


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas totales

AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-051 Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales

Copia controlada No.: 1


	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Maria Salomé Medina Avila	Analista de Laboratorio		2025-05-17
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora de Calidad		2025-05-19
Aprobó:	Jonatan Zárate Álvarez	Director Técnico		2023-05-20
Localización del documento:		Plataforma SGC		

Control de Cambios

Estado	Fecha de Inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Obsoleto	2018/01/10	1	Ninguno (versión original).	WFR	YELP	YELP
Obsoleto	2018/08/25	2	Cambios en objetivo, complementar definiciones, condiciones de la muestra para el análisis, condiciones específicas del ensayo. Se estableció pesar 2 g para la realización del ensayo.	JEAI	DPP	YELP
Obsoleto	2020-08-27	3	Se modificaron las referencias a los métodos normalizados para la elaboración del procedimiento	JEAI	DPP	YELP
Obsoleto	2021-01-27	4	Se modificaron el intervalo de aplicación del método	JTC	DPP	YELP
Obsoleto	2022-07-25	5	Se ajusta el criterio para peso constante del residuo y la masa máxima que debe obtenerse	DPP	APPP	YELP
Obsoleto	2023-05-11	6	Se actualizan las referencias bibliográficas Se cambia la directriz de consultar las medidas de	DPP	APPP	DPP


	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

			seguridad en el procedimiento PROC-GC-015 del capítulo IX al capítulo XIII Se elimina la referencia bibliográfica [12] Se le agrega procedimiento de cenizas sulfatas y cenizas insolubles en acido.			
Obsoleto	2023-12-14	7	Se ajusta procedimiento según lo establecido en los documentos normativos. Se elimina indicación de realizar el análisis por duplicado Se retira procedimiento de cenizas sulfatas y cenizas insolubles en acido.	LSGF	APPP	LSGF
Vigente	2025-05-20	8	Se adiciona la matriz alimento para animal.	MSMA	APPP	JOZA

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

INDICE

1. OBJETIVO Y ALCANCE.	5
1.1 Objetivo.	5
1.2 Alcance.	5
2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.	6
2.1 Definiciones.	6
2.2 Notaciones.	6
3. REFERENCIAS.	7
4. DESARROLLO	8
4.1 EQUIPOS DE MEDICIÓN.	8
4.2 INSPECCIÓN VISUAL.	8
4.2.1 Revisión general.	8
4.2.2 Estabilización.	8
4.2.3 Verificación de equipos.	9
4.2.4 Manejo de la muestra.	9
4.2.5 Medidas de seguridad.	9
4.3 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.	10
4.4 INFORME	11
4.4.1 Registro de datos.	11
4.4.2 Resultados.	11
4.5 CONTROL DE LA CALIDAD	13
5. RESPONSABILIDADES.	14
5.1 Director técnico.	14
5.2 Director de Calidad.	14
5.3 Líder de Laboratorio.	14
5.4 Analista.	14
6. FORMATOS RELACIONADOS.	15
7. ANEXOS	15

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

1. OBJETIVO Y ALCANCE.


1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar el ensayo análisis de cenizas totales de acuerdo con los parámetros de los métodos AOAC 923.03 [2], AOAC 930.22 [9], AOAC 945.38 [11], AOAC 925.11 [7], AOAC 920.153 [8], AOAC 945.18 [6], AOAC 935.39 [10] NTC 4648:2022 [12] así como con los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [1].

1.2 Alcance.

Este procedimiento aplica para alimentos de consumo humano y animal, así como para las materias primas que lo requieran. El método se realiza de acuerdo con los siguientes métodos de referencia.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método	Rango de medición
Cenizas en Harina	AOAC 923.03 (2023)	Gravimétrico	0.16% - 100%
Cenizas en Pan	AOAC 930.22 (2023)		
Cenizas en Granos	AOAC 945.38 (2023)		
Cenizas en Macarrones	AOAC 925.11 (2023)		
Cenizas en Carne	AOAC 920.153 (2023)		
Cenizas en adjuntos de cereales	AOAC 945.18 (2023)		
Cenizas en productos horneados	AOAC 935.39 (2023)		
Cenizas en Alimentos para animales	NTC 4648:2022		

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

2. DEFINICIONES Y NOTACIONES.

2.1 Definiciones.

Calibración [3].

