma circular con espesor uniforme.
- Dividir el material en cuatro sectores iguales.
- Eliminar los sectores opuestos quedando la masa del material reducida a la mitad.
- Mezclar los dos sectores restantes echando repetidas veces el material de los bordes hacia el centro.

#### 4.4 Medidas de seguridad.

Se deben seguir las siguientes medidas de seguridad antes y durante la realización del servicio: Verificar que el sticker de calibración y mantenimiento del equipo se encuentre vigente (ubicados en el módulo 1 del laboratorio) y no requiere alguna intervención. Verificar que todos los reactivos preparados en el laboratorio al momento de realizar el ensayo o los que se encontraban almacenados se encuentren identificados conforme al formato FOR-TC-024 "Formato para rotular reactivos elaborados en el laboratorio". En caso de que se encuentre alguna anomalía al respecto, avisar a la Dirección Técnica a través del Líder de Laboratorio.

Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar ningún parámetro.


Tener en cuenta las instrucciones dadas en el reglamento interno de trabajo PROC-GC- 015 Reglamento Interno AOXLAB S.A.S, capítulo XIII.

#### 4.5 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.

##### 4.5.1 Equipos de medición.

Para realizar el ensayo se utilizan los siguientes equipos y componentes clave:

Equipos
Balanza analítica con resolución de 0.1 mg

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

Equipos
Cabina de extracción
Estufa de convección forzada con temperatura de mantenimiento del horno 100°C ± 1°C
Desecador
Plancha de calentamiento
Mufla capaz de alcanzar 550° C, con indicador de resolución de 1° C y una estabilidad de ± 5°C
Para homogenizar: Procesador de alimentos, molino industrial

#### 4.5.2 Materiales y consumibles:

- Espátula metálica
- FibreBags RF
- Crisoles de porcelana

#### 4.5.3 Reactivos y soluciones

##### 4.5.3.1 Reactivos:

- Ácido sulfúrico 95-97% para análisis.
- Hidróxido de sodio en lentejas.

#### 4.5.4 Preparación de las soluciones:

##### 4.5.4.1 Ácido sulfúrico 0,13 M:


Medir 35,8 mL de ácido sulfúrico 95-97%. Aforar a 5 L usando agua tipo 1.

##### 4.5.4.2 Hidróxido de sodio 0,313 M:


Pesar 62,6 g de hidróxido de sodio. Aforar a 5 L usando agua tipo 1.

#### 4.5.5 Ensayo

Antes de iniciar el análisis, se debe verificar que se cuenta con mínimo 10 g muestra seca etiquetada con el sticker de identificación interna del laboratorio con una grasa inferior al 5%, en el caso de no ser así se realiza el ensayo de grasa de acuerdo con el PROC-TC-017 "Procedimiento de Ensayo de grasa por el método soxhlet". Después de realizado este ensayo se parte del residuo para comenzar el ensayo de fibra en detergente ácido. La muestra debe estar correctamente homogeneizada.

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

- Pesar los FibreBag vacíos y registrar su peso en el formato FORT-TC-062. Como los FibreBags suelen ser estables en masa, no es necesario secarlos previamente en el horno de secado. Los separadores de vidrio se introducen en las FibreBags y se colocan en un beacker para pesar la muestra. Se pesa aproximadamente  $1,0000 \pm 0,0010$ g de la muestra directamente en los FibreBags y se registra su peso en el formato FORT-TC-062.
- Agregue una cantidad de solución de ácido sulfúrico 0,13 M suficiente para cubrir los FibreBags con muestra. Calentar el sistema hasta que ebulle, dejarlo en ebullición durante 30 min, agitando manualmente cada 10 minutos. Una vez finalizado este tiempo, retire el soporte con las muestras, descarte la solución ácida del recipiente donde se está realizando el calentamiento y enjuague con agua tipo 1 todo el sistema.
- Realice el montaje nuevamente y agregue una cantidad de agua suficiente para cubrir los FibreBags con muestra. Caliente hasta que ebulle de 5 a 10 minutos. Pasado este tiempo descartar el agua de enjuague y repetir el proceso una vez más. Asegurarse de que se eliminen todos los rastros de ácido verificando los lavados con papel indicador, garantizando que el pH esté por encima de 6,00 (cualquier ácido residual se concentrará durante el secado y provocará la carbonización de los residuos y valores bajos de fibra).
- Agregue una cantidad de solución de hidróxido de sodio 0,313 M suficiente para cubrir los FibreBags con muestra. Calentar el sistema hasta que ebulle, dejarlo en ebullición durante 30 min, agitando cada 10 minutos. Una vez finalizado este tiempo, retire el soporte con las muestras, descarte la solución básica del recipiente donde se está realizando el calentamiento y enjuague con agua todo el sistema.
- Realice el montaje nuevamente y agregue una cantidad de agua suficiente para cubrir los FibreBags con muestra. Caliente hasta que ebulle de 5 a 10 minutos. Pasado este tiempo descartar el agua de enjuague.
- Los FibreBags se retiran de los soportes de vidrio y se transfieren a los crisoles de porcelana (Estos se encuentran contramarcados con grafito) asegurar que toda la muestra sea transferida al FibreBag realizando un lavado del soporte con agua tipo 1 dentro del crisol y registrar el número del crisol correspondiente en el formato FORT-TC-062. Luego se secan en la estufa a 103 °C durante toda la noche. A continuación, los crisoles con las FibreBags se colocan en el desecador hasta que se enfríen a temperatura ambiente y se pesan. Realizar este procedimiento hasta que la variación

