

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	1 de 9

República de Colombia



Gobernación de Santander

MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	2 de 9

1. OBJETIVO.....	3
2. ALCANCE.....	3
3. RESPONSABILIDAD.....	3
4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS.....	3
5. CONDICIONES GENERALES.....	3
6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO.....	4
7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS.....	4
8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA.....	4
9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA.....	4
10.1. MATERIALES.....	5
10.2. EQUIPOS.....	5
10.3. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA.....	5
11. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO.....	5
11.1. ACONDICIONAR EL EQUIPO Y PREPARAR EL MATERIAL.....	5
11.2. ACONDICIONAR LA MUESTRA.....	5
11.3. ANÁLISIS DE LA MUESTRA.....	6
11.4. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO.....	7
12. CONTROLES Y TRAZABILIDAD.....	7
13. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS.....	7
14. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS.....	7
15. DOCUMENTOS DE REFERENCIA.....	8
17. CONTROL DE CAMBIOS.....	8
18. ANEXOS: FLUJOGRAMA DETERMINAR EL PORCENTAJE DE CENIZAS BAJO LA METODOLOGÍA AOAC 900.02C, PARA LA MATRIZ PANELA.....	9
ANEXO 1: FLUJOGRAMA ACONDICIONAR LA MUESTRA.....	9
ANEXO 2: FLUJOGRAMA ANÁLISIS DE LA MUESTRA.....	9

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	3 de 9

1. OBJETIVO

Documentar los lineamientos para determinar el porcentaje de cenizas bajo la metodología AOAC 900.02C, para la matriz panela

2. ALCANCE

Este procedimiento es desarrollado por el Laboratorio Fisicoquímico de Alimentos del Laboratorio Departamental de Salud Pública de Santander y es aplicable a la matriz de panelas sólidas y pulverizadas. Es importante tener en cuenta que el alcance del instructivo se limita específicamente al análisis de cenizas en panela utilizando el método 900.02C de la AOAC. No abarca otros métodos de análisis de cenizas ni otros aspectos relacionados con la composición o calidad de la panela que no estén directamente relacionados con el análisis de cenizas.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad del profesional del Laboratorio Fisicoquímico de Alimentos aplicar lo anterior con calidad y oportunidad, así como garantizar los resultados que se generen del mismo. Así mismo, se debe tener en cuenta lo consignado en el MANUAL DE ROLES Y RESPONSABILIDADES DEL PERSONAL DEL LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA MI-GS-MA-30.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Cenizas: Es una medida del total de minerales presentes en un alimento y es frecuentemente usado para la determinación de constituyentes individuales, por ejemplo, cloruros, fosfatos, calcio y hierro.

Cenizas sulfatadas: Residuo por ignición (cenizas sulfatadas) es el residuo no volátil de una muestra incinerada en presencia de ácido sulfúrico.

Empaque secundario: Es la segunda capa de envase que envuelve al envase primario, que desempeña un papel crucial en la salvaguardia del producto o muestra durante la manipulación y el transporte

Gravimetría: es una clase de técnica de laboratorio utilizada para determinar la masa o la concentración de una sustancia midiendo un cambio en la masa

Incineración: Proceso de quemar la materia orgánica de la muestra de panela a una temperatura controlada para obtener las cenizas.

Panela: Producto obtenido de la extracción y evaporación de los jugos de la caña de azúcar, elaborado en los establecimientos denominados trapiches paneleros o en las centrales de acopio de mieles vírgenes, en cualquiera de sus formas y presentaciones.

Temperatura de incineración: Temperatura a la que se somete la muestra de panela durante el proceso de incineración, 550 °C según el método 900.02C.

5. CONDICIONES GENERALES

Antes de comenzar a trabajar con las muestras, asegúrese de la limpieza de su lugar de trabajo y de que lo mencionado en materiales, insumos y reactivos esté disponible.

