


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-253
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-01-06

Procedimiento de ensayo determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido




AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-253
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-01-06

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-253 Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido

Copia controlada No.: **1**

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Laura Stefanía Guerra Foronda	Director Técnico		2023-12-18
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora Calidad		2024-01-06
Aprobó:	Laura Stefanía Guerra Foronda	Director Técnico		2024-01-06
Localización del documento:		http://107.190.135.130/~aoxlabsgc/sig/		


Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2024-01-06	1	Se crea el documento.	LSGF	APPP	LSGF

	Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-253
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-01-06

ÍNDICE

1.	OBJETIVO Y ALCANCE.....	4
1.1	OBJETIVO.....	4
1.2	ALCANCE.....	4
2.	DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	4
2.1	DEFINICIONES.....	4
2.2	NOTACIONES.....	4
3.	REFERENCIAS.....	5
4.	DESARROLLO.....	6
4.1	EQUIPOS DE MEDICIÓN.....	6
4.2	REACTIVOS.....	6
4.3	INSPECCIÓN VISUAL.....	6
4.4	MEDIDAS DE SEGURIDAD.....	7
4.5	INSTRUCCIONES DE ENSAYO.....	8
4.5.1	DETERMINACIÓN DE CENIZAS INSOLUBLES EN ÁCIDO.....	8
4.5.2	DETERMINACIÓN DE CENIZAS SULFATADAS.....	9
4.6	INFORME.....	10
4.6.1	REGISTRO DE DATOS.....	10
4.6.2	RESULTADOS.....	10
4.6.2.1	DETERMINACIÓN DE CENIZAS INSOLUBLES EN ÁCIDO.....	10
4.6.2.2	DETERMINACIÓN DE CENIZAS SULFATADAS.....	10
5.	CONTROL DE LA CALIDAD.....	11
6.	RESPONSABILIDADES.....	11
6.1	Director técnico.....	11
6.2	Director de Calidad.....	11
6.3	Líder de Laboratorio.....	12
6.4	Analista.....	12
7.	FORMATOS RELACIONADOS.....	13
8.	ANEXOS.....	13

	<p>Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: PROC-TC-253</p>
		<p>Revisión: 1</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2024-01-06</p>

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 OBJETIVO.

Describir los pasos para realizar los ensayos de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido de acuerdo con los parámetros de los métodos NTC 2557 y USP vigente capítulo <281> respectivamente, 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 materias primas de alimentos.

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.

Cenizas insolubles en ácido [4]. Es la parte de las cenizas totales que permanecen después de tratarlas con ácido clorhídrico, bajo las condiciones especificadas en este documento.

Cenizas sulfatadas [5]. Cantidad de sustancia residual no volatilizada de una muestra cuando ésta se incinera en presencia de ácido sulfúrico

2.2 NOTACIONES.

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-253
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-01-06

“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 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] NTC 2557. Industria agrícola. Especies y condimentos. Determinación de cenizas insolubles en ácidos.

[5] USP vigente, capítulo <281> Residuo de incineración.

	Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-253
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-01-06

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 $\pm 5^{\circ}\text{C}$
Balanza analítica con resolución de 0.1 mg
Desecador (con deshidratante adecuado (sálico gel con indicador, óxido de calcio o equivalente).
Crisoles de porcelana
Filtro libre de cenizas
Baño de vapor
Cabina de bioseguridad

4.2 REACTIVOS

- **Solución de ácido clorhídrico:** diluir 1 volumen de ácido clorhídrico ($\rho_{20}=1,19$ g/ml) en 9 volúmenes de agua)
- **Nitrato de plata (100g/l solución)**
- **Ácido sulfúrico GR**


4.3 INSPECCIÓN VISUAL

4.3.1 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.

4.3.2 ESTABILIZACIÓN.

	<p>Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: PROC-TC-253</p>
		<p>Revisión: 1</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2024-01-06</p>

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.

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

4.3.3 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.


4.3.4 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, partirlas en pedazos pequeños que puedan triturarse. Triturar 200 g de las muestras hasta que se homogeneice completamente.

4.4 MEDIDAS DE SEGURIDAD

	<p>Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: PROC-TC-253</p>
		<p>Revisión: 1</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2024-01-06</p>

- 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.
- Utilizar guantes para la manipulación de reactivos y realizar el análisis en cabina extractora.
- 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.

4.5 INSTRUCCIONES DE ENSAYO.

4.5.1 DETERMINACIÓN DE CENIZAS INSOLUBLES EN ÁCIDO

Realizar el ensayo por duplicado

- Realizar la determinación de cenizas totales de acuerdo con el procedimiento establecido en el FOR-TC-051. Registrar el peso del crisol vacío (Mc), el peso de la muestra (M) y el peso de las cenizas (M1 y M2)
- Una vez se tengan las cenizas, agregar en el crisol 25 ml de solución de ácido clorhídrico y someter a ebullición suave durante 10min, cubriendo para evitar salpicaduras.
- Dejar enfriar y filtrar con un papel filtro libre de ceniza.
- Lavar el crisol y la tapa sobre el papel filtro con agua.
- Continuar el lavado del papel filtro con agua hasta que los lavados estén libres de ácido. Confirmar con nitrato de plata (adicionar unas gotas a los lavados y observar que no se forme precipitado o una solución lechosa).
- Colocar el papel filtro en el crisol correspondiente a esa muestra.
- Evaporar el agua remanente sobre un baño de vapor.
- Llevar a la mufla por 1 hora. Abrir un poco la puerta de la mufla para facilitar el enfriamiento, hasta aproximadamente 200°C, momento en el cual se puede retirar los crisoles. utilizando guantes de carnaza y superficies resistentes al calor.

