

	MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR EL EXTRACTO SECO TOTAL EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-77
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	28/06/2023
		PÁGINA	1 de 6

Republica de Colombia



Gobernación de Santander

MANUAL PARA LA DETERMINACION DEL EXTRACTO SECO TOTAL EN LECHES LIQUIDAS DEL ÁREA FÍSICOQUÍMICO DE ALIMENTOS

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR EL EXTRACTO SECO TOTAL EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-77
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	28/06/2023
		PÁGINA	2 de 6

1. OBJETIVO

Documentar los lineamientos para la determinación el extracto seco total, en leches líquidas, bajo la metodología AOAC 990.19

2. ALCANCE

Este procedimiento es desarrollado por el Laboratorio Físicoquímico de Alimentos del Laboratorio Departamental de Salud Pública de Santander y es aplicable a la matriz de leche líquida.

3. RESPONSABILIDAD

Será responsabilidad del profesional del Laboratorio Físicoquímico de Alimentos aplicar lo anterior con calidad y oportunidad, así como garantizar los resultados que se generen del mismo.

4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

Leche: Es el producto de la secreción mamaria normal de animales bovinos, bufalinos y caprinos lecheros sanos, obtenida mediante uno o más ordeños completos, sin ningún tipo de adición, destinada al consumo en forma de leche líquida o a elaboración posterior.

Leche higienizada: Es el producto obtenido al someter la leche cruda o la leche termizada a un proceso de pasteurización, ultra-alta-temperatura UAT (UHT), ultrapasteurización, esterilización para reducir la cantidad de microorganismos, u otros tratamientos que garanticen productos inocuos microbiológicamente.

Extracto seco total: residuo, expresado en porcentaje en peso, obtenido después de la desecación de la leche el cual está constituido por un 7.5% de materia grasa, un 4.4% de lactosa, un 6.0% de materias nitrogenadas, y un residuo mineral que oscila alrededor del 1%

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 del Sistema de Seguridad y Salud en el Trabajo 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) y registrar en el formato de verificación de uso de elementos de protección: MI-GS-RG-378

El rango de temperatura de operación es de 20 °C– 25°C y humedad relativa máxima de 30 y 70%. Las condiciones ambientales del área donde se realiza la técnica son vigiladas a través del termo higrómetro y son registradas en el formato de condiciones ambientales Formato MI-GS-RG-37.

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

6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO

El extracto seco total, es el conjunto de todas las sustancias que no se volatilizan en determinadas condiciones físicas. Estas condiciones físicas deben establecerse de tal forma que las sustancias que componen el extracto sufran el mínimo de alteraciones.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR EL EXTRACTO SECO TOTAL EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-77
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	28/06/2023
		PÁGINA	3 de 6

El componente más abundante de la leche es el agua y en ella se encuentran, en disolución, las sales y los azúcares; las proteínas, en su mayor parte, en estado coloidal y la materia grasa, en emulsión. El conjunto de los componentes (excluido el agua y los gases) constituye el extracto seco de la leche

Los sólidos totales o extracto seco de la leche corresponden a los nutrientes disueltos y suspendidos en el agua, representados principalmente por proteínas, grasa, minerales, lactosa y vitaminas, y cuyo contenido es expresado en porcentaje en peso, obtenido después de efectuada la desecación de la leche. En este procedimiento se describe el método gravimétrico para la determinación de sólidos totales, que corresponde al descrito en la norma internacional AOAC 990.19.

El laboratorio de Salud Pública de Santander se basa en el procedimiento de la 17^{va} edición de la AOAC; la cual expone que se debe tomar una muestra de 3 ml, depositarla en un tubo de vidrio con tapa rosca, pesarlo e introducirlo en un baño maría por 30 minutos a una temperatura de 100 °C, una vez transcurrido este tiempo se debe llevar alrededor de 3 horas a una estufa de secado en un rango de temperatura de 100°C. Después de esto sacar la muestra, dejar en un desecador por media hora y pesar.

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Conservar la muestra en su empaque original debidamente sellado o en un recipiente de vidrio seco de cierre hermético que impida la absorción de humedad del ambiente en el cual se encuentra la muestra, cuando el personal del laboratorio efectúe la toma de las muestras o cuando el cliente se haga responsable por la toma de las muestras. Ver los siguientes documentos publicados en la intranet de la Gobernación de Santander.