Revisar el Manual de Bioseguridad Laboratorio Departamental de Salud Pública MI-GS-MA-06 y las hojas (fichas) de Seguridad correspondientes a los reactivos utilizados. Utilizar los elementos de protección personal (EPP) adecuados para la realización de la marcha analítica, (bata de laboratorio, zapatos antideslizantes, gafas protectoras y guantes de nitrilo), la verificación de los EPPs podrá realizarse en cualquier instante y se

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	4 de 9

registrará en la LISTA DE CHEQUEO DE BIOSEGURIDAD, MANEJO Y PROCESAMIENTO DE MUESTRAS MI-GS-RG-713

La técnica analítica no requiere condiciones ambientales controladas, sin embargo, las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del termo higrometro y son registradas en el CONTROL DE CONDICIONES AMBIENTALES MI-GS-RG-37. Los equipos deben mantenerse entre temperatura y humedad relativa controladas respectivamente +10°C a +30°C y la humedad relativa no debe pasar de 80%.

Si se va a trabajar con ácidos concentrados se debe realizar en la cabina extractora de gases y utilizar mascarilla de gases

Cuando la muestra recibida para análisis sea insuficiente se priorizarán los ensayos solicitados por el solicitante, si no se encuentran especificados los ensayos, el líder técnico definirá cuales son prioritarios.

6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO

El contenido de cenizas en la panela es una medida indirecta de la calidad y pureza del producto, ya que un alto contenido de cenizas puede indicar la presencia de impurezas o contaminantes. Además, el análisis de cenizas es útil para evaluar la composición mineral de la panela y puede proporcionar información valiosa sobre su perfil nutricional.

Para la determinación de este parámetro el Laboratorio de Salud Pública de Santander se basa en el procedimiento de la 18^{va} edición de la AOAC; que describe el procedimiento específico para el análisis de cenizas en panela. Este método se basa en la incineración controlada de la muestra de panela a una temperatura específica (550 °C) para eliminar la materia orgánica y dejar únicamente los componentes inorgánicos.

La cuantificación de las cenizas se realiza mediante la medición del residuo obtenido después de la incineración y su expresión como porcentaje en relación con el peso inicial de la muestra.

Se determinan las cenizas y el resultado se expresa como porcentaje de cenizas sulfatadas tras dos incineraciones a 550 °C con ácido sulfúrico al 10%. La doble sulfatación es necesaria para asegurar la conversión de las cenizas a forma de sulfato.

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Remitirse al documento MANUAL DE PROCEDIMIENTOS PARA REMISIÓN, TRANSPORTE, ALMACENAMIENTO Y CONSERVACIÓN DE MUESTRAS. (MI-GSM-MA-11)

9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra debe ser almacenada y conservada en las condiciones que el fabricante recomiende en el empaque del alimento. La muestra debe conservarse en su empaque original y debe embalsarse en un empaque secundario que proteja la muestra de deterioro y de rupturas o daño de la muestra.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	5 de 9

10. EQUIPOS REACTIVOS CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

10.1. MATERIALES

- Mufla
- Rayador
- Desecador de vidrio equipado con sílica gel activada.
- Crisol de cerámica con un volumen de 50 ml
- Pinzas para crisol
- Espátula
- Cuchillo
- Frasco de vidrio con tapa.
- Tabla para rallado.
- Pipeteador
- Pipeta de 5 ml
- Guantes resistentes al calor

10.2. EQUIPOS

Antes de operar los equipos, verificar que se encuentran en óptimas condiciones siguiendo los instructivos de manejo de equipos y realizando las verificaciones indicadas al respecto. Diligencie el formato de uso de equipos MI-GS-RG-364 REGISTRO DE USO DE EQUIPOS

- Balanza analítica con una resolución de 0,0001g.
- Plancha de calentamiento
- Horno de mufla eléctrico, equipada con ajuste de temperatura y un dispositivo de control que permita llevar a cabo la incineración a temperaturas comprendidas en el intervalo 550-650 °C.
- Purificador de agua destilada tipo I
- Cabina de extracción de gases

10.3. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

- **Agua tipo reactivo** de conductividad inferior a 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$.
- **Ácido sulfúrico al 10%:** En un balón aforado de 50 ml, colocar 10 de agua tipo I, luego adicionar 5,10 ml de ácido sulfúrico al 98%, y completar el volumen con agua destilada.

11. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

11.1. ACONDICIONAR EL EQUIPO Y PREPARAR EL MATERIAL

- Conectar el horno de mufla eléctrico a un tomacorriente, encender y regular la temperatura a 525°C.
- Realizar verificación de la balanza analítica y registrar en el formato MI-GS-RG-102 Verificación de la balanza
- Rotular e identificar los crisoles usados en los análisis, con el número de la muestra o código interno asignado por el laboratorio

11.2. ACONDICIONAR LA MUESTRA

Para los análisis fisicoquímicos, la preparación de la muestra se realiza de acuerdo con las recomendaciones dadas en la NTC 1311:2009 productos agrícolas. Panela, Official Method AOAC Official Method 920.175. Preparation of Test Sample y el manual de análisis para panela del Ministerio de Salud

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	6 de 9

Para panelas en bloque o muestras sólidas:

- Partir la panela en cuatro porciones del mismo tamaño. A continuación, raspar cada una de las caras de las porciones con un cuchillo cuidando que la limadura obtenida sea delgada y uniforme.
- Raspar hasta obtener unos 200 gramos de muestra, los cuales serán usados en los análisis fisicoquímicos correspondientes a la solicitud del cliente.
- Mezcle muy bien el material obtenido.
- Almacenar en un frasco limpio, seco y con tapa para preservarlos de la humedad del ambiente dentro de un desecador.

Para panelas pulverizadas o muestras en polvo:

- Homogenizar todo el contenido de la muestra.
- Dividir el contenido en dos y a partir de ahí tomar de cada sección aproximadamente 100 gramos de muestra, los cuales serán usados en los análisis fisicoquímicos correspondientes a la solicitud del cliente.
- Almacenar en un frasco limpio, seco y con tapa para preservarlos de la humedad del ambiente dentro de un desecador.

Para muestras líquidas o semisólidas:

- Agitar hasta homogenizar todo el contenido de la muestra.
- Si observa material grumoso o cristales de azúcar presente, estos deben disolverse por medio de calentamiento suave evitando la pérdida de agua por evaporación. Dejar enfriar.
- Almacenar en frasco limpio, seco y con tapa dentro de un desecador.

11.3. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

- Pesar el crisol y registrar el peso masa en la hoja de trabajo de panelas MI-GS-RG-359
- Tarar y pesar 5 g de muestra previamente rayada en el crisol, registrar este peso en la hoja de trabajo de panelas MI-GS-RG-359
- Llevar el crisol con la muestra a la plancha de calentamiento con el fin de calcificar la muestra
- Encender la plancha y mantener a una temperatura donde no se produzca derrames de muestra, estar atento en este paso para manipular la plancha de calentamiento en caso de posibles derrames.
- Una vez culminado el proceso de calcificación de la muestra, apagar la plancha de calentamiento, retirar el crisol y esperar a que el crisol se enfríe.
- Adicionar despacio 5 ml de ácido sulfúrico 10% (en peso) al crisol utilizando una pipeta.
- Llevar el crisol a la plancha de calentamiento, encenderla y aumentar la temperatura hasta que el ácido sulfúrico se haya evaporado por completo. (en una cabina de extracción)
- Llevar el crisol con las pinzas al horno mufla, el cual ya se encuentra programado a una temperatura de 550 °C y dejar el crisol con la muestra durante dos horas.
- Sacar el crisol de la mufla a la cabina de extracción de aire y dejar enfriar a temperatura ambiente.
- Adicionar 2 ml de ácido sulfúrico al 10% (en peso) al crisol.
- En la plancha de calentamiento colocar un recipiente de aluminio con agua, e ingresar los crisoles. Esto con el fin de evaporar el ácido sulfúrico añadido por baño maría.
- Encender la plancha de calentamiento y aumentar la temperatura hasta evaporar todo el ácido sulfúrico adicionado.
- Llevar el crisol de nuevo al horno mufla por dos horas.
- Finalizada las dos horas, sacar el crisol y llevarlo al desecador para que se enfríe a temperatura ambiente.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	7 de 9

- Llevar el crisol con las pinzas a la balanza analítica previamente ajustada a cero.
- Registrar peso del crisol con la muestra, en la hoja de trabajo de panelas MI-GS-RG-359

11.4. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO

Realizar muestras por duplicado y tomar como resultado el promedio aritmético de los valores, siempre que los criterios de repetibilidad se hayan cumplido.

