


aoxlab	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

Procedimiento de ensayo de Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams




AOXLAB S.A.S.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

DOCUMENTO CONTROLADO


PROC-TC-260 Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams

Copia controlada No.: 1

	Nombre	Puesto o función	Firma	Fecha
Elaboró:	Mónica Agudelo	Analista laboratorio		2025-03-03
Revisó:	Angela P. Patiño Pérez	Directora de Calidad		2025-03-04
Aprobó:	Jonatan Zárate	Director Técnico		2025-03-05
Localización del documento:		Plataforma SGA		


Control de Cambios

Estado	Fecha de inicio de vigencia	Revisión	Descripción del cambio realizado	Realizó	Revisó	Aprobó
Vigente	2025-03-05	1	Ninguno (versión original).	MAAC	APPP	JZA

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

ÍNDICE

1.1	Objetivo.....	4
1.2	Alcance.....	4
2	DEFINICIONES Y NOTACIONES.....	4
2.1	Definiciones.....	4
2.2	Notaciones.....	6
3	REFERENCIAS.....	6
4	DESARROLLO.....	8
4.1	CONDICIONES GENERALES.....	8
4.1.1	Revisión general.....	8
4.1.2	Estabilización.....	8
4.1.3	Verificación de equipos.....	8
4.1.4	Manejo de la muestra.....	9
4.1.5	Medidas de seguridad.....	9
4.2	INSTRUCCIONES DE ENSAYO.....	10
4.2.1	Materiales y consumibles:.....	10
4.2.2	Reactivos y soluciones:.....	10
4.2.3	Ensayo.....	10
4.3	INFORME.....	12
4.4	CONTROL DE LA CALIDAD.....	13
5.1	Director técnico.....	13
5.2	Director de Calidad.....	13
5.3	Líder de Laboratorio.....	14
5.4	Analista.....	14
6	FORMATOS RELACIONADOS.....	15
7	ANEXOS.....	15

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

1. OBJETIVO Y ALCANCE.

1.1 Objetivo.

Describir los pasos para realizar el ensayo análisis de Sulfitos de acuerdo con las directrices establecidas en los métodos de referencia AOAC 990.28 [2] y los requisitos establecidos por la norma ISO/IEC 17025:2017 [1].

1.2 Alcance.

Prueba o ensayo	Norma o método de referencia	Técnica o Método	Rango de medición
Sulfitos	AOAC 990.28 22 nd Ed. 2023	Volumétrico	10,0 mg SO ₃ /Kg – 100 mg SO ₃ /Kg

Este método es aplicable en presencia de otros compuestos volátiles de azufre; no aplicable a cebollas secas, puerros y repollo.

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.

Principio

Los sulfitos en alimentos son compuestos químicos que contienen el ion sulfito (SO₃²⁻), y son utilizados principalmente como conservantes y antioxidantes. Se emplean para prevenir la oxidación y el desarrollo microbiano, extendiendo así la vida útil de los

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

productos alimenticios. También se usan para preservar el color de los alimentos, especialmente en productos como frutas secas, vinos y algunos jugos.

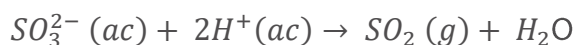
Usos comunes de los sulfitos en alimentos:

- **Conservantes:** Para evitar el deterioro microbiano y la oxidación, especialmente en productos como frutas secas, vinos, jugos, vegetales en conserva, entre otros.
- **Blanqueadores:** Se utilizan para mantener el color de algunos productos, como frutas y vegetales deshidratados, que tienden a oscurecerse debido a la oxidación.
- **Antioxidantes:** Impiden la oxidación de ciertos compuestos sensibles al oxígeno, como las grasas, evitando que se vuelvan rancios.
- **Agentes antimicrobianos:** Ayudan a inhibir el crecimiento de ciertos microorganismos que podrían afectar la seguridad y calidad de los alimentos.

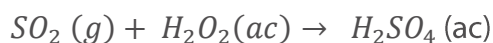
El método mide el sulfito libre más una porción reproducible de sulfitos ligados, como los productos de adición de carbonilo, en los alimentos. La porción de prueba se calienta con HCl a reflujo (aproximadamente 1 M) para convertir el sulfito en $SO_{2(g)}$. Una corriente de $N_{2(g)}$ introducida por debajo de la superficie de la solución en reflujo barre el $SO_{2(g)}$ a través de un condensador refrigerado por agua y, mediante un burbujeador unido al condensador, con una solución de H_2O_2 al 3%, donde el $SO_{2(g)}$ se oxida a H_2SO_4 . El contenido de sulfito está directamente relacionado con el H_2SO_4 generado, que se determina por valoración con una solución normalizada de NaOH.