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.

Cenizas totales [2].

Son el producto de la combustión de algún material, compuesto por sustancias inorgánicas no combustibles, como sales minerales. El análisis de cenizas en los alimentos es un parámetro de importancia desde el punto de vista económico y de la calidad y cualidades organolépticas y nutricionales.

Calcinación [2].

La calcinación es el proceso de calentar una sustancia a temperatura elevada, (temperatura de descomposición), para provocar la descomposición térmica o un cambio de estado en su constitución física o química. El proceso de calcinación en bromatología se usa principalmente para la determinación de cenizas en un alimento, eliminando el dióxido de carbono y otros compuestos orgánicos.


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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

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 of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 923.03
- [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 17000:2020 Conformity assessment -- Vocabulary and general principles.
- [6] Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 945.18.
- [7] Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 925.11.
- [8] Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 920.153.
- [9] Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 930.22.
- [10] Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 935.39.
- [11] Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (2023) 22nd Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, USA, Official Method 945.38.
- [12] NTC 4648:2022 Alimentos para animales. Determinación de ceniza cruda / Animal feeding stuffs. Determination of crude ash. Bogotá: Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación (ICONTEC), 2022.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

4. DESARROLLO

4.1 EQUIPOS DE MEDICIÓN.

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

Equipos
Mufla capaz de alcanzar 550 °C, con indicador de resolución de 1 °C y una estabilidad de ± 5 °C
Balanza analítica con resolución de 0,1 mg
Desecador (con deshidratante adecuado (sálico gel con indicador, óxido de calcio o equivalente).
Crisoles de porcelana

4.2 INSPECCIÓN VISUAL.

4.2.1 Revisión general.


Al recibirse la muestra en el Laboratorio, ésta es inspeccionada con el fin de verificar las condiciones de cantidad, empaque y preservación se mantienen, 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 se cuenta con mínimo 10 g muestra. La muestra debe estar correctamente homogeneizada.

En caso de que la muestra no presente alguna de estas condiciones, realizar la observación en el FOR-TC- 041 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de cenizas ", e informar de inmediato al líder comercial a través del Líder de laboratorio.

4.2.2 Estabilización.

Los ítems de ensayo, patrones y controles de calidad deben atemperarse con suficiente antelación de tal manera que se encuentren en equilibrio térmico con el ambiente en el cual se ejecutarán los ensayos.

La balanza analítica y otros equipos electrónicos que realicen mediciones de alguna magnitud correspondiente a condiciones de influencia en la ejecución del ensayo deben encenderse por lo menos media hora antes de su uso. Así mismo, deben verificarse los equipos, de acuerdo con lo establecido en el numeral 4.2.3.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

Además, debe ajustarse la mufla a 550 °C teniendo en cuenta los factores de corrección obtenidos del certificado de la última calibración e inspeccionar el estado y cantidad de la sílica dispuesta al interior del desecador. Si la sílica presenta humedad, secarla a 104 °C por 12 horas

4.2.3 Verificación de equipos.

Antes de iniciar el ensayo, debe verificarse que el estado de funcionamiento de los equipos sea adecuado. Esto puede llevarse a cabo revisando que cuenten con la etiqueta de mantenimiento vigente y que estos no tengan alguna etiqueta que lo identifique como "Fuera de servicio". Además, en el caso en el cual se lleve el control de uso, deben registrarse los últimos registros consignados en el formato FOR-TC-017, con el propósito de verificar que no se han registrado fallas en el funcionamiento. Si algún equipo es utilizado para la medición de alguna magnitud de influencia en el ensayo, este debe estar calibrado. Por tanto, se debe verificar la etiqueta de calibración adherida a este, y comprobar que se encuentre vigente.

Así mismo, debe verificarse que se haya realizado y registrado la verificación diaria de la balanza analítica en el formato FOR-TC-005

Además de lo anterior, debe verificarse la fecha de expiración de los patrones, materiales de referencia y controles de calidad empleados en el ensayo con el fin de evitar el uso de materiales vencidos.