Tabla 1. Criterios de aceptación o rechazo

CRITERIO	RANGO DE ACEPTACIÓN	ACCIÓN ANTE INCUMPLIMIENTO DE CRITERIOS
Diferencia Porcentual Relativa	<10% Aplicada a los duplicados en condiciones de repetitividad	Realizar Trabajo no conforme y repetir análisis

Se aceptan máximo dos (2) desviaciones en un lote de 20 muestras analizadas. Si se exceden se debe proceder a diligenciar el formato MI-GS-RG-431 Trabajo No conforme y ES-SIG-RG-02 Acción de Mejora Correctiva y Preventiva

12. CONTROLES Y TRAZABILIDAD

- Ejecute la rutina de verificación del equipo siguiendo el instructivo de manejo de balanza digital y verificación de la balanza MI-GS-IN-31, cada vez que vaya a realizar uso de esta.
- Realice duplicado con el fin de evaluar la repetibilidad del método. La diferencia porcentual relativa (%RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 10%. Si la variación excede al límite, debe repetirse el análisis.
- Utilice siempre material limpio, siguiendo la GUÍA DE VERIFICACIÓN DE LAVADO DE MATERIAL MI-GS-GI-81 y registre en el formato MI-GS-RG-161 VERIFICACIÓN DEL LAVADO DE MATERIAL
- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen (MI-GS-RG-359 HOJA DE TRABAJO DE PANELAS)
- En caso de que los criterios mencionados no cumplan (la diferencia porcentual relativa, verificación del equipo, otros), se debe parar el análisis y seguir el procedimiento Control de Trabajo de Ensayo No Conforme MI-GS-PR-123

13. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido en agua de la muestra se determina por diferencia de peso y se expresa en % de cenizas (g/100 gramos de muestra).

$$\% \text{ Humedad } \left(\frac{m}{m} \right) = \frac{\text{Peso del crisol con ceniza} - \text{Peso del crisol vacío}}{\text{Peso de la muestra}}$$

Promediar los valores obtenidos de los duplicados y expresar el resultado de estos con dos decimales.

14. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS

El informe de resultados se entregará en el FORMATO DE RESULTADOS DE ALIMENTOS MI-GS-RG-156. La identificación única del Informe de resultados es el número de radicado asignado en la recepción de la muestra y debe figurar en todas las páginas en la parte inferior derecha para asegurar que cada una de ellas sea reconocida como parte del informe. Este informe de resultados debe incluir al final del mismo una declaración que indica: “Los resultados son válidos únicamente para la muestra y

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	8 de 9

ensayos analizados. El contenido de este informe no puede ser reproducido parcial ni totalmente sin autorización del laboratorio”

El informe de resultados es elaborado por el analista que ejecuta los ensayos y son revisados por el Líder Técnico. Cuando solo haya una persona en el área, esta revisa los informes antes de liberarlos y realiza el registro CONTROL DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS MI-GS-RG-784.

Las modificaciones a un informe de análisis se elaboran de tal manera que cumplan los mismos requisitos de los informes. Se sigue el mismo procedimiento de elaboración, revisión y autorización que el establecido para los informes originales. En el caso de requerir modificar un informe enviado al cliente, se recupera totalmente y se elabora un nuevo informe teniendo en cuenta las correcciones del caso; el nuevo informe llevará la declaración en mayúscula sostenida, fácilmente visible, **“ESTE INFORME SUSTITUYE AL INFORME DE ANÁLISIS CON RADICADO VAC0000-AAAA EMITIDO EN DD/MM/AAA”** identificado con el número de radicación de la muestra seguido de un guion y el número 1.

