

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	1 de 8

República de Colombia



Gobernación de Santander

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

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	2 de 8

TABLA DE CONTENIDO

1. OBJETIVO.....	3
2. ALCANCE.....	3
3. RESPONSABILIDAD.....	3
4. DEFINICIONES Y ABREVIATURAS.....	3
5. CONDICIONES GENERALES.....	3
6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO.....	3
7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS.....	4
8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA.....	4
9. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA.....	4
10. EQUIPOS REACTIVOS CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA	4
10.1. MATERIALES.....	4
10.2. EQUIPOS.....	4
10.3. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA.....	4
11. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO.....	4
11.1. ACONDICIONAR EL EQUIPO Y PREPARAR EL MATERIAL.....	4
11.2. ANÁLISIS DE LA MUESTRA.....	4
11.3. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN.....	5
12. CONTROL DE CALIDAD ANÁLITICO.....	5
13. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS.....	5
14. EMISIÓN DEL INFORME DE RESULTADOS.....	6
15. DOCUMENTOS DE REFERENCIA.....	6
16. NORMATIVIDAD APLICABLE.....	6
17. CONTROL DE CAMBIOS.....	7
18. ANEXOS:.....	8
ANEXO 1. ACONDICIONAR EL EQUIPO Y PREPARAR EL MATERIAL.....	8
ANEXO 2. ANÁLISIS DE LA MUESTRA.....	8

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	3 de 8

1. OBJETIVO

Documentar los lineamientos para determinar las cenizas en leche en polvo, bajo la metodología AOAC 930.30

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 leche en polvo

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. 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, calcio y hierro.

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

Leche en polvo: Es el producto que se obtiene por la eliminación del agua de constitución de la leche higienizada

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 e insumos esté disponible.

Revisar el Manual de Bioseguridad Laboratorio Departamental de Salud Pública MI-GS-MA-06. 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 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 termohigrómetro y son registradas en el documento REGISTRO DE CONDICIONES AMBIENTALES MI-GS-RG-37. Los equipos deben mantenerse entre Temperatura y humedad relativa controladas respectivamente 10°C a 40°C y la humedad relativa no debe pasar de 80%.

6. FUNDAMENTO DEL MÉTODO DE ENSAYO

La determinación de cenizas en leche en polvo, se basa en la incineración de una porción exactamente pesada de muestra, se destruye la materia orgánica, operando a una temperatura de 500 a 600 o C, quedando como residuo la materia inorgánica o cenizas cuya cantidad exacta se determina por diferencia de masa. Esta porción representa el contenido mineral de la muestra, es decir corresponde al producto de la incineración de sólidos totales de la leche en condiciones que fija el método

Para la determinación de este parámetro el Laboratorio de Salud Pública de Santander se basa en el procedimiento de la 18va edición de la AOAC; la cual indica que se debe

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	4 de 8

tomar una muestra alrededor de 2 g, depositarla en un crisol e introducirla en una mufla a una temperatura menor o igual a 550 °C hasta la degradación total de la materia orgánica, es decir, hasta obtener una ceniza blanquecina. Una vez obtenido este color se debe pasar a un desecador y pesar. Este residuo corresponde a

7. LIMITACIONES O INTERFERENCIAS

No aplica en este procedimiento.

8. RECOLECCIÓN E IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA

Remitirse al Manual de procedimientos para toma, remisión, transporte, almacenamiento y conservación de muestras, unidad de vigilancia de factores de riesgo del ambiente y el consumo salud pública de Santander MI-GS-MA-58

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.

10. EQUIPOS REACTIVOS CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

10.1. MATERIALES

- Crisoles con tapa
- Guantes de carnaza
- Pinzas para crisol
- Desecador

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 como lo indica el instructivo de cada equipo. Diligencie el formato de control diario de uso de equipos MI-GS-RG-364

- Balanza analítica con una resolución de 0,0001g.
- Mufla 530° +/- 20°C
- Estufa de desecación a 102°C +/-1°C

10.3. REACTIVOS, CONTROLES Y MATERIALES DE REFERENCIA

No aplica en este procedimiento.