4.2.4 Manejo de la muestra.

La identificación, manejo, transporte, almacenamiento y descarte de la muestra, deben realizarse de acuerdo con los lineamientos establecidos en el procedimiento PROC-TC-008 Procedimiento de aseguramiento de integridad de las muestras bajo servicio.


Sí la muestra 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.

Sí la muestra es sólida, partirlos en pedazos pequeños que puedan triturarse.

Triturar 200 g de las muestras hasta que se homogeneice completamente.

4.2.5 Medidas de seguridad.

- Durante el análisis tener en cuenta que se debe seguir el procedimiento aquí descrito sin modificar u omitir ningún paso.
- Utilizar guantes para manipular las muestras y los crisoles.
- Utilizar guantes de carnaza para manipulación en la mufla.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20


- Utilizar siempre los EPP.

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

4.3 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.

4.3.1 El ensayo se realiza de la siguiente manera:

- Pesar un crisol de porcelana sin tapa previamente secado en la mufla a 550 °C y registrar el valor (M_c). Registrar igualmente el número del crisol (todos los crisoles deben estar contramarcados con grafito en la base).
- Pesar máximo 3 g de muestra homogenizada (M) dentro del crisol de porcelana.
 - NOTA 1:** para muestras de café y cannabis, pesar 1 g de muestra.
 - NOTA 2:** las muestras líquidas se llevan a estufa para evaporar el líquido antes de llevarlas a la mufla.
 - NOTA 3:** las muestras que lo requieran se pueden carbonizar en una plancha de calentamiento antes de ser llevadas a la mufla.
- Ubicar los crisoles dentro de la mufla, con su respectiva tapa, la cual se pone para evitar contaminación entre los crisoles.
- Verificar que los parámetros de calcinación sean los siguientes:
 - SEG: 0
 - TiMe: 0.00
 - End S: 1
 - Sy1: 550
 - TP1: 0.15
 - TS1: 6.00
 - De lo contrario revisar el manual del equipo y programar según las instrucciones.
- Cerrar la mufla e iniciar la calcinación.
- La muestra se calcina durante 6 horas (TS1: 6.00)
- Una vez finaliza la calcinación y aparece el letrero "End", se debe abrir un poco la puerta de la mufla para facilitar el enfriamiento, hasta aproximadamente

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

200 °C, momento en el cual se puede retirar los crisoles, utilizando guantes de carnaza y superficies resistentes al calor.

- Enfriar los crisoles en desecador durante aproximadamente 20 minutos, pesar y registrar el peso (M_1).
- Llevar nuevamente los crisoles a la mufla, y calcinar durante 1 hora (TS1: 1.00). Después de este tiempo, abrir un poco la puerta de la mufla y dejar enfriar hasta aproximadamente 200 °C. Retirar los crisoles de la mufla utilizando guantes de carnaza y superficies resistentes al calor.
- Enfriar los crisoles en desecador durante 20 minutos, pesar y registrar el peso (M_2). La diferencia entre M_1 y M_2 no debe ser superior a 5 mg (0,005 g), lo cual indica que se ha alcanzado un peso constante.
- Si aún no se ha alcanzado el peso constante, repetir los dos pasos anteriores hasta alcanzar peso constante y registrar como (M_3, M_4, \dots).

4.4 INFORME

Los resultados se analizan de la siguiente manera:

4.4.1 Registro de datos.

Los datos serán registrados en el formato FOR-TC- 041 “Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de cenizas”.


4.4.2 Resultados.

Los datos tomados en el FOR-TC- 041 “Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de cenizas” se registran en el cuadro de mando de Excel del laboratorio para análisis fisicoquímicos, SOFT-TC-022 Cuadro de mando para el ensayo de Cenizas en alimentos, en la ruta de acceso L:\LABORATORIO\REGISTROS\REGISTROS RT\Cuadros de Mando.

En el cuadro de mando de Excel están programados:

- El cálculo del contenido de cenizas se realiza de la siguiente forma:

$$\% \text{ cenizas totales} = \frac{M_n - M_c}{M} * 100$$

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

Donde:

M_n: masa del crisol con las cenizas, en gramos. La letra n corresponde al número de la pesada en la cual se halla alcanzado el peso constante.

M_c: masa del crisol vacío, en gramos.

M: masa de la muestra, en gramos.