Se almacena una copia de ambos documentos como constancia del cambio realizado y se realiza la investigación de la causa del error en el informe de acuerdo al procedimiento Control de Trabajo de Ensayo No Conforme MI-GS-PR-123 y se documentan las acciones tomadas al respecto.

15. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

AOAC INTERNATIONAL. OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS. AOAC Official Method 900.02. 18st Ed., Rockville, MD, USA, AOAC INTERNATIONAL, 2005.

16. NORMATIVIDAD APLICABLE

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCION SOCIAL. Resolución 779 de 2006. Por la cual se establece el reglamento técnico sobre los requisitos sanitarios que se deben cumplir en la producción y comercialización de la panela para consumo humano y se dictan otras disposiciones. Bogotá D.C.: El Ministerio, 2006. 10 p

17. CONTROL DE CAMBIOS

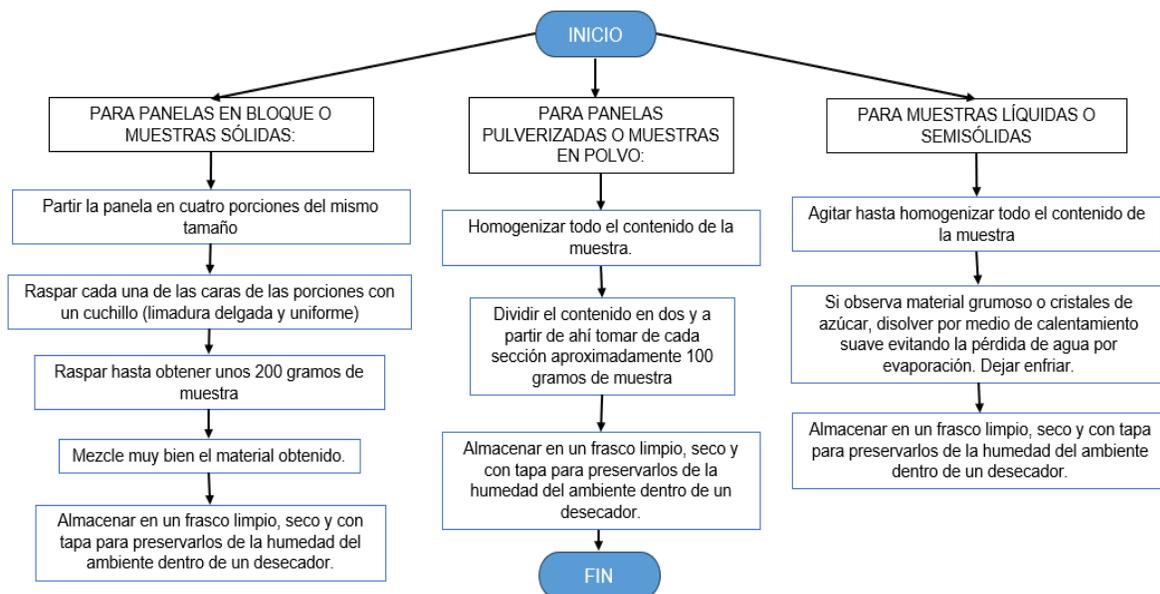
CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	12/10/2022	Emisión inicial del documento	Alba Rocío Orduz A Líder Grupo LSP German Marín Cárdenas Directora de Salud Integral Cesar Ernesto Sáenz Aranda Director de Planeación y Mejoramiento en Salud	Javier Alonso Villamizar Suarez Secretario de Salud de Santander
1	30/10/2024	Se registró información de emisión de informes de resultados, rango en criterios de aceptación, generalidades en equipos y materiales, emisión de resultados metodología aplicada	Alba Rocío Orduz Amézquita Líder Grupo LDSP Zulema R. Galvis Villareal Directora de Salud Integral Samuel Andrés Santamaría Hernández Director de Planeación y Mejoramiento en Salud	Edwin Antonio Prada Ramírez Secretario de Salud de Santander