11. DESCRIPCIÓN DEL PROCEDIMIENTO

11.1. ACONDICIONAR EL EQUIPO Y PREPARAR EL MATERIAL

- Realizar verificación de los equipos a usar
- Rotular los crisoles con el número de identificación de la muestra, el análisis se realiza por duplicado

11.2. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

- Homogenizar el contenido de la muestra
- Pesar el crisol, esperar a que la balanza se estabilice y registrar el peso. Tarar este valor; registrar el peso del crisol en el formato de hoja de trabajo MI-GS-RG-372

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma

 República de Colombia GOBIERNO DE SANTANDER Gobernación de Santander	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	5 de 8

- Depositar aproximadamente 2g de muestra en el crisol y pesar nuevamente, registrar el peso de la muestra en la hoja de trabajo MI-GS-RG-372
- Introducir el crisol en la mufla a 530° +/- 20°C hasta obtener cenizas libres de partículas de carbón (estos e obtiene al cabo de 1 hora)
- Sacar el crisol con las cenizas y dejarlo enfriar en el desecador, humedecer las cenizas con agua destilada
- Romper los grumos formados valiéndose de una varilla y lavar las partículas adheridas a la varilla
- Introducir el crisol con las cenizas húmedas a la estufa ajustada a 102°C +/-1°C por 30 minutos, hasta evaporar a sequedad, y luego pasar a la mufla calentada a 530° +/- 20°C por un tiempo adicional, ósea hasta que las cenizas estén libres de carbono (ceniza blanca, alrededor de 5 o 6 horas).
- Concluido el proceso, apagar la mufla y dejar enfriar las cenizas en un desecador (se deben obtener cenizas blancas o grisáceas). Hacer uso de las pinzas durante la manipulación de los crisoles.
- Alcanzada la temperatura ambiente, con la ayuda de pinzas, pesar el crisol con el residuo o cenizas obtenidas y registrar la masa.

11.3. CRITERIOS DE ACEPTACIÓN

Tabla N. 1. 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

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 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 5%. 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 MI-GS-RG-372

13. ANÁLISIS Y EXPRESIÓN DE RESULTADOS

Promediar los valores obtenidos de los duplicados y expresar el resultado de estos con dos decimales. Los resultados deben expresarse en % de ceniza m/m, con la siguiente fórmula:

$$\% \text{ Cenizas (m/m)} = \frac{(\text{Peso}_{\text{crisol+muestra}})_{\text{Después de secar}} - \text{Peso}_{\text{crisol}}}{\text{Peso}_{\text{muestra}}} \times 100$$

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	6 de 8

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 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 930.30. 18st Ed., Rockville, MD, USA, AOAC INTERNATIONAL, 2000.

16. NORMATIVIDAD APLICABLE

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCION SOCIAL. Decreto 616 de 2006. Por el cual se expide el Reglamento Técnico sobre los requisitos que debe cumplir la leche para el consumo humano que se obtenga, procese, envase, transporte, comercializa, expendia, importe o exporte en el país. Bogotá D.C.: El Ministerio, 2006. 32 p.

COLOMBIA. MINISTERIO DE SALUD Y PROTECCION SOCIAL. Resolución 2130 de 1986. Por la cual se reglamenta parcialmente el Título V de la Ley 09 de 1979, en lo referente a procesamiento, composición, requisitos, transporte y comercialización de los Derivados Lácteos. Bogotá D.C.: El Ministerio, 1985. 41 p.

Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma

	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	7 de 8

17. CONTROL DE CAMBIOS

CONTROL DE CAMBIOS				
VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO	REVISÓ	APROBÓ
0	23/10/2024	Emisión inicial del documento	Alba Rocío Orduz Amézquita Líder Grupo LDSP Zulema Rosalba 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
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma

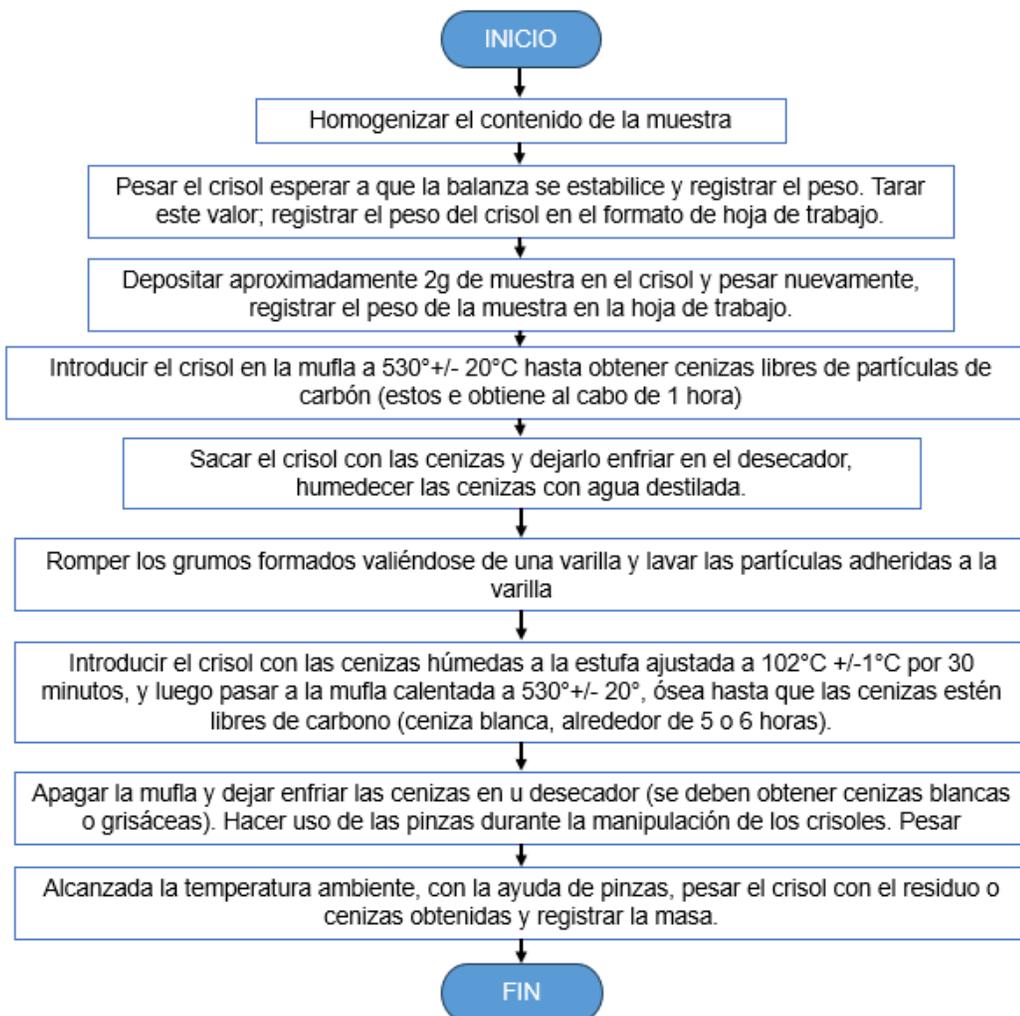
	MANUAL DE ANÁLISIS FISICOQUÍMICO PARA DETERMINAR CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER	CÓDIGO	MI-GS-MA-112
		VERSIÓN	0
		FECHA DE APROBACIÓN	30/10/2024
		PÁGINA	8 de 8

18. ANEXOS: DETERMINACION DE CENIZAS EN LECHE EN POLVO LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA DE SANTANDER

ANEXO 1. ACONDICIONAR EL EQUIPO Y PREPARAR EL MATERIAL



ANEXO 2. ANÁLISIS DE LA MUESTRA



Versión	Elaboración	Revisión Técnica	Revisión de Calidad
0	Shirley Milena Cucaita	-	Jenny Osma