Reacciones:

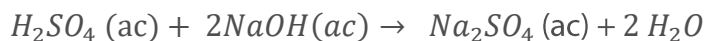
- Liberación del SO_2 :




- Absorción de SO_2 :



- Titulación con NaOH (en presencia de rojo de metilo):



Esquema del montaje:

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

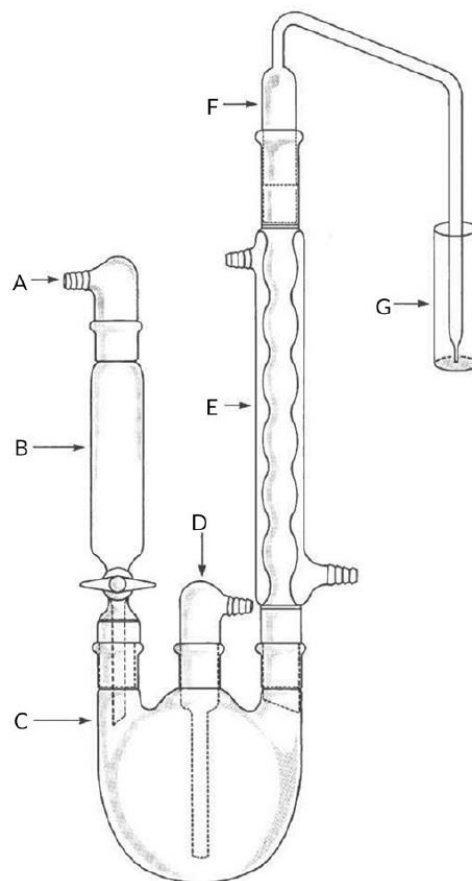


Figure 990.28A Apparatus for optimized Monier-Williams method: A, inlet adapter; B, separatory funnel; C, round-bottom flask; D, gas inlet tube; E, Allihn condenser; F, bubbler; G, vessel.

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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

[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 990.28.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

4 DESARROLLO

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

Equipos
Balanza analítica con resolución de 0.1 mg
Plancha de calentamiento

4.1 CONDICIONES GENERALES

4.1.1 Revisión general.

Al recibirse la muestra en el Laboratorio, ésta es inspeccionada con el fin de verificar que 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 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- 039 "Formato para el registro de datos primarios para el ensayo de humedad", e informar de inmediato al líder comercial a través del Líder de laboratorio.

4.1.2 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 4.1.3

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

4.1.3 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

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

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.

4.1.4 Manejo de la muestra.

Durante el almacenamiento y ensayo de la muestra, esta debe permanecer herméticamente cerrada, con el fin de no alterar la humedad original que contiene la muestra durante estas actividades. 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, 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.

4.1.5 Medidas de seguridad.

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

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

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

4.2 INSTRUCCIONES DE ENSAYO

4.2.1 Materiales y consumibles:

- Espátula metálica
- Beakers de 250 mL, 100 mL, 150mL y 50 mL
- Probetas de 100 mL y 50 mL
- Pipetas pasteur

4.2.2 Reactivos y soluciones:

4.2.2.1 Reactivos:


- Ácido clorhídrico fumante 37% (HCl) - Grado analítico
- Peróxido de hidrógeno 30% grado reactivo
- Etanol absoluto
- Rojo de metilo
- Hidróxido de sodio en lentejas
- HCl 0,1N grado estándar
- Nitrógeno

4.2.2.2 Preparación de soluciones:

- **Solución de HCl 4 M.** Preparar 90 mL de solución añadiendo 30 mL de HCl al 37% a 60 mL de agua desionizada.
- **Indicador rojo de metilo.** Disolver 250 mg de rojo de metilo en 100 mL de etanol.
- **Solución de NaOH 0,1 M.** Pesar 4,00 g de NaOH en un beacker de 150 mL y llevar a un balón de 1000 mL. Adicionar una cantidad suficiente de agua hasta diluir el hidróxido de sodio y luego aforar.
- **Solución de NaOH 0,01 M.** Tomar 10 mL de NaOH 0,1 M, llevarlos a un balón de 100 mL y aforar. Esta solución se debe estandarizar con el HCl 0,1 N grado estándar.
- **Solución de peróxido de H₂O₂ al 3%.** Diluya 3 mL de H₂O₂ al 30% grado reactivo hasta 30 mL con agua desionizada. Justo antes de su uso, añadir tres gotas de indicador rojo de metilo y 3 gotas de NaOH 0,01 M.

4.2.3 Ensayo

4.2.3.1 Preparación de la muestra.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

Transfiera 50 g de muestra, o una cantidad que contenga 500-1500 µg de SO₂, a un beacker de 250 mL. Añadir 5 mL de etanol absoluto y 95 mL de agua tipo 1 y revolver. Continuar agitando hasta que la muestra esté en trozos lo suficientemente pequeños como para pasar a través de la abertura del matraz donde se lleva a cabo la reacción.

4.2.3.2 Preparación del sistema.

Realizar el montaje como se muestra en el esquema del numeral 2.1 y colocar el sistema sobre una plancha de calentamiento. Añadir 400 mL de agua tipo 1 al matraz (C), cerrar la llave de paso del embudo de decantación (B) y añadir en este 90 mL de HCl 4 M. Iniciar el burbujeo del N₂, encender el chiller de enfriamiento y al beacker de 150 ml (G) adicionarle 30 mL de H₂O₂ al 3%. Dejar el sistema bajo estas condiciones por 15 minutos, que es el tiempo suficiente para que el sistema ya no tenga oxígeno.