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

en los pesos sea inferior a 0,1%. Pesar el crisol y registrar el peso en el formato FORT-TC-062.

- A continuación, calcinar los crisoles con tapa en la mufla a 550°C durante 6 horas. Una vez finalizado este tiempo esperar que la mufla baje y llegue a los 200°C para comenzar a abrir de forma gradual la puerta, esto con el fin de evitar que se dañe la resistencia del equipo por el choque térmico.
- Retirar los crisoles de la mufla utilizando las pinzas con cuidado. Enfriar los crisoles en el desecador durante 20 minutos, pesar y registrar el peso en el formato FORT-TC-062.

#### 4.6 Informe

Los resultados se analizan de la siguiente manera:


Los datos serán registrados en el formato FOR-TC- 062 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo Determinación Fibra Cruda" el cual contiene la siguiente información.

FECHA	ID MUESTRA	MASA FIBREBAG (g)	MASA MUESTRA (g)	NÚMERO DEL CRISOL	MASA CRISOL + MUESTRA DIGERIDA + FIBREBAG (g)	MASA CRISOL + CENIZAS (g)

Estos resultados son registrados en el cuadro de mando de Excel del laboratorio para análisis fisicoquímicos, SOFT-TC-075 "Cuadro de mando para el ensayo de Fibra Cruda en alimentos", en la ruta de acceso \laboratorio\REGISTROS\REGISTROS RT.

En el cuadro de mando de Excel están programados:

$$\% \text{ de fibra cruda} = \frac{M_3 - M_4 - M_1 - M_5}{M_2} \times 100$$

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión:</b> 2
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

El cálculo del contenido de fibra cruda para muestras analizadas después de un secado y desengrasado se realiza de la siguiente forma:

$$\% \text{ de fibra cruda} = \frac{M_3 - M_4 - M_1 - M_5}{M_2} \times (100 - \% \text{de humedad} - \% \text{grasa})$$

Donde:


- **M<sub>1</sub>**: Masa de FibreBag (g)
- **M<sub>2</sub>**: masa de muestra (g)
- **M<sub>3</sub>**: masa del crisol, muestra seca y FibreBag (g)
- **M<sub>4</sub>**: masa del crisol y las cenizas
- **M<sub>5</sub>**: blanco (g)

#### 4.7 Aseguramiento de la calidad

El tipo, periodicidad y criterios de aceptación para los resultados obtenidos de los ensayos para el control de calidad se resumen en la tabla siguiente:

CONTROL	PERIODICIDAD	CRITERIO
Blanco de FibreBag	Al iniciar un nuevo paquete de FibreBags	No debe ser mayor a 0.001 g
Duplicado por matriz	Cada que se realiza el ensayo	El coeficiente de variación obtenido debe ser menor o igual al 10%

Estos datos son registrados en las cartas control, lo que permite realizar el análisis de tendencias, de acuerdo con PROC -TC – 077.

	<b>Procedimiento de ensayo Determinación de Fibra cruda</b> <b>AOXLAB S.A.S</b>	<b>Identificación:</b> <b>PROC-TC-032</b>
		<b>Revisión: 2</b>
		<b>Inicio de vigencia:</b> <b>2023-08-26</b>

## 5. RESPONSABILIDADES.

### 5.1 Director técnico.

Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.

Aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio.

### 5.2 Director de Calidad.

Asegurar la aplicación del presente documento

### 5.3 Líder de Laboratorio.

Asegurar la aplicación del presente documento por el personal subordinado o supervisado.

Revisar los resultados ingresados por el analista, haciendo seguimiento de la trazabilidad del análisis.

### 5.4 Analista.

Aplicar el presente documento.

## 6. FORMATOS RELACIONADOS.

SOFT-TC-075 "Cuadro de mando para el ensayo de Fibra Cruda en alimentos"

FOR-TC- 062 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de determinación de fibra cruda.

## 7. ANEXOS.

No Aplica