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma

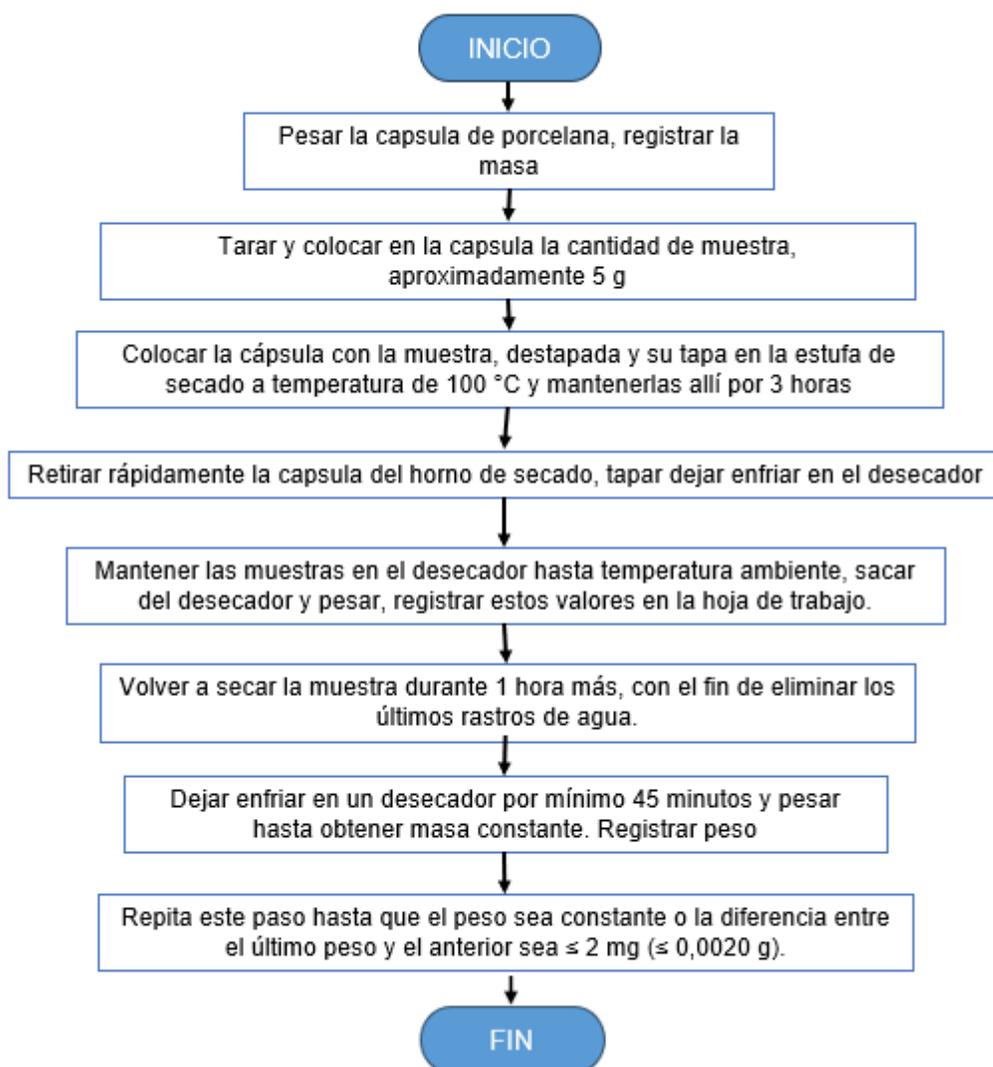
	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN PANELAS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-50
		VERSIÓN	1
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	9 de 9

18. ANEXOS: FLUJOGRAMA DETERMINAR EL PORCENTAJE DE CENIZAS BAJO LA METODOLOGÍA AOAC 900.02C, PARA LA MATRIZ PANELA

ANEXO 1: FLUJOGRAMA ACONDICIONAR LA MUESTRA



ANEXO 2: FLUJOGRAMA ANÁLISIS DE LA MUESTRA



Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
1	Shirley Cucaita	--	Jenny Osma