4.2.3.3 Introducción de la muestra y destilación

Cerrar la llave del nitrógeno, retirar el embudo de decantación (B) y transferir la muestra en suspensión al matraz (C). El flujo de nitrógeno se reanuda en cuanto se vuelve a introducir el embudo de decantación en la junta correspondiente del matraz.

Utilizar una pera de goma provista de válvula para aplicar presión sobre el HCl 4 M en el embudo de decantación. Abrir la llave de paso del embudo de decantación y dejar que el HCl 4 M entre en el matraz. Continúe manteniendo suficiente presión sobre la solución ácida para forzar que la solución entre en el matraz. Si es necesario, puede cerrarse la llave de paso para aumentar la presión sobre el ácido y, a continuación, abrirla de nuevo. Cierre la llave de paso antes de que salgan los últimos 2-3 mL del embudo de decantación para evitar que el SO₂ se escape al embudo de decantación. Encender la plancha utilizando un ajuste de potencia que haga que 80-90 gotas/min de condensado vuelvan al matraz desde el condensador. Dejar ebullición el contenido de matraz 1,7 h y, a continuación, retirar el beacker (G).

4.2.3.4 Determinación


Si la solución en el beacker (G) permanece amarilla se reporta el resultado como menor a 10,0 mg SO₃/Kg, si la solución después de la destilación se torna rosada se debe valorar inmediatamente el contenido con NaOH 0,010 M hasta que el punto final amarillo persista ≥20 s.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

4.3 INFORME

Los resultados se analizan de la siguiente manera:

Los datos serán registrados en el formato FOR-TC- 183 “Datos Primarios de Sulfitos por el método de Monier-Williams” el cual contiene la siguiente información:

	Datos Primarios de Sulfitos por el método de Monier-Williams				Identificación:	FOR-TC-183
					Revisión:	2
					Inicio de vigencia:	2024-02-07
ENSAYO DE SULFITOS AOAC 990.28 Official Methods of Analysis, 22st Edition (2022)						
⁽¹⁾ EQUIPOS USADOS EN EL ANÁLISIS		Equipo / N° Inventario Balanza Analítica /		Equipo / N° Inventario Plancha de Calentamiento /		
⁽²⁾ REACTIVOS USADOS EN EL ANÁLISIS		Etanol Absoluto / Lote	Ácido Clorhídrico / Lote		Peróxido de Hidrógeno / Lote	
⁽³⁾ Fecha Inicio:		⁽⁴⁾ Fecha final:		⁽⁵⁾ Hora inicio:		⁽⁶⁾ Hora final:
⁽⁷⁾ Realizó		⁽⁸⁾ Reportó		⁽⁹⁾ Almacenamiento del registro Archivador SGC / 206		⁽¹⁰⁾ Consecutivo N°
⁽¹¹⁾ Id Muestra		⁽¹²⁾ Cantidad de muestra (g)	⁽¹³⁾ Volumen de NaOH gastado (mL)	⁽¹⁴⁾ Concentración de NaOH (N)	⁽¹⁵⁾ Observaciones	

Estos resultados son registrados en el cuadro de mando de Excel del laboratorio para análisis fisicoquímicos, SOFT-TC-137 “Cuadro de mando para el ensayo de Sulfitos por volumetría en alimentos”, en la ruta de acceso \laboratorio\REGISTROS\REGISTROS RT.

En el cuadro de mando de Excel está programado el algoritmo de cálculo de SO₂, de la siguiente manera:

$$SO_2 \text{ mg/Kg} = \frac{32,03 * V_b * M * 1000}{\text{Cantidad de muestra (g)}}$$

Donde:


32,03: Peso en miliequivalentes del SO₂

V_b: Volumen del NaOH utilizado en la titulación

M: Molaridad del NaOH utilizado en la titulación

1000: factor para convertir miliequivalentes en microequivalentes

El resultado promedio obtenido en el cuadro de mando y expresados con dos decimales son ingresados por el analista en el software analítica en el módulo Resultados del área fisicoquímica. El resultado final debe reportarse con aproximación al 0.1%

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

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

4.4 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 por lote	Cada que se realiza el ensayo	La diferencia relativa porcentual (RPD) obtenida En la carta control del cuadro de mando del análisis

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.


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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05


- 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
- 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 el procedimiento 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.

	Procedimiento de ensayo Determinación de Sulfitos por el método de Monier-Williams AOXLAB S.A.S	Identificación: PROC-TC-260
		Revisión: 1
		Inicio de vigencia: 2025-03-05

- 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-137 "Cuadro de mando para el ensayo de Sulfitos por volumetría en alimentos"
FOR-TC- 183 "Datos Primarios de Sulfitos por el método de Monier-Williams"

7 ANEXOS

No Aplica