- Manual de recepción y manejo de muestras (MI-GSM-MA-11)
- Manual de toma y recepción de muestras de alimentos y bebidas alcohólicas laboratorio de salud pública de Santander (MI-GSM-MA-08)

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 embalarse en un empaque secundario que proteja la muestra de deterioro y de rupturas o daño de la muestra.

Ver el siguiente documento publicado en la intranet de la Gobernación de Santander: criterios de aceptación y rechazo para la recepción de las muestras de alimentos y bebidas alcohólicas (MI-GS-RG-155)

10. RECURSOS

10.1. Materiales

- Cápsula de desecación de aluminio para la determinación de humedad (también se pueden utilizar placas de Petri).
- Pipeta aforada de 3 ml
- Pinzas
- Desecador provisto de gel de sílice o algún otro desecante

10.2. Equipos

- Balanza analítica
- Estufa de desecación que permita obtener una temperatura constante a 102°C±2°C.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR EL EXTRACTO SECO TOTAL EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-77
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	28/06/2023
		PÁGINA	4 de 6

- Baño termostático.

11. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

No aplica en este procedimiento.

12. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

12.1. Preparación de equipos

- Conectar el baño termostático con una medida de agua, al ras de la gradilla, regular la temperatura a 100 °C, diligenciar el formato de uso de equipos
- Realizar verificación de la balanza y registrar en formato de uso de equipos (pesar 5 g, 10 g y 20 g).

12.2. Preparación de las cajas de Petri

- Antes de iniciar el ensayo, es necesario precalentar el horno de secado por lo menos 30 minutos antes.
- Presecar la caja de Petri o la cápsula de aluminio un tiempo \geq a 2 horas en el horno de secado a 100 °C \pm 1 °C.
- Cuando termine el tiempo de secado, llevar rápidamente a un desecador durante 30 minutos
- Almacenar la caja de Petri en el desecador hasta que sea necesario (la caja de Petri debe ser utilizada dentro de una semana o se debe volver a secar). Manipular la caja de Petri solo con pinzas limpias y secas.

12.3. Acondicionamiento de la muestra

- Llevar la capsula con la muestra de leche a un baño de agua a 20 °C aproximadamente, mezclar hasta homogeneidad invirtiendo el frasco varias veces, y sin demora pesar o medir la porción analítica. Si los grumos de nata no se dispersan, calentar la muestra en un baño de agua caliente a aproximadamente 38 °C y seguir mezclando hasta homogeneidad; utilizar una varilla de agitación, si es necesario, para incorporar la grasa que se puede quedar adherida a la tapa o pared del frasco de la muestra. Mientras sea práctico y la grasa permanezca dispersa, enfriar la muestra a aproximadamente 20 °C antes de transferir la porción analítica.
- No demorar para pesar o medir la muestra y mantener la mezcla siempre homogénea.

12.4. Pesaje de la muestra

- Pesar la caja previamente presecada en la balanza analítica con aproximación de 0,1 mg, registrar el peso (Po) hasta peso constante y tarar la balanza.
- Pesar directamente en la caja 3,0 g de la muestra de leche a 20 °C \pm 1 °C (anotar peso con cuatro cifras decimales) en la balanza analítica. Registrar el peso (Pm).
- Retirar la caja de la balanza para llevarla al baño de María. Asegurarse de que la balanza esté siempre en cero entre pesada y pesada.

12.5. Secado de la Muestra

- Colocar la caja de Petri con la muestra sobre una gradilla ubicada en el baño de agua termostático, permitiendo que el fondo de la caja quede cubierto con el agua, y realizar un blanco con una caja vacía. Tener cuidado de que el baño no esté demasiado lleno y ocasione que las cajas floten o se volteen.
- Presecar la muestra hasta que quede muy poca cantidad o hasta que no haya movimiento de la misma, esto sucede aproximadamente en un tiempo de 3 horas

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR EL EXTRACTO SECO TOTAL EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-77
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	28/06/2023
		PÁGINA	5 de 6

- Precalentar el horno a 100 °C ± 1 °C. En seguida, colocar todas las cajas de Petri (incluyendo los blancos) en la bandeja del horno. Inmediatamente después de meter todas las cajas en el horno, cerrar la puerta y permitir que alcance la temperatura recomendada.
Nota: No coloque ninguna otra cosa en el horno; esto impide que el calor circule uniformemente alrededor de las cajas.
- Dejar secar la muestra por 3 horas. Se recomienda que durante el tiempo de secado de las muestras no se abra el horno.
- Pasado este tiempo, transferir la caja de Petri al desecador y enfriar la caja hasta temperatura ambiente durante 30 minutos o más.
- Pesarse la caja con el residuo seco en la balanza analítica y registrar el peso (Pf).
(Nota: Al manipular las muestras, tener cuidado que las pinzas no entren en contacto con la muestra.)

13. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO

- Ejecute la rutina de verificación y uso de equipos siguiendo el instructivo de manejo y verificación de estos, en cada montaje.
- Realice duplicado con el fin de evaluar la repetibilidad del método. La diferencia porcentual relativa (%RPD) entre los duplicados no debe ser mayor al 5%. Si la variación excede al límite, debe repetirse el análisis.
- Utilice siempre material limpio, siguiendo el ítem lavado de material en el Instructivo de limpieza y desinfección del laboratorio MI-GS-RG-526
- Diligenciar el formato de captura de datos del método registrando todas las casillas que se indiquen.
- Se debe participar en Programa Interlaboratorio del Instituto Nacional de Medicamentos y Alimentos (INVIMA)
- En caso de que los criterios mencionados no cumplan (la diferencia porcentual relativa, verificación del equipo), se debe parar el análisis y seguir el procedimiento de trabajo no conforme.

14. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Utilizar siempre los valores del blanco en el cálculo. El contenido de sólidos totales es expresado como porcentaje en peso. Se calcula según la siguiente ecuación (el resultado final se da con una aproximación de 0,01%):

Para calcular el % de extracto seco total se debe aplicar la siguiente fórmula:

$$\% \text{ EST (m/m)} = \frac{(P_f - P_0) - B}{P_m} \times 100$$

P₀ = Peso de la caja de Petri vacía en gramos.
P_f = Peso de la caja de Petri con el residuo seco en gramos.
P_m = Peso de la muestra en gramos.
B = Peso del blanco en gramos.

15. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS

Los resultados serán enviados por correo electrónico al técnico encargado de la muestra.

16. EXAMENES COMPLEMENTARIOS

Los resultados serán enviados junto a las demás pruebas realizadas de una misma muestra.

17. DOCUMENTOS DE REFERENCIA

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas

	MANUAL DE ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO PARA DETERMINAR EL EXTRACTO SECO TOTAL EN LECHE Y DERIVADOS LÁCTEOS LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-77
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	28/06/2023
		PÁGINA	6 de 6

AOAC. Official Methods Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 925.21 18th edición del 2005, cuarta revisión del 2011.

AOAC. Official Methods Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 990.19. 18th edición del 2005, cuarta revisión del 2011.

Consejo Nacional Lácteo. Sistema Nacional de Análisis de Leche Fresca. Manual de Calidad del Sistema Nacional de Análisis de Leche Fresca –SISLAC–. Edición 5°. Febrero de 2005. pp. 23-24.

Instituto Colombiano de Normas Técnicas Icontec. GTC 3 PARTE 1. G. S., Luis Enrique; C. G., Carlos Eduardo. Manual de Métodos Físicoquímicos para el Control de Calidad de la Leche y sus Derivados. pp. 14-15

18. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

CRITERIO	RANGO DE ACEPTACIÓN	ACCIÓN ANTE INCUMPLIMIENTO DE CRITERIOS
Diferencia Porcentual Relativa	0-5% Aplicada a los duplicados en condiciones de repetitividad	Repetir análisis Levantar TNC

19. ANEXOS

- Hoja de trabajo de leche

20. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	28/06/2023	Emisión inicial del documento	Alba Rocío Orduz Amézquita Líder Grupo LDSP German Eduardo Marín Cárdenas Director de Salud Integral Diego Sánchez Báez Coordinador Grupo de Apoyo a la Gestión y Calidad César Ernesto Sánchez Aranda Director de Planeación y Mejoramiento en Salud	Javier Alonso Villamizar Suarez Secretario de Salud de Santander

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley M. Cucaita	Shirley M. Cucaita	Alejandra Galvis Vargas