- Para las muestras que se hagan por duplicado, realizar el promedio. El cálculo del promedio de los valores obtenidos con cada experimento:


$$\% \text{ Cenizas Promedio} = \frac{\sum \% \text{ cenizas}_n}{n}$$

- El cálculo del coeficiente de variación:

$$CV = \frac{\text{Desviación estándar de los experimentos}}{\text{Promedio de los experimentos}} * 100$$

El resultado obtenido en el cuadro de mando y expresado con dos cifras decimales es ingresado por el analista en el software analítica en el módulo Resultados del área fisicoquímica.

Además del resultado, debe consignarse los criterios de cumplimiento, CUMPLE / NO CUMPLE basados en la normativa vigente.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20


4. 5 CONTROL 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
Duplicado de dos muestras aleatorias del lote	Cada que se realiza el ensayo	La diferencia relativa porcentual (RPD) debe ser menor o igual al 5%
Material de referencia certificado MRC*	Trimestral	El resultado del ensayo debe estar en el intervalo de valores establecidos como aceptables en el certificado del material
Participación en Interlaboratorio (Rotación de matriz)	Anual	Debe obtenerse una calificación satisfactoria en la participación

*El material de referencia será utilizado si se encuentra disponible en el mercado. De igual manera se puede realizar el análisis con muestras retenidas, como por ejemplo pruebas interlaboratorio.

El seguimiento de los resultados obtenidos del control de calidad listado en la tabla control debe realizarse y analizarse mediante el uso de cartas control, de acuerdo con los lineamientos establecidos en el procedimiento PROC-TC-077.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

5. RESPONSABILIDADES.

5.1 director técnico.

- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Revisar y aprobar los informes técnicos una vez han sido revisados por el Líder de Laboratorio.
- Asesorar y orientar los analistas en la resolución de dudas e inconvenientes surgidos durante el desarrollo de los ensayos.
- Realizar o revisar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método y autorizar las indicaciones a seguir.
- Establecer los casos en los cuales se realiza la retención de muestras.

5.2 director de Calidad.


- Asegurar la aplicación del presente documento y tomar decisiones en casos especiales no contemplados.
- Realizar y registrar las investigaciones pertinentes a los trabajos no conformes derivados de la ejecución del método.
- Revisar los resultados obtenidos del aseguramiento de calidad del método.
- Archivar los registros técnicos relacionados con los ensayos.

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 (Cuadros de mando, formato de solicitud de servicio y salvaguardia de muestras, formatos de datos primarios) antes de enviar el informe final al director técnico.
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.
- Informar al director técnico las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder de calidad y al director técnico.
- Informar los casos en los que se deben de retener las muestras.
- Supervisar el cumplimiento de las actividades de aseguramiento de calidad.

5.4 Analista.

- Seguir todas las instrucciones establecidas en este procedimiento y en el reglamento del laboratorio

	Procedimiento de ensayo Determinación de Cenizas Totales AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-051
		Revisión: 8
		Inicio de vigencia: 2025-05-20

- Ingresar y entregar todos los resultados en los tiempos pactados.
- Entregar formatos de datos primarios completamente diligenciados al líder del laboratorio.
- Realizar revisión de datos primarios y cálculos realizados en los cuadros de mandos, informar al líder del laboratorio en caso de observar alguna desviación en los resultados obtenidos teniendo en cuenta las cartas control.
- Registrar los resultados de los ensayos de control de calidad y hacer el análisis de tendencias de estos.
- Realizar el análisis de los resultados de control de calidad, de acuerdo con PROC-TC-077
- Realizar la revisión de resultados teniendo en cuenta la normativa vigente si esta aplica.
- Informar al líder de laboratorio las desviaciones que se den durante el desarrollo del método.
- Reportar y registrar los trabajos no conformes derivados del análisis al líder del laboratorio.
- Informar cualquier incidente que suceda durante la realización del método.
- Revisar que los equipos usados en el desarrollo del método tengan mantenimiento, calibración y/o verificación vigente, de acuerdo con el programa de mantenimiento y calibración.

6. FORMATOS RELACIONADOS.

SOFT-TC-022 cuadro de mando para el ensayo de Cenizas en alimentos.

FOR-TC- 041 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de cenizas".

7. ANEXOS

No aplica.