	<p>Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: PROC-TC-253</p>
		<p>Revisión: 1</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2024-01-06</p>


- Enfriar los crisoles en desecador durante 20 minutos, pesar y registrar el peso (M3). Llevar nuevamente a la mufla por 1 hora, enfriar en desecador y registrar el peso (M4). Realizar hasta alcanza peso constante, en el cual la diferencia entre dos pesadas sucesivas no debe ser superior a 5 mg (0,0050 g).

NOTA: realizar la determinación de humedad para la muestra, según el PROC-TC-050 Procedimiento de ensayo de Determinación de humedad, ya que el resultado debe ir expresado en base seca.

4.5.2 DETERMINACIÓN DE CENIZAS SULFATADAS

Realizar el ensayo por duplicado

- 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 de entre 1 y 2g de muestra homogenizada (M) dentro del crisol de porcelana.
- Humedecer la muestra con 1ml de ácido sulfúrico, y calentar suavemente, a la temperatura más baja posible, hasta que se carbonice totalmente, bajo cabina de bioseguridad.
- Enfriar y humedecer el residuo con 1ml de ácido sulfúrico, y calentar suavemente, a la temperatura más baja posible, hasta que no haya presencia de humo blanco.
- Llevar el crisol a la mufla a 550°C por 6 horas.
- 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 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 (M₁).
- 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.

	<p>Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: PROC-TC-253</p>
		<p>Revisión: 1</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2024-01-06</p>

- 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 (0,005g), lo cual indica que se ha alcanzado un peso constante

4.6 INFORME

4.6.1 REGISTRO DE DATOS

Los datos primarios para el ensayo de cenizas insolubles en ácido serán registrados en el formato FOR-TC-091 "Formato para el registro de datos primarios del ensayo de Cenizas insolubles en HCl."

Los datos primarios para el ensayo de cenizas sulfatadas se usa el formato FOR-TC-032 "Formato para el registro de datos primarios del ensayo de cenizas sulfatadas".

4.6.2 RESULTADOS

4.6.2.1 DETERMINACIÓN DE CENIZAS INSOLUBLES EN ÁCIDO

Los cálculos y resultados con consignados en el FOR-TC- 091 "Formato para el registro de datos primarios del ensayo de Cenizas insolubles en HCl".

Modelo de cálculo:

$$\% \text{ cenizas insolubles en ácido} = (M_4 - M_0) \times \frac{100}{(M)} \times \frac{100}{(100 - h)}$$

Donde:

M_0 : masa en gramos del crisol vacío


M : masa en gramos de la muestra de ensayo

M_4 : masa en gramos del crisol + residuo de cenizas al final del procedimiento.

h : contenido de humedad de la muestra de ensayo, determinada según el PROC-TC-050 Procedimiento de ensayo de Determinación de humedad

4.6.2.2 DETERMINACIÓN DE CENIZAS SULFATADAS

Los datos tomados en el FOR-TC-032 "Formato para el registro de datos primarios del ensayo de cenizas sulfatadas" se registran en el cuadro de mando de Excel del laboratorio para análisis fisicoquímicos, SOFT-TC-51 Cuadro de mando para el ensayo de Cenizas Sulfatadas en alimentos, en la

	Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-253
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2024-01-06

ruta de acceso L:\LABORATORIO\REGISTROS\REGISTROS RT\Cuadros de Mando.

Modelo de cálculo:

$$\% \text{ cenizas sulfatadas} = (M_2 - M_0) \times \frac{100}{(M)}$$

Donde:

M₀: masa en gramos del crisol vacío

M: masa en gramos de la muestra de ensayo

M₂: masa en gramos del crisol + residuo de cenizas al final del procedimiento.

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
Realizar las muestras por duplicado	Cada que se realiza el ensayo	La diferencia relativa porcentual (RPD) debe ser menor o igual al 5%


6. RESPONSABILIDADES.

6.1 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.

6.2 Director de Calidad.

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

	<p>Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido</p> <p>AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: PROC-TC-253</p>
		<p>Revisión: 1</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2024-01-06</p>


- 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.

6.3 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.
- Realizar el análisis de los resultados de control de calidad, de acuerdo con PROC-TC-077

6.4 Analista.

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

	<p>Procedimiento de ensayo Determinación de cenizas sulfatadas y cenizas insolubles en ácido</p> <p style="text-align: center;">AOXLAB S.A.S</p>	<p>Identificación: PROC-TC-253</p>
		<p>Revisión: 1</p>
		<p>Inicio de vigencia: 2024-01-06</p>

- 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.

7. FORMATOS RELACIONADOS.

FOR-TC-091 "Formato para el registro de datos primarios del ensayo de Cenizas insolubles en HCl."

FOR-TC-032 "Formato para el registro de datos primarios del ensayo de cenizas sulfatadas".

SOFT-TC-51 Cuadro de mando para el ensayo de Cenizas Sulfatadas en alimentos

8. ANEXOS